

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

MICROFILTRAÇÃO DE SUCO DE TAMARINDO
(*Tamarindus indica* L.) POR MEMBRANA POLIMÉRICA:
EFEITO DO TRATAMENTO ENZIMÁTICO, DA VELOCIDADE
TANGENCIAL E DA PRESSÃO TRANSMEMBRANA

ANNA PAULA WATANABE
Engenheira de Alimentos

PROF. DR. LUIZ ANTONIO VIOTTO
Orientador

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia de Alimentos da
Universidade Estadual de Campinas para obtenção de título de Mestre em
Engenharia de Alimentos

Campinas – SP
2007

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FEA – UNICAMP

W29m Watanabe, Anna Paula
Microfiltração de suco de tamarindo (*Tamarindus indica* L.) por membrana polimérica: efeito do tratamento enzimático, da velocidade tangencial e da pressão transmembrana / Anna Paula Watanabe. – Campinas, SP: [s.n.], 2007.

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

1. Microfiltração. 2. Tamarindo. 3. Clarificação. 4. Suco de frutas. 5. Separação por membranas. I. Viotto, Luiz Antonio. II. Universidade Estadual de Campinas.Faculdade de Engenharia de Alimentos. III. Título.

(cars/fea)

Titulo em inglês: Microfiltration of tamarind (*Tamarindus indica* L.) juice by polymeric membrane: effects of enzymatic treatment, crossflow velocity and transmembrane pressure

Palavras-chave em inglês (Keywords): Microfiltration, Tamarind, Clarification, Fruits juice, Membrane separation

Titulação: Mestre em Engenharia de Alimentos

Banca examinadora: Luiz Antonio Viotto

Flávio Luis Schmidt

Leila Peres

Ranulfo Monte Alegre

Programa de Pós Graduação: Programa em Engenharia de Alimentos

Banca Examinadora

Prof. Dr. Luiz Antonio Viotto
Orientador — DEA / FEA / UNICAMP

Prof. Dr. Flávio Luis Schmidt
Membro — DTA / FEA / UNICAMP

Prof^a. Dra. Leila Peres
Membro — DTP / FEQ / UNICAMP

Prof. Dr. Ranulfo Monte Alegre
Membro — DEA / FEA / Unicamp

Agradecimentos

À Universidade Estadual de Campinas, através da Faculdade de Engenharia de Alimentos, pela oportunidade de realização deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Luiz Antonio Viotto, pela orientação.

Aos membros da banca examinadora, composta pelos professores Dr. Flávio Luís Schmidt, Dra. Leila Peres e Dr. Ranulfo Monte Alegre pelas correções e sugestões.

Aos funcionários do Departamento de Engenharia de Alimentos, em especial aos técnicos: Adélia Cristina, Rafael e Joyce.

Aos sempre prestativos funcionários do DTA: Bete, Ana Koon, Priscila Albertini, Adalton e Nelson (*in memorian*).

À Fezinha, para quem não tenho palavras para agradecer tão grande ajuda nos experimentos, além da sua paciência para explicar as coisas e pela sua amizade.

A todos que colaboraram com equipamentos que auxiliaram este trabalho, em especial à Juliana (FEAGRI) e ao Ângelo (LAMEFI).

Aos amigos do laboratório, em especial à Márcia Simões, pela colaboração e boas risadas.

Aos meus pais Sadanori e Laura, ao meu melhor amigo e marido, Maurício e ao meu filho André.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Tecnológico (CNPq), pela concessão de bolsa de mestrado.

ÍNDICE

Lista de Figuras	ix
Lista de Tabelas	xi
Lista de Quadros	xiv
Nomenclatura	xv
Resumo	xvii
Summary	xviii
1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS	3
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
3.1. Tecnologia de membranas	5
3.1.1. Fenômenos que limitam o fluxo.....	8
3.1.2. Fatores que afetam o fluxo do permeado.....	9
3.1.3. Comportamento da curva de fluxo.....	11
3.1.4. Modelo de resistências em série.....	12
3.1.5. Modelo matemático.....	13
3.1.6. Vantagens e desvantagens da micro/ultrafiltração de sucos de frutas.....	13
3.2. Indústria de sucos de frutas	16
3.3. Tamarindo	17
4. MATERIAIS E MÉTODOS	23
4.1. Unidade de microfiltração	23
4.2. Demais equipamentos	24
4.3. Matéria-prima	25
4.3.1. Polpa.....	25
4.3.2. Enzima.....	25
4.3.3. Diluição.....	25
4.4. Pré-tratamento enzimático	25
4.5. Procedimento experimental	26
4.5.1. Condições operacionais dos experimentos.....	27
4.6. Análises físico-químicas	28
4.7. Tratamento dos dados e modelagem	30
4.7.1. Cálculo do coeficiente de retenção.....	30
4.7.2. Modelo de resistências em série.....	30
4.7.3. Ajuste ao modelo matemático.....	31
4.8. Limpeza	31
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	33
5.1. Composição química da polpa	33
5.2. Composição química da alimentação, do retentado e permeado	35
5.2.1. Avaliação da composição química da alimentação, do permeado e retentado dos experimentos E.1, E.2 e E.11.....	37
5.2.2. Avaliação da composição química da alimentação, do permeado e retentado dos experimentos E.7 e E.10.....	40

5.2.3.	Avaliação da composição química da alimentação, do permeado e retentado dos experimentos E.6 e E.10.	41
5.2.4.	Efeito do tratamento enzimático na quantidade de pectina e teor de polpa (E.4 e E.5).	42
5.2.5.	Conclusões gerais sobre as análises físico-químicas	44
5.3.	Curvas de fluxo de permeado	45
5.4.	Cálculos das resistências em série	51
5.5.	Ajuste ao modelo matemático	55
5.6.	Limpeza	57
6.	CONCLUSÕES GERAIS	61
7.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	63
8.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	65
9.	ANEXOS	71
9.1.	Curva de fluxo de permeado	71
9.1.1.	Dados experimentais de E.1	71
9.1.2.	Dados experimentais de E.2	72
9.1.3.	Dados experimentais de E.3	74
9.1.4.	Dados experimentais de E.4	75
9.1.5.	Dados experimentais de E.5	76
9.1.6.	Dados experimentais de E.6	78
9.1.7.	Dados experimentais de E.7	79
9.1.8.	Dados experimentais de E.8	81
9.1.9.	Dados experimentais de E.9	82
9.1.10.	Dados experimentais de E.10	84
9.1.11.	Dados experimentais de E.11	85
9.2.	Cálculo das resistências	87
9.3.	Ajuste ao modelo matemático	90

Lista de Figuras

Figura 3.1. Esquema ilustrativo da filtração convencional vs. tangencial e seus respectivos comportamentos de fluxo e da resistência R_t causada pela torta em função do tempo [Cheryan, 1998].	6
Figura 3.2. Clarificação de suco de maçã convencional vs. ultrafiltração [Cheryan, 1998].	14
Figura 3.3. Fruto do tamarindo (<i>Tamarindus indica</i> L.)	18
Figura 4.1. Desenho esquemático do sistema piloto de microfiltração.	23
Figura 4.2. Foto ilustrativa do sistema piloto de microfiltração.	24
Figura 5.1. Imagem do produto inicial (alimentação) e dos produtos finais (permeado e retentado) dos experimentos de microfiltração.	35
Figura 5.2. Curva de fluxo vs. tempo dos 11 experimentos de microfiltração de suco de tamarindo sob condições operacionais diversas.	46
Figura 5.3. Curva de fluxo vs. tempo dos experimentos E.1, E.2, E.9 e E.11.	48
Figura 5.4. Curva de fluxo vs. tempo dos experimentos E.6 e E.10.	49
Figura 5.5. Curva de fluxo vs. tempo dos 8 experimentos sob condições operacionais diversas.	50
Figura 5.6. Resistências de membrana (R_M), devido ao fouling (R_F), devido à camada gel polarizada e à polarização da concentração (R_P), considerando R_M constante.	53
Figura 9.1. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.1	72
Figura 9.2. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.2	73
Figura 9.3. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.3	75
Figura 9.4. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.4	76
Figura 9.5. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.5	77
Figura 9.6. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.6	79
Figura 9.7. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.7	80
Figura 9.8. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.8	82
Figura 9.9. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.9	83
Figura 9.10. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.10.	85
Figura 9.11. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.11.	

.....	86
Figura 9.12. Experimento 1. $v=4\text{m/s}$; $P=0,5\text{bar}$; sem enzima.	90
Figura 9.13. Experimento 2. $v=4\text{m/s}$; $P=0,5\text{bar}$; sem enzima.	90
Figura 9.14. Experimento 3. $v=6\text{m/s}$; $P=1,1\text{bar}$; sem enzima.	91
Figura 9.15. Experimento 4. $v=4\text{m/s}$; $P=1,1\text{bar}$; sem enzima.	91
Figura 9.16. Experimento 5. $v=4\text{m/s}$; $P=1,1\text{bar}$; com enzima.	92
Figura 9.17. Experimento 6. $v=6\text{m/s}$; $P=0,5\text{bar}$; com enzima.	92
Figura 9.18. Experimento 7. $v=6\text{m/s}$; $P=0,5\text{bar}$; sem enzima.	93
Figura 9.19. Experimento 8. $v=6\text{m/s}$; $P=1,1\text{bar}$; com enzima.	93
Figura 9.20. Experimento 9. $v=4\text{m/s}$; $P=0,5\text{bar}$; com enzima.	94
Figura 9.21. Experimento 10. $v=6\text{m/s}$; $P=0,5\text{bar}$; com enzima.	94
Figura 9.22. Experimento 11. $v=4\text{m/s}$; $P=0,5\text{bar}$; sem enzima.	95

Lista de Tabelas

Tabela 3.1. Composição alimentar da polpa de tamarindo [USDA, 2003].	19
Tabela 4.1. Condições operacionais utilizadas em cada experimento, quais experimentos foram repetidos, e o lote da matéria-prima utilizado.	28
Tabela 5.1. Características físico-químicas da polpa de tamarindo por dois autores e da polpa utilizada nos experimentos.	34
Tabela 5.2. Valores de pH, sólidos solúveis (°Brix) e acidez total titulável (% de ácido tartárico) das amostras de suco de tamarindo retiradas da alimentação (AL), do retentado (RE) e do permeado (PE) dos 11 experimentos. Letras iguais indicam que as amostras de AL, RE e PE não diferem estatisticamente ($p \leq 0,05$) entre si.	36
Tabela 5.3. Resultados das análises físico-químicas das amostras de suco de tamarindo dos experimentos E.1, E.2 e E.11. Letras iguais indicam que as amostras AL, RE e PE não diferem estatisticamente ($p \leq 0,05$) entre si.	39
Tabela 5.4. Resultados das análises físico-químicas de amostras de suco de tamarindo dos experimentos E.10 e E.7. Letras iguais indicam que as amostras AL, RE e PE não diferem estatisticamente ($p \leq 0,05$) entre si.	40
Tabela 5.5. Resultados das análises físico-químicas das amostras de suco de tamarindo dos experimentos E.6 e E.10. Letras iguais indicam que as amostras AL, RE e PE não diferem estatisticamente ($p \leq 0,05$) entre si.	42
Tabela 5.6. Resultados das análises físico-químicas das amostras de suco de tamarindo dos experimentos E.4 e E.5. Letras iguais indicam que as amostras AL, RE e PE não diferem estatisticamente ($p \leq 0,05$) entre si.	43
Tabela 5.7. Fluxos de água filtrada a 35°C, com a membrana limpa ($\text{kg/m}^2\text{h}$), medidos na condição padrão ($v = 4 \text{ m/s}$ e $P_{\text{TM}} = 1,1 \text{ bar}$).	47
Tabela 5.8. Resistência devido à polarização da concentração e à camada gel polarizada obtida através do modelo de resistências em série e considerando R_M constante.	52
Tabela 5.9. Resistências ao fluxo em porcentagem, em relação à resistência total.	54
Tabela 5.10. Parâmetros operacionais (v , P_{TM} e $[E]$) de cada experimento, fluxo de permeado final e inicial (J_F , J_0) e valores obtidos (λ e R^2) pelo modelo matemático proposto.	56

Tabela 9.1. Parâmetros operacionais utilizados em E.1, massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}).....	71
Tabela 9.2. Dados obtidos durante o experimento E.1, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).	71
Tabela 9.3. Parâmetros operacionais utilizados em E.2, massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}).....	72
Tabela 9.4. Dados obtidos durante o experimento E.2, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).	72
Tabela 9.5. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}), e parâmetros operacionais utilizados em E.3.	74
Tabela 9.6. Dados obtidos durante o experimento E.3, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).	74
Tabela 9.7. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}), e parâmetros operacionais utilizados em E.4.	75
Tabela 9.8. Dados obtidos durante o experimento E.4, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).	75
Tabela 9.9. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}), e parâmetros operacionais utilizados em E.5.	76
Tabela 9.10. Dados obtidos durante o experimento E.5, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).	76
Tabela 9.11. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}), e parâmetros operacionais utilizados em E.6.	78
Tabela 9.12. Dados obtidos durante o experimento E.6, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).	78
Tabela 9.13. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}), e parâmetros operacionais utilizados em E.7.	79
Tabela 9.14. Dados obtidos durante o experimento E.7, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).	79
Tabela 9.15. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}), e parâmetros operacionais utilizados em E.8.	81

Tabela 9.16. Dados obtidos durante o experimento E.8, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).	81
Tabela 9.17. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}), e parâmetros operacionais utilizados em E.9.	82
Tabela 9.18. Dados obtidos durante o experimento E.9, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).	82
Tabela 9.19. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}), e parâmetros operacionais utilizados em E.10.	84
Tabela 9.20. Dados obtidos durante o experimento E.10, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).	84
Tabela 9.21. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), massa final de retentado (m_{RE}) e parâmetros operacionais utilizados em E.11.....	85
Tabela 9.22. Dados obtidos durante o experimento E.11, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).	85
Tabela 9.23. Resistência total obtida através do modelo de resistências em série.	87
Tabela 9.24. Resistência de membrana obtida através do modelo de resistências em série e considerando-a igual em todos os experimentos.	87
Tabela 9.25. Resistência de membrana obtida através do modelo de resistências em série e considerando sua variação nos experimentos.	88
Tabela 9.26. Resistência devido ao <i>fouling</i> obtida através do modelo de resistências em série, consderando R_M constante.	88
Tabela 9.27. Resistência devido à polarização da concentração e à camada gel polarizada obtida através do modelo de resistências em série e considerando R_M constante.	88
Tabela 9.28. Resistências representadas em porcentagem em relação à resistência total e considerando R_M constante.....	89
Tabela 9.29. Resistências representadas em porcentagem em relação à resistência total e considerando R_M constante.....	89

Lista de Quadros

Quadro 5.1. Fluxo de água antes e após o processamento e limpeza da membrana.	58
--	----

Nomenclatura

λ – constante associada ao declínio de fluxo (h^{-1})

μ_p – viscosidade aparente do permeado ($\text{kg/m}\cdot\text{s}$)

μ_w – viscosidade aparente da água filtrada ($\text{kg/m}\cdot\text{s}$)

A – coeficiente de permeabilidade da membrana (m)

A_p – área de permeação (m^2)

[E] – concentração de enzima pectinolítica (ppm ou mg/kg)

Fc – fator de concentração

R – índice de retenção (%)

C_{PE} – concentração de componente no permeado

C_{RE} – concentração de componente no retentado

MF – microfiltração

UF – ultrafiltração

OR – osmose reversa

AL – alimentação

RE – retentado

PE – permeado

P_{TM} – pressão transmembrana (bar)

P_E – pressão na entrada da membrana (bar)

P_S – pressão na saída da membrana (bar)

P_{PE} – pressão do permeado (bar)

v – velocidade de escoamento (m/s)

J – fluxo de permeado ($\text{kg/h}\cdot\text{m}^2$)

J_a – fluxo de permeado acumulado ($\text{kg/h}\cdot\text{m}^2$)

J_p – fluxo de permeado pontual ($\text{kg/h}\cdot\text{m}^2$)

J_0 – fluxo de permeado inicial ($\text{kg/h}\cdot\text{m}^2$)

J_F – fluxo de permeado final ($\text{kg/h}\cdot\text{m}^2$)

J_W – fluxo de água com a membrana limpa ($\text{kg/h}\cdot\text{m}^2$)

J_{Wf} – fluxo de água da membrana com fouling, após enxágüe com água ($\text{kg/h}\cdot\text{m}^2$)

m_{AL} – massa inicial da alimentação (kg)

m_{PE} – massa final de permeado (kg)

m_{pe} – massa de permeado acumulada em determinado tempo (kg)

m_{RE} – massa final de retentado (kg)

t – tempo de processamento (minutos)

R_T – resistência total (m^{-1})

R_M – resistência hidráulica da membrana limpa (m^{-1})

R_P – resistência devido à polarização da concentração e camada gel polarizada (m^{-1})

R_F – resistência devido ao *fouling* (m^{-1})

Resumo

A aplicação do processo de microfiltração para clarificação de certos sucos de frutas tem demonstrado resultados economicamente viáveis. Inúmeros sucos de frutas típicas do Brasil ainda não foram testados neste tipo de processo, visando a sua clarificação. Suco de tamarindo (*Tamarindus indica* L.) reconstituído na proporção de 1 de polpa para 3 de água foi microfiltrado a 35°C, em membrana tubular de polipropileno de diâmetro médio de poro de 0,2 µm, variando-se as condições de pressão transmembrana, velocidade de escoamento e utilizando ou não um pré-tratamento enzimático da polpa. Foram observados fluxos finais de permeado de 70 a 115 kg/m²h. O aumento da pressão transmembrana aumentou o *fouling*, mas resultou em altos valores de fluxo de permeação, tanto iniciais quanto finais. Alta pressão associada ao uso de enzima pectinolítica na concentração de 100 ppm apresentou o melhor resultado de fluxo final, a um fator de concentração igual a dois e, conseqüentemente, no menor tempo de processamento. O aumento da velocidade de escoamento e uso de baixas pressões melhorou o fluxo de modo geral, e o uso concomitante de enzima, melhorou ainda mais o fluxo. Ao usar alta velocidade e alta pressão, o fluxo foi elevado no processamento em que não foi feito o tratamento enzimático. Entretanto, no processamento em que foi realizado o tratamento enzimático, o fluxo diminuiu em 26%, possivelmente devido ao aumento do *fouling* na membrana. O permeado obtido apresentou uma coloração amarelo ouro, límpido e sem presença de sólidos insolúveis. Houve também retenção de sólidos solúveis (açúcares e pectinas, entre outros) e, conseqüentemente, dos sólidos totais (diminuição da umidade no retentado). Os resultados de fluxo de permeado em diversas condições de operação permitiram uma análise da influência da camada gel e do *fouling* de acordo com a teoria de resistências em série. Os dados obtidos para a construção da curva de permeação foram ajustados a um modelo matemático, baseado na teoria de renovação de superfície, e calcularam-se os valores da constante de declínio de fluxo. Estes foram maiores nos experimentos em que se fez uso de altas pressões e tratamento enzimático.

Palavras-chaves: microfiltração, tamarindo, clarificação de suco de fruta, separação por membranas.

Summary

Clarification of a lot of fruit juices using microfiltration process has been showing viable economic results. Countless juices of typical fruits of Brazil aren't studied yet in membrane separation process. Tamarind juice (*Tamarindus indica* L.) reconstituted at 35°C was microfiltered using a polypropylene tubular membrane of 0,2 µm average diameter poro. The operating conditions of transmembrane pressure, crossflow velocity and enzymatic treatment were evaluated. Final fluxes values of 70 until 115 kg/m²h was observed. The increase in transmembrane pressure resulted in high fouling, but increased the values of inicial and final permeates fluxes. Associated of enzyme pectinolytic at 100 ppm, this experiment presents the best result of final flux and, consequently, the smaller time processing. The increase in crossflow velocity and use of low transmembrane pressure improved the fluxes in general, and using enzymes at the same time, improved the fluxes even more. High crossflow velocities and high transmembrane pressures results in high fluxes just in the experiment without enzymatic treatment. In the experiment where enzymatic treatment was done, the flux reduce 26%, possible due to increase of the fouling on membrane. The permeate presents a gold yellow colour, cloudless and without insoluble solids. There was soluble solids (sugar, pectin etc.) retention and, consequently, total solids retention (reducing of humidity in retentate). The influence of polarized layer and the fouling in several operating conditions results of fluxes allow an analysis by resistance in series theory. The experimental data picked to permeate curve was ajusted to mathematical model based on surface renewal theory and the flux decay constant were calculated. There were higher on experiments with high pressure and enzymatic treatment.

Keywords: microfiltration, tamarind, fruit juice clarification, membrane separation.

1. INTRODUÇÃO

O Brasil é o segundo produtor mundial de frutas (32 milhões de toneladas/ano), sendo um dos principais produtores e exportadores de várias espécies frutíferas nativas e exóticas ainda não aproveitadas em todo seu potencial [Maia, 1997].

Do volume mundial de frutas frescas anualmente comercializadas, as frutas tropicais têm participação bastante significativa. As frutas tropicais como abacaxi, maracujá, manga, caju, goiaba, graviola e tamarindo têm uma especial preferência na dieta dos consumidores [Clay et al. 2000].

Estas espécies frutíferas são geralmente encontradas nos trópicos e na Amazônia no estado silvestre, das quais só uma pequena parte é explorada. Dentre elas destaca-se o tamarindo, de nome científico *Tamarindus indica* L., da família Leguminosae, encontrado no leste da Índia e nas ilhas do Pacífico, além de países da América Central e nordeste do Brasil. Trata-se de uma vagem linear e comprida, de cor marrom, dura e quebradiça, que contém em seu interior várias sementes cobertas por uma polpa fibrosa de gosto agri-doce e cor marrom escura. A polpa do tamarindo constitui a metade do peso da vagem, sendo comum a sua utilização em diversos países, na indústria de sucos, geléias, doces e diversos alimentos [Morton, 1987].

Comparando-se com os diversos setores da indústria alimentícia, o setor de sucos de frutas ainda não tem explorado plenamente o seu potencial de produtos saudáveis, o que poderia ser conseguido através de disponibilização de bebidas alternativas. A chave para se conquistar este crescente mercado reside na disponibilidade do produto, na imagem natural e na possibilidade de oferecer aos consumidores uma ampla variedade de produtos à sua escolha [Veeneman, 1999].

Os sucos de frutas tropicais são excelentes opções para o consumidor porque juntamente com os seus atributos sensoriais e refrescantes, possuem o apelo de serem nutritivos e saudáveis [Korgo, 1996].

No processo tradicional de clarificação de sucos, é necessária inicialmente a utilização de enzimas, para degradar as substâncias responsáveis pela turbidez dos sucos. Na etapa da clarificação propriamente dita, se utilizam filtros prensa e/ou terra diatomácea

em grande quantidade, o que gera um alto custo de energia, mão-de-obra e um problema ambiental sério, que é o descarte da terra diatomácea. Na seqüência pasteuriza-se o suco para então concentrá-lo [Cheryan, 1998].

Pesquisas realizadas desde 1970 têm mostrado que a microfiltração (MF), a ultrafiltração (UF) e a osmose reversa (OR) podem ser usadas com sucesso para substituir algumas dessas operações, sendo que com a microfiltração é possível a esterilização a frio [Carneiro *et al.*, 2002]. Diante do problema de possíveis mudanças no sabor e aroma do produto, além de perda de nutrientes como vitaminas, a microfiltração apresenta-se como um tratamento que mantém total ou parcialmente estas propriedades.

Atualmente, a maior aplicação da microfiltração e da ultrafiltração na indústria de alimentos é no processamento de derivados do leite, onde esta técnica foi desenvolvida. Já na indústria de suco de frutas, destaca-se o processamento de suco de maçã e laranja.

O suco clarificado poderá ser utilizado para produção de suco pronto para beber, para posterior concentração, ou ainda, para possível adição em: refrigerantes, bebidas gaseificadas, águas aromatizadas, bebidas esportivas (isotônicos) e chás gelados.

O projeto e aplicações bem sucedidas de processos de separação por membranas requerem o desenvolvimento de modelos previsíveis quantitativos, os quais relacionam os materiais ao desempenho e eficiência da separação [Barros, 2002]. O fluxo de permeado (suco clarificado) num processo de microfiltração é de fundamental importância econômica. Processos com membranas de alto fluxo requerem menos área filtrante, para o mesmo volume de produção, o que reduz o custo do equipamento e tempo de processo. Isto se traduz em economia e melhoria na qualidade do processo.

Da literatura sabe-se que os parâmetros de processos tais como: temperatura, pressão transmembrana, velocidade tangencial e concentração da alimentação são importantes para o fluxo de permeado.

Assim, é interessante o desenvolvimento da pesquisa de microfiltração de suco de tamarindo, estudando a influência destes parâmetros no processo para a obtenção de elevado fluxo de permeado, bem como determinar a composição do suco clarificado.

2. OBJETIVOS

Este trabalho teve como objetivo principal estudar a influência da pressão transmembrana e da velocidade de escoamento sobre o fluxo de permeado, na etapa de microfiltração do suco de tamarindo pré-tratado enzimaticamente com enzima pectinolítica comercial na concentração de 100 ppm.

Além disso, teve como outros objetivos:

- Estudar a queda do fluxo de permeado devido à formação da camada gel polarizada e *fouling* através de um modelo de resistência em série;
- Avaliar as propriedades físico-químicas dos produtos: inicial (alimentação) e final (permeado e retentado);
- Comparar os dados experimentais de fluxo de permeado com os valores previstos por um modelo matemático.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Tecnologia de membranas

Filtração pode ser definida como a separação, de dois ou mais componentes, de uma corrente de fluido, baseada nas diferenças de tamanho. Nos usos convencionais, usualmente se refere à separação de partículas sólidas imiscíveis de uma corrente líquida ou gasosa. A filtração por membranas estende esta aplicação, incluindo a separação de solutos dissolvidos em corrente líquida e na separação de misturas de gases [Cheryan, 1998].

Os métodos de filtração utilizados nos processos de separação por membranas são: a convencional (dead-end filtration), quando um fluido escoar perpendicular à superfície membrana; e tangencial (crossflow filtration), quando o escoamento do fluido é paralelo à superfície da membrana e altas velocidades possibilitam o arraste dos solutos que tendem a se acumular na superfície [Cheryan, 1998].

Na filtração tangencial, a corrente de alimentação é separada pela membrana em duas correntes: o permeado, que atravessa a membrana, e o concentrado, ou retentado, que retém os solutos e sólidos suspensos que não passaram pela membrana [Paulson *et al.*, 1985]. Se a corrente de alimentação contém muitos sólidos e/ou sólidos que necessitam ser recuperados, o fluxo tangencial é vantajoso, por limitar o crescimento da concentração de sólidos na superfície da membrana (torta). A Figura 3.1 compara a filtração convencional com a tangencial. Os sólidos são mantidos em suspensão na corrente de alimentação, resultando em menor formação de torta e assim, menor resistência de torta (R_t) na membrana, resultando em maior média de fluxo durante a operação [Cheryan, 1998].

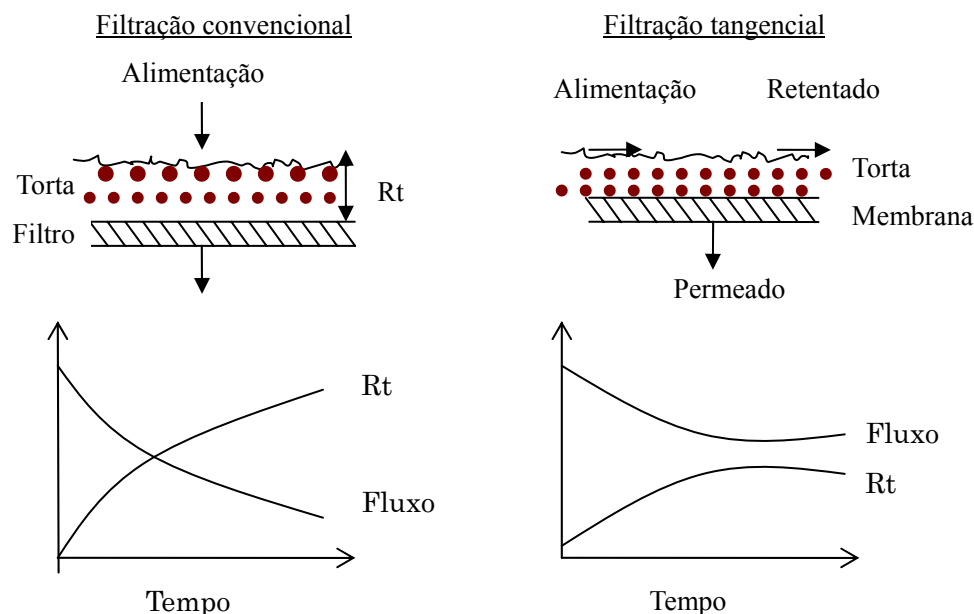


Figura 3.1. Esquema ilustrativo da filtração convencional vs. tangencial e seus respectivos comportamentos de fluxo e da resistência R_t causada pela torta em função do tempo [Cheryan, 1998].

Os três tipos principais de processos de filtração por membranas regidos pela pressão são: microfiltração (MF), ultrafiltração (UF) e osmose reversa (OR) ou hiperfiltração [Porter, 1990]. Esses processos se diferenciam pelo tamanho médio de poro da membrana e pela pressão aplicada, embora não haja uma convenção de limites para distingui-los.

A MF é designada para reter partículas suspensas de 0,1 μm a 10 μm (porém, partículas maiores que 5 μm são melhor separadas utilizando-se métodos de filtração tradicionais). A MF é usada principalmente para clarificação, separando partículas suspensas de substâncias dissolvidas, desde que as partículas tenham tamanho maior que os poros da membrana [Cheryan, 1998].

Rautenbach e Albrecht (1989) citam diversas aplicações da microfiltração, como a concentração ou separação de suspensões coloidais, separação de emulsões e como pré-tratamento da osmose reversa. De acordo com Porter (1990), a microfiltração permite excelente retenção de microrganismos, sendo bastante utilizado em processos de esterilização.

A UF, por reter partículas menores, pode ser considerada um método de purificação, concentração e fracionamento de macromoléculas ou colóides suspensos. Dentre as aplicações da ultrafiltração na área de alimentos estão a concentração do leite na fabricação de queijo e recuperação das proteínas do soro na indústria de laticínios; a concentração de gelatina, clara de ovo e na indústria de bebidas (sucos de fruta, vinho e cerveja) [Porter, 1990].

A osmose reversa, por utilizar pequeno diâmetro de poro (menor que 150 daltons), rejeita praticamente todos os solutos, inclusive sais, açúcares e íons, sendo utilizada nos processos de concentração e de remoção de sal da água [Dziezak, 1990]. Opera a altas pressões (de 1980 a 6890 kPa), para superar a pressão osmótica, segundo Paulson *et al.* (1985).

Cheryan (1998) apresenta, em relação aos materiais, três gerações de membranas, sendo a primeira delas basicamente de acetato de celulose, que foi sendo substituído devido a pouca compatibilidade do material com as soluções sanitizantes, como o cloro, necessárias na indústria de alimentos, além da faixa de pH restrita, entre 3 e 7, e temperaturas máximas de processamento de 35°C.

A segunda geração é constituída de inúmeros polímeros, melhores que as membranas da primeira geração porque mantêm a rigidez mesmo quando úmidos, suportam temperaturas de até 100°C e operam com qualquer valor de pH, sendo resistentes também ao cloro [El-Gazzar & Marth, 1991].

Lawrence (1989) descreve que as membranas de terceira geração são minerais, compostas de óxido de zircônio ou alumina, montadas em um suporte de carbono em forma de grafite ou cerâmica porosa, possuindo alta resistência à pressão e temperaturas (até 400°C), além de tolerantes a qualquer faixa de pH.

Este tipo de membrana é extremamente versátil, visto que são feitas de material inorgânico e possuem poucas desvantagens em relação às membranas poliméricas. Membranas inorgânicas estão disponíveis normalmente na forma tubular, tanto com um único canal ou com um elemento multicanais, que pode conter de 7 a 37 canais circulares. Outras conformações disponíveis de membranas de corrente tangencial são: planas, espirais, fibras ocas ou tubos capilares [Cheryan, 1998].

3.1.1. Fenômenos que limitam o fluxo

São três fenômenos conhecidos por limitarem o fluxo de permeado: polarização da concentração, camada gel polarizada e *fouling*. Os fenômenos são explicados a seguir por Cheryan (1998):

Polarização da concentração é causada pelo aumento da concentração da alimentação na superfície da membrana. Os componentes sólidos da alimentação são arrastados para a superfície da membrana por transporte convectivo, devido à pressão, e sendo parcialmente ou totalmente rejeitados, tendem a se concentrar na interface, formando um gradiente de concentração. Ao mesmo tempo, ocorre o contra-fluxo de solutos em direção à alimentação, em virtude da difusão.

Tal fenômeno se estabelece rapidamente, provocando uma queda acentuada do fluxo permeado nos instantes iniciais da microfiltração.

Quando a concentração de partículas próximas à superfície filtrante excede seu limite de solubilidade, ocorre então a gelificação (formação de uma camada de gel) da solução, devido à precipitação por supersaturação de macromoléculas.

Esta camada, denominada camada gel polarizada, ocasiona um aumento na resistência ao fluxo de permeado. Esta camada adicional também é conhecida como “torta”. Não deve ser confundida com a camada ocasionada por *fouling*, que surge devido às interações membrana-soluto.

O *fouling* ocorre devido à deposição e acúmulo dos componentes da alimentação – partículas suspensas, solutos dissolvidos que não permeiam, ou até mesmo solutos normalmente permeáveis – na superfície da membrana e/ou dentro dos poros da membrana. A natureza e a extensão do *fouling* é fortemente influenciada pela natureza físico-química da membrana e do soluto. Interações entre soluto-soluto e soluto-membrana, além da química da superfície da membrana são as chaves para o entendimento do *fouling*. Este difere do fenômeno da camada gel polarizada, pois os efeitos desta são reversíveis, uma vez que podem ser amenizados diminuindo-se a pressão ou a concentração da solução, ou aumentando-se a velocidade tangencial. Por outro lado, o *fouling* é caracterizado por um declínio irreversível de fluxo permeado, devido à adsorção de espécies/solutos na superfície

da membrana e/ou agregação destas nos poros, provocando um bloqueio parcial ou mesmo total dos mesmos. Tal declínio só pode ser revertido mediante uma limpeza química.

Tong et al. (1988) relatam que o *fouling* pode acarretar um aumento nos custos referentes à limpeza, mão-de-obra e energia, além de reduzir o tempo de vida útil da membrana.

3.1.2. Fatores que afetam o fluxo do permeado

Para reduzir os efeitos dos fenômenos de polarização da concentração, formação da camada gel polarizada e *fouling* alguns parâmetros devem ser controlados [Bassetti, 2002].

Segundo Cheryan (1998), quatro fatores principais afetam o fluxo de permeado: pressão transmembrana, temperatura do processo, velocidade de escoamento e concentração da alimentação.

A pressão transmembrana (P_{TM}) é definida como sendo o gradiente de pressão entre os lados do retentado e do permeado. Devido ao fato da saída do permeado ser aberta para o ambiente, a pressão do permeado torna-se nula, de modo que a pressão transmembrana pode ser simplificada como sendo a média aritmética da pressão na entrada (P_E) e na saída (P_S) da membrana.

$$P_{TM} = \left(\frac{P_E + P_S}{2} \right) \quad (3.1)$$

Em baixas pressões, alimentação com baixa concentração e altas velocidades de escoamento, isto é, condições onde os efeitos da polarização da concentração são mínimos, o fluxo é afetado pela pressão transmembrana, e aumenta conforme se aumenta a pressão. Após certo valor de pressão, o fluxo torna-se independente da pressão e controlado pela transferência de massa [Cheryan, 1998].

Freitas (1996) desenvolveu um estudo experimental de clarificação por ultrafiltração, usando suco de laranja comercial pasteurizado. Observando os efeitos da pressão transmembrana sobre o fluxo de permeado, constatou que o valor do fluxo aumentou com o valor de pressão transmembrana até 370 kPa, mantendo-se constante acima disso.

Kirk *et al.* (1983) estudaram o comportamento do fluxo na UF de suco de pêra e obtiveram um valor máximo na pressão transmembrana de 1,5 bar, velocidade de 0,15 m/s e 50°C, entretanto, após este valor de pressão houve um declínio no fluxo, que decresceu ligeiramente com o logaritmo da concentração.

Vladisavljević *et al.* (2003) estudaram a influência da pressão transmembrana, temperatura e velocidade de escoamento na UF de suco de maçã despectinizado utilizando membranas cerâmicas tubulares. A pressão variou de 1 a 4 bar e o fluxo de permeado em estado-estacionário alcançou um máximo com pressão em torno de 2 bar.

Quanto à influência das temperaturas no fluxo de permeado, Vladisavljević *et al.* (2003) obtiveram maiores fluxos com maiores temperaturas (que variaram de 20 a 55°C), devido à redução na viscosidade do fluido.

Barros *et al.* (2003) variaram as temperaturas de 30 a 50°C e a pressão de 2 a 6 bar, utilizando membrana cerâmica tubular de diâmetro médio de poro 0,2µm, e obtiveram maiores fluxos a 50°C e 4 bar.

Segundo Cheryan (1998), temperaturas maiores que 55°C podem também minimizar o crescimento microbiano. Por essas razões, é melhor operar com a maior temperatura possível, considerando as limitações da membrana e da alimentação. Porém, deve-se considerar a estabilidade do fluido em temperaturas elevadas, pois pode haver precipitação de sais na superfície da membrana, provocando o *fouling* e levando à diminuição do fluxo.

Experimentos para estudo de redução da contagem microbiológica (“cold sterilization”) de suco de abacaxi, sem utilização de calor, através de microfiltração com membranas tubulares de polietersulfona de poro médio de 0,3 µm foram conduzidos por Carneiro *et al.* (2002), fixando-se a temperatura em 25°C e a pressão em 1 bar. Verificou-se que os sucos obtidos permaneceram por 28 dias, armazenados a 8°C, com valores de contagem microbiológica abaixo dos requisitos exigidos pela legislação brasileira para sucos e bebidas.

Já que os processos térmicos afetam profundamente as características de sucos de frutas, a MF pode ser uma alternativa por não exigir altas temperaturas. O uso de temperaturas e pressões brandas mantém a qualidade nutricional e atributos sensoriais do produto [Carneiro *et al.*, 2002]. Para sucos de frutas, a temperatura limite é 55°C.

Segundo Cheryan (1998), um acréscimo na velocidade de escoamento ou na turbulência do fluido a ser ultrafiltrado causa arraste das partículas retidas na superfície da membrana, diminuindo a camada gel polarizada e aumentando o fluxo de permeado. Além disso, quanto maior a velocidade de escoamento tangencial da solução, menor a intensidade da polarização por concentração, para uma mesma pressão de operação.

Segundo Porter (1990), altos valores de velocidade tangencial tendem a prevenir o *fouling* e, conseqüentemente, facilitam o processo de limpeza.

Ferreira (2001) verificou em seu trabalho de obtenção de caseína por microfiltração que o aumento da velocidade tangencial melhorou sensivelmente o fluxo de permeado. A melhor condição para o fluxo de permeado foi de velocidade de 6,1 m/s e pressão transmembrana de 2 bar.

A concentração da alimentação influencia as características do fluido, como a viscosidade e a densidade, que por sua vez afetam o fluxo; este decresce exponencialmente com o aumento da concentração da alimentação, devido ao aumento na viscosidade, segundo Cheryan (1998). Quando a concentração na alimentação aumenta, aproximando-se da concentração da camada gel, o fluxo tende a zero, pois quanto menor o gradiente de concentração na camada limite, menor a transferência de massa.

Heatherbell et al. (1977), ao estudarem o comportamento do fluxo de permeado quanto à influência da concentração da alimentação, na clarificação de suco de maçã por UF, observaram que o fluxo decresce exponencialmente devido ao aumento da concentração da alimentação, não só influenciado pela viscosidade do retentado, mas também pela concentração de pectina no retentado.

3.1.3. Comportamento da curva de fluxo

A típica curva do fluxo de permeado pelo tempo pode ser descrita em três estágios [Marshall e Daufin, 1995]. O primeiro é caracterizado por uma queda brusca do fluxo nos primeiros minutos devido à polarização dos solutos por concentração, ou seja, a formação de um gradiente de concentração dos componentes na interface da membrana. Nesse estágio a perda do fluxo é reversível.

No segundo estágio, há formação da camada gel e do *fouling*, isto é, a precipitação dos solutos acumulados na polarização sobre a superfície da membrana e adsorção dos componentes na membrana. A diminuição do fluxo devida ao *fouling* é irreversível, podendo o valor do fluxo original ser restituído somente após uma limpeza química da membrana.

O terceiro estágio é a consolidação da camada *fouling* e corresponde a uma leve queda de fluxo até se atingir o estado quase estacionário.

3.1.4. Modelo de resistências em série

As principais causas da diminuição do fluxo no processo de micro/ultrafiltração são: a polarização por concentração, a camada gel polarizada e o *fouling* [Girard e Fukumoto, 2000]. Assim, é de grande importância o estudo dos fenômenos limitantes do fluxo de permeado. De acordo com Cheryan (1998), o fluxo de permeado pode ser relacionado com um termo que caracteriza a membrana, denominado coeficiente de permeabilidade da membrana (A), multiplicado pela pressão transmembrana e o inverso da viscosidade do fluido.

$$J = \frac{A \cdot P_{TM}}{\mu} \quad (3.2)$$

Onde J é o fluxo de permeado, P_{TM} é a pressão transmembrana e μ a viscosidade do permeado.

Introduzindo o termo resistência hidráulica da membrana, R_M , que avalia o quanto a membrana ofereceu de resistência à passagem de permeado, e utilizando água como alimentação, obtém-se a equação abaixo:

$$J_w = \frac{P_{TM}}{\mu_w \cdot R_M} \quad (3.3)$$

Onde R_M é o inverso de A , J_w é o fluxo obtido com água e μ_w é a viscosidade da água.

Se ao invés de água for utilizada uma solução multi-componente, dois termos de resistência serão adicionados, ocasionados pelo acúmulo de solutos e bloqueio de poros

[Jiraratananon *et al.*, 1997]:

$$J = \frac{P_{TM}}{\mu(R_M + R_F + R_P)} \quad (3.4)$$

Onde R_F é a resistência devido ao *fouling* e R_P é a resistência devido à camada gel polarizada e à polarização da concentração.

Estes três termos de resistência podem ser chamados de resistência total (R_T):

$$J = \frac{P_{TM}}{\mu \cdot R_T} \quad (3.5)$$

3.1.5. Modelo matemático

Diferentes modelos têm sido propostos para descrever o comportamento do fluxo, mas a maioria deles conta com aproximações semi-empíricas para relacionar fluxo com tempo e/ou proporção de volume de concentração. Modelos exponenciais oferecem, razoavelmente, boa aproximação com os dados de fluxo experimental e foram aplicados na ultrafiltração de suco de maçã por Constenla & Lozano (1997). A equação abaixo apresenta o modelo, baseado na teoria de renovação de superfície:

$$J = J_F + (J_0 - J_F)e^{(-\lambda t)} \quad (3.6)$$

Onde J_0 e J_F são os fluxos iniciais e finais, respectivamente, λ é uma constante associada ao declínio de fluxo e t é o tempo.

3.1.6. Vantagens e desvantagens da micro/ultrafiltração de sucos de frutas

O processamento de suco utilizando a tecnologia de clarificação convencional normalmente envolve a combinação de centrifugação, tratamento enzimático, tratamento de refino (coagulação e decantação) e filtração [Varnam, 1994].

A Figura 3.2 compara o método tradicional com o processo de UF na produção de suco de maçã clarificado. Utilizando a tecnologia de membranas, as etapas de centrifugação, refino e filtração são substituídas por uma única etapa de micro ou ultrafiltração. Assim, se consegue um aumento no rendimento — de 80 a 94% para 95 a 99% — e ainda é possível

reduzir o tempo de processamento, de 12 a 36 horas para 2 a 4 horas [Cheryan, 1998].

Operações Unitárias Envolvidas na Produção de Suco de Fruta	Processo Convencional	Ultrafiltração por membranas
Remoção de sólidos suspensos	Centrifugação ↓	Não tem ↓
Hidrólise de pectina/amido	Tratamento enzimático ↓	Não crítica ↓
Remoção de colóides e turbidez	Tratamento de refino ↓	Membranas ↓
Remoção de agente clarificante	Filtração com terra diatomácea ↓	
Filtração final	Filtração de polimento ↓	
Suco clarificado	80 - 94%	
Rendimento	12 - 36 horas	95 - 99%
Tempo de processo		2 - 4 horas

Figura 3.2. Clarificação de suco de maçã convencional vs. ultrafiltração [Cheryan, 1998].

A micro/ultrafiltração é particularmente indicada na separação de sólidos suspensos em líquidos e tem substituído o uso de filtros auxiliares, isto é, terra diatomácea e filtros de papel, para clarificação de sucos de frutas e vinhos [Hernandez *et al*, 1992]. A eliminação destes filtros ou a eliminação dos agentes de refino, como gelatina ou bentonite, reduz custos e evita problemas com tratamento de efluentes, segundo Rösch (1985), que comparou o processo convencional de clarificação com a UF de suco de maçã e verificou que a UF traz os seguintes benefícios: (1) menor mudança de coloração durante o armazenamento; (2) limpeza mais simples; (3) reduz os custos totais do trabalho, com menor perda de produto, redução de etapas e assim, menor risco; (4) reduz o processo para aproximadamente 2 horas; (5) reduz o consumo total de enzimas em aproximadamente 1/3 e (6) recupera 75% das enzimas.

Rao *et al.* (1987) estudaram a clarificação de suco de maçã por UF e, comparando-a com MF, concluíram que uma desvantagem da MF seria a alta passagem de taninos, o que pode explicar a eventual turvação durante a estocagem. Polifenol oxidase, responsável pelo escurecimento enzimático, também passa pela membrana e pode ser responsável pela turbidez às vezes observada na armazenagem de suco microfiltrado, especialmente em sucos processados a altas temperaturas. Membranas mais estreitas produzem um suco de maçã de coloração levemente dourada, brilhante.

Por outro lado, segundo Gekas *et al.* (1998), a cor do suco é geralmente prejudicada na clarificação por ultrafiltração, pois há alguma retenção dos componentes de cor. Mediante a microfiltração, no entanto, podem-se obter sucos com cores mais intensas.

Quanto à necessidade de um tratamento enzimático no processo de filtração por membranas, pré-tratamentos com enzimas auxiliam na redução de *fouling* da membrana, além de reduzir a viscosidade do fluido, promovendo um fluxo mais elevado e menor gasto de energia de bombeamento [Cheryan, 1998]. No entanto, comparando o processo convencional de clarificação de sucos com o de filtração por membranas, a vantagem deste seria que a quantidade de enzima utilizada pode ser reduzida, pois é possível reaproveitá-las devido à retenção das enzimas pela membrana.

Para sucos de frutas, os materiais causadores de *fouling* são compostos principalmente por polissacarídeos provenientes da parede celular da fruta como pectina, lignina, celulose e hemiceluloses [Kirk *et al.*, 1983; Yu *et al.*, 1986].

Para melhorar ainda mais o desempenho da filtração por membranas pode ser feito um pré-tratamento com uma combinação de enzimas como, por exemplo, com atividade pectinolítica e celulolítica, preparadas para hidrolisar a maior parte destes polissacarídeos solúveis, como se observou nos estudos de MF de suco de maracujá [Vaillant *et al.*, 1999] e suco de abacaxi [Carneiro *et al.*, 2002 e Barros *et al.*, 2003].

3.2. Indústria de sucos de frutas

Um dramático aumento no consumo de sucos de frutas ocorreu nos anos 70, movido por uma demanda de bebidas que seguia a corrente do estilo de vida saudável, juntamente com avanços na tecnologia que permitiram a produção, com qualidade, de um produto longa vida, mas mantendo a percepção de produto natural [Varnam, 1994].

Desde então, a indústria de sucos de frutas tem apresentado um aumento na produção de sucos de frutas límpidos e de produtos provenientes de suco de fruta natural. Isto ocorreu paralelamente ao desenvolvimento dos processos de produção de sucos clarificados. O processo de ultrafiltração com membranas promoveu uma alternativa eficiente na redução de custos, comparando-se com a tradicional clarificação, com o objetivo de produzir um suco estável, livre de sedimentação e escurecimento enzimático [Blank, 1986].

Uma pessoa bebe em média 700 litros de líquido por ano, e segundo estimativas, desse total, 150 litros são de água e os 550 litros restantes correspondem às bebidas engarrafadas, segmento no qual estão inseridos os sucos de frutas e seus principais concorrentes, como: bebidas lácteas, água mineralizada, chás gelados, bebidas isotônicas, refrigerantes etc. O consumo brasileiro anual de sucos de frutas é da ordem de 12 litros *per capita*, enquanto que na Europa, em média, consomem-se 24 litros. Os americanos consomem um pouco mais que a média européia, chegando a 28 litros [Neves *et al*, citado por Sá, 2002].

Em pesquisa realizada entre julho de 2000 e agosto de 2001, em uma amostragem de 200 pessoas, de diferentes faixas etárias e de renda, quando questionados sobre qual o tipo de bebida não-alcoólica preferida, 39% disseram ser a água, seguida pelo suco de fruta com 31,5% de preferência. Destes, 58,73% alegaram que o principal motivo se deve aos benefícios nutricionais, além de se tratar de uma bebida mais natural. Os outros 38,1% afirmaram que o principal motivo que os leva a consumir o suco é o próprio sabor/paladar mais agradável. Ainda, 3,17% disseram preferir o suco por se tratar de uma bebida mais prática [Sá, 2002].

No que diz respeito às preferências dos consumidores é importante destacar a falta

de divulgação de informações, tendo em vista que algumas frutas tropicais não são conhecidas em grandes segmentos dos mercados mundiais, especialmente nas zonas de clima frio, sendo conhecidas em muitos desses mercados como frutas exóticas. A produção dessas frutas se dá de modo concentrado nas regiões mais pobres do hemisfério sul [MAPA, 2003].

Mesmo assim, as frutas tropicais, dentre as quais se inclui o próprio tamarindo, têm evoluído bastante na preferência do consumidor, principalmente no que se refere às características de sabor e aroma. Existe uma certa mística em relação ao sabor exótico destas frutas, além do apelo por produtos nutritivos, refrescantes, gostosos e saudáveis [Korgo, 1996].

3.3. Tamarindo

De todas as frutas arbóreas dos trópicos, nenhuma é mais amplamente distribuída nem mais apreciada como ornamento do que o tamarindo, *Tamarindus indica* L., da família Leguminosae. Descoberto na Índia pelos persas e árabes, foi chamado de “tamar-hindi”, ou seja, tâmara da Índia, dando origem ao seu nome comum e genérico. A fruta foi conhecida também pelos egípcios da Antiguidade e gregos do século IV D.C. [Morton, 1987].

Os indivíduos que crescem nos trópicos derivam de sementes coletadas ao acaso na África e na Índia, destituídas de melhoramento genético. Ainda assim, desponta como cultura atrativa e de grande futuro comercial [SEAGRI, 2003]. Uma árvore madura pode produzir anualmente 150 a 225 kg de frutas, das quais 30 a 55% constituem polpa, 11 a 30%, cascas e fibras e 33 a 40%, sementes [Morton, 1987].



Figura 3.3. Fruto do tamarindo (*Tamarindus indica* L.)

O fruto é uma vagem que pode ser marrom-canela externamente e, inicialmente, possui casca frágil e polpa altamente ácida, macia e esbranquiçada. Conforme amadurece, a polpa torna-se marrom ou marrom-avermelhado. Então, a casca torna-se delicada, facilmente quebrável e a polpa desidrata naturalmente formando uma pasta pegajosa [Morton, 1987]. O tamarindo é o mais azedo de todos os frutos e contém um ácido incomum, que é o ácido tartárico, cuja origem metabólica ainda é desconhecida [Shankaracharya, 1998]. A Tabela 3.1 fornece a composição alimentar da polpa de tamarindo.

Além de seu agradável sabor, possui algumas virtudes terapêuticas como laxante suave, devido ao seu conteúdo em glicídios e pectina, com a vantagem de não provocar cólicas. É também indicado nas afecções biliares e hepáticas como colagogo (medicamento que faz segregar a bÍlis) por sua facilidade em descongestionar o fÍgado e facilitar o esvaziamento da vesÍcula biliar [Sanrisil, 2003].

A polpa do tamarindo é usada no preparo de doces, bolos, sorvetes, xaropes, bebidas, licores, refrescos, sucos concentrados e, ainda, como tempero para arroz, carne, peixe e outros alimentos [SEAGRI, 2003]. Seu conteúdo energético é bem maior do que o abacate

(160 calorias/100 g de porção comestível) e a banana (89 calorias/100 g de porção comestível), de acordo com as tabelas de composição alimentar do USDA (2003).

Tabela 3.1. Composição alimentar da polpa de tamarindo [USDA, 2003].

Nutrientes	Unidade	Valor por 100 g
Energia	kcal	239
Água	g	31,40
Proteínas	g	2,80
Lípídeos totais (gordura)	g	0,60
Cinzas	g	2,70
Carboidratos, por diferença	g	62,50
Fibra total dietética	g	5,10
Açúcares totais	g	57,40
Minerais	Unidade	Valor por 100 g
Cálcio, Ca	mg	74
Ferro, Fe	mg	2,80
Magnésio, Mg	mg	92
Fósforo, P	mg	113
Potássio, K	mg	628
Sódio, Na	mg	28
Zinco, Zn	mg	0,10
Cobre, Cu	mg	0,086
Selênio, Se	mcg	1
Vitaminas	Unidade	Valor por 100 g
Vitamina C, total de ácido ascórbico	mg	3,5
Tiamina	mg	0,428
Riboflavina	mg	0,152
Niacina	mg	1,938
Ácido pantotênico	mg	0,143
Vitamina B6	mg	0,066
Folato total	mcg	14
Ácido fólico	mcg	0
Vitamina B12	mcg	0

Vitamina A	mcg	2
Vitamina E	mg	0,10
Vitamina K	mcg	2,8

Benero, citado por Shankaracharya (1998), constatou que a polpa de tamarindo não pode ser separada da fruta utilizando unicamente meios mecânicos, sendo a maceração uma etapa imprescindível do processo de extração. A relação 1: 2 de fruta: água produziu um elevado rendimento de sólidos solúveis e totais. As polpas obtidas com esta diluição tiveram aproximadamente 13,2°Brix com um excelente sabor de fruta.

Cáceres (2003) obteve, através de maceração a uma temperatura de 50°C por 20 minutos, com uma relação de 1: 1,5 de fruta: água, uma polpa com 67,75% de rendimento médio e valor de sólidos solúveis de 19,5°Brix, homogênea e com aroma característico da fruta.

Duke, citado por Shankaracharya (1998), analisando a porção comestível do tamarindo antes da colheita, encontrou valores de 62,5 a 69,2% de umidade, 8,4 a 12,4% de ácido tartárico, 21,40 a 30,85% de açúcares totais e pH 3,15. É necessário deixar o fruto amadurecer na árvore para reduzir o conteúdo de umidade. A polpa seca apresenta teores de umidade de 15 a 30%, ácido tartárico 8 a 18% e açúcares redutores 25 a 45%, contendo aproximadamente 600 mg de taninos por 100 g.

Cáceres (2003), analisando a polpa extraída com uma relação de fruta: água de 1: 1,5, obteve 95,6% de umidade, 0,91% de ácido tartárico, pH 2,39 e 540 mg de taninos/100 g.

Existem poucas pesquisas sobre processamento de suco de tamarindo. Em uma das pesquisas, Benero, citado por Shankaracharya (1998), realizou a preparação e acompanhamento de vida-de-prateleira de bebidas de tamarindo e “blends” de tamarindo-soursop (tipo de bebida azeda). Bebidas de tamarindo com 9-12% de concentração de polpa e 21,5°Brix e “blends” de tamarindo-soursop com 10-14% e 15 e 17°Brix foram produzidos. As bebidas foram pasteurizadas a 85~90°C, enlatadas e estocadas a 30°C. As bebidas de tamarindo duraram um ano e os “blends”, 10 meses, e as bebidas de 17°Brix foram as preferidas nos testes de aceitabilidade.

Cáceres (2003) obteve “blends” a partir de polpa de tamarindo com suco de beterraba, utilizando diversas concentrações. O “blend” com a proporção de 35% de polpa de tamarindo, 20% de suco de beterraba e 45% de água apresentou maior aceitabilidade nos testes de análise sensorial. Este “blend” com 20°Brix permaneceu estável a temperatura ambiente por 90 dias.

Considerando que não existe na literatura nenhum estudo de microfiltração ou ultrafiltração utilizando polpa de tamarindo, visando sua clarificação, torna-se então interessante o desenvolvimento de uma pesquisa que aborde aspectos relevantes como: a composição química do produto, os efeitos de tratamento enzimático, variação da pressão e velocidade de escoamento no fluxo de permeado e na retenção.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. Unidade de microfiltração

Os processamentos foram realizados em um sistema piloto de microfiltração composto de um módulo constituído de três membranas tubulares de polipropileno acopladas paralelamente a um suporte de polipropileno (modelo MD 020 TP 2N, Microdyn® NADIR GmbH, Wiesbaden, Alemanha).

Cada membrana tubular possui diâmetro médio de poro de $0,2\ \mu\text{m}$, 750 mm de comprimento, diâmetro interno de 5,6 mm cada, resultando o módulo completo em uma área de permeação de $0,0388\ \text{m}^2$ e área de secção transversal de $0,72\ \text{cm}^2$,

O sistema conta ainda com tanque de alimentação de aço inoxidável, encamisado e com capacidade aproximada de 30 litros; bomba de lóbulo (PCM, Vanves, França); medidor magnético de vazão (1 a $6\ \text{m}^3/\text{h}$ – Conaut, de São Paulo, SP); um termômetro (0 a 100°C – Zürich, São Paulo, SP); dois manômetros, 0 a 10 bars; cronômetro marca Technos; e balança digital com capacidade para 20 kg e precisão de 0,005 kg, Filizola, de São Paulo – SP, conforme esquematizado na Figura 4.1 e ilustrado na Figura 4.2.

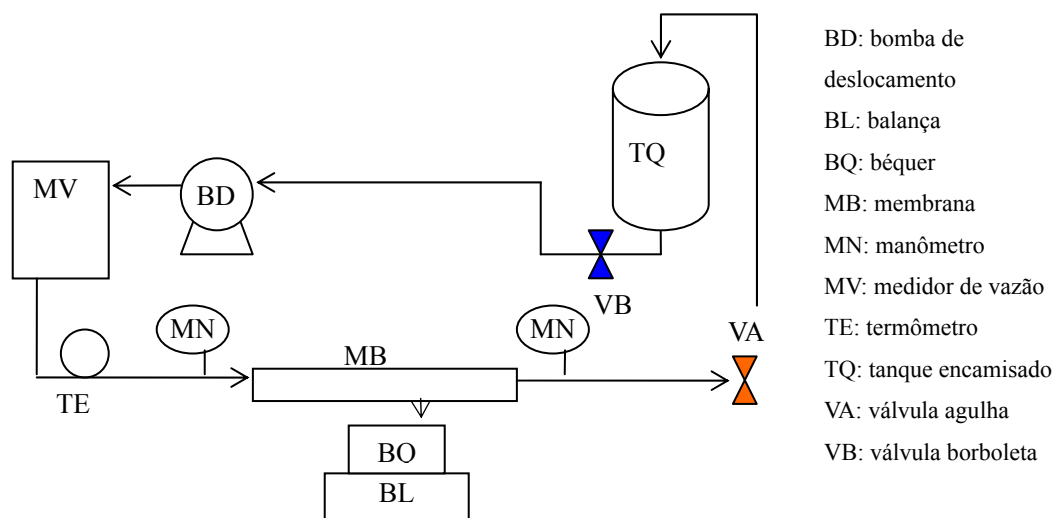


Figura 4.1. Desenho esquemático do sistema piloto de microfiltração.



Figura 4.2. Foto ilustrativa do sistema piloto de microfiltração.

Na fotografia da unidade preparada para realização do experimento podemos visualizar o esquema para coleta do permeado, onde um béquer foi colocado sobre a balança eletrônica para obtenção dos valores da massa de permeado (m_{pe}) em função do tempo.

4.2. Demais equipamentos

Para a realização das análises químicas foram utilizados os seguintes equipamentos: agitador de tubos (Phoenix, modelo AP56), balança semi-analítica (Bosch, modelo SAE200), banho-maria (Nova Técnica, modelo NT281), bloco digestor de proteínas micro-Kjeldahl (Marconi, modelo MA4003), destilador de nitrogênio (Tecnal, modelo TE-036/1), espectrofotômetro (Micronal, modelo B442), estufa de secagem (Marconi, modelo MA030/12), mufla (Quimis, modelo 318.D21), pHmetro (Mettler Toledo, modelo 320), refratômetro (Warszawa, modelo RL3), utensílios e vidrarias de laboratório em geral.

4.3. Matéria-prima

4.3.1. Polpa

Na realização deste projeto foram utilizados: polpa de tamarindo pasteurizada e congelada da empresa De Marchi, de Jundiaí, São Paulo, provenientes de 3 lotes diferentes.

4.3.2. Enzima

A enzima pectinolítica comercial (Pectinex Ultra SP-L) utilizada nos experimentos com pré-tratamento enzimático foi fornecida pela empresa Novozymes (Bagsvaerd, Dinamarca). Esta enzima possui atividade poligalacturonase, indicada para despectinização de frutas tropicais.

4.3.3. Diluição

Todos os experimentos iniciaram com 12 kg de suco preparado a partir de polpa descongelada e diluída em água filtrada na proporção de 1: 3 (3 kg de polpa e 9 kg de água). Em seguida realizou-se o aquecimento até a temperatura do processo, 35°C, para então coletar amostra da alimentação para posterior análise físico-química.

4.4. Pré-tratamento enzimático

O tratamento enzimático foi realizado em um béquer contendo 3 kg de polpa previamente descongelada e aquecida em banho-maria até 35°C, a temperatura utilizada em todo o experimento de microfiltração. Adicionou-se 300 µl (concentração de 100 ppm, ou seja, 100 µl por kg de polpa) de enzima pectinolítica comercial e o produto permaneceu sob leve agitação manual, a temperatura constante no banho-maria, por uma hora.

Após o tratamento, a polpa foi diluída conforme descrição no item 4.3.3.

4.5. Procedimento experimental

O trabalho foi desenvolvido na Planta Piloto de Tecnologia de Leite e Derivados do Departamento de Tecnologia de Alimentos (DTA), na Faculdade de Engenharia de Alimentos (FEA) da Universidade Estadual de Campinas.

Para dar início a cada experimento, circulou-se água filtrada a temperatura ambiente, aquecendo-se gradativamente até a temperatura de operação do experimento (35°C) para não ocorrer choque térmico na membrana.

Antes do início de cada experimento com suco de tamarindo, mediram-se os valores de fluxos de água com a membrana limpa (J_w), sob pressão transmembrana (P_{TM}) e velocidade tangencial (v) em condições definidas como padrão – 1,1 bars e 4 m/s – e em seguida, após reajuste, nas condições do experimento. Estes resultados foram utilizados para calcular a resistência da membrana, de acordo com 4.7.2.

Com a matéria-prima previamente preparada (12 litros de suco homogeneizado e aquecido a 35°C, após tratamento enzimático se fosse o caso), a água do tanque foi drenada e em seguida, o suco de tamarindo foi despejado no tanque de alimentação. Porém, mesmo drenando a água do sistema, ainda sobrava água aquecida na tubulação, cerca de 1,5 litros segundo cálculos realizados anteriormente aos experimentos de microfiltração.

No início do experimento, esta água residual se misturava ao suco. Devido este problema, ao dar início a cada experimento, descartaram-se os primeiros 3 litros, dos quais, 1,5 litros seriam de água e 1,5 litros seriam de suco propriamente dito. Assim sendo, no início do experimento, o sistema contava com $(12 - 1,5) = 10,5$ litros de suco.

Imediatamente após o acionamento da bomba, ajustou-se a pressão transmembrana e a velocidade tangencial. Iniciou-se a coleta de permeado quando a primeira gota caiu no béquer colocado sobre a balança, acionando o cronômetro neste instante. Durante todo o experimento foram controlados os valores da pressão transmembrana, da velocidade tangencial e da temperatura do sistema para os valores previamente definidos.

A massa do permeado coletada foi registrada a cada 1 minuto, nos primeiros 10 minutos de operação, e depois a cada 5 minutos, até atingir um fator de concentração (F_c) igual a 2. O conceito de fator de concentração (F_c) é definido por:

$$F_C = \frac{m_{AL}}{m_{RE}} \quad (4.1)$$

Onde m_{AL} é a massa inicial na alimentação, e m_{RE} é a massa final do retentado (Mondor *et al.*, 2000).

O cálculo do fluxo mássico é definido com sendo a massa de permeado por área de permeação e tempo, como descrito na equação abaixo (4.2). Os dados para a construção da curva de fluxo de permeado foram obtidos a partir da massa coletada de permeado em função do tempo.

$$J = \frac{m_{pe}}{A_p \cdot t} \quad (4.2)$$

Onde m_{pe} é a massa de permeado, A_p é a área de permeação da membrana e t , o tempo.

Após o término do experimento drenou-se todo o retentado. Foram coletadas amostras de retentado e permeado ao final do processo.

Realizou-se um enxágue com água filtrada e realizou-se nova medição de fluxo de água (J_{wf}) para posteriormente calcular a resistência devido ao *fouling* da membrana, de acordo com 4.7.2.

Após cada experimento foi feita a limpeza das membranas (item 4.8).

4.5.1. Condições operacionais dos experimentos

Foram realizados 11 experimentos de microfiltração de suco de tamarindo, variando-se as condições operacionais e realização de tratamento enzimático ou não. Os valores da pressão transmembrana utilizados nos experimentos foram de 0,5 ou 1,1 bar, enquanto que a velocidade tangencial foi 4,0 ou 6,0 m/s. Estes intervalos foram definidos de acordo com os limites impostos pela unidade de microfiltração. Durante cada experimento as condições operacionais foram mantidas fixas ajustando-se a válvula de saída e o rpm (rotações por minuto) da bomba.

Na Tabela 4.1 estão listadas as condições operacionais, a realização de pré-tratamento enzimático (concentração de 100 ppm) ou não (0 ppm), e o lote da matéria-prima utilizada (A, B ou C) em cada experimento.

Tabela 4.1. Condições operacionais utilizadas em cada experimento, quais experimentos foram repetidos, e o lote da matéria-prima utilizado.

	Condições operacionais/ Tratamento			Experimentos repetidos	Matéria-prima		
	v (m/s)	P_{TM} (bar)	Enzima (ppm)		Lote A	Lote B	Lote C
E.1	4	0,5	0	x	E.1		
E.2	4	0,5	0	x	E.2		
E.3	6	1,1	0			E.3	
E.4	4	1,1	0			E.4	
E.5	4	1,1	100			E.5	
E.6	6	0,5	100	y			E.6
E.7	6	0,5	0			E.7	
E.8	6	1,1	100			E.8	
E.9	4	0,5	100			E.9	
E.10	6	0,5	100	y		E.10	
E.11	4	0,5	0	x		E.11	

Alguns dos experimentos repetem as condições operacionais e utilizam o mesmo lote de matéria-prima, outros repetem as condições operacionais, mas variam o lote utilizado. Estes experimentos tiveram a finalidade de verificar a influência composição da matéria-prima na curva de fluxo de permeado.

Três experimentos (E.1, E.2 e E.11) foram realizados sob as mesmas condições operacionais, mas com dois diferentes lotes de matéria-prima (A e B). Outros dois experimentos (E.6 e E.10) foram realizados sob as mesmas condições operacionais, mas com dois lotes diferentes, C e B.

4.6. Análises físico-químicas

As análises foram realizadas no Laboratório de Medidas Físicas do Departamento de Engenharia de Alimentos (LAMEFI/DEA), na Faculdade de Engenharia de Alimentos (FEA) da Universidade Estadual de Campinas, e foram utilizados os seguintes métodos:

- pH: leitura direta a 25°C em potenciômetro calibrado com soluções tampão 7,0 e 4,0, segundo método 13.010 da A.O.A.C. (1984);
- Acidez total titulável: titulação utilizando hidróxido de sódio 0,1 N e indicador de viragem feloftaleína, segundo método nº 942.15 da A.O.A.C. (1997), expressa em % de ácido tartárico;
- Sólidos solúveis (°Brix): leitura direta em refratômetro, em temperatura ambiente, segundo método nº 932.12 da A.O.A.C. (1997);
- Sólidos totais (%): secagem em estufa a 70°C, até massa constante, segundo método nº 920.151 da A.O.A.C. (1997);
- Açúcares redutores e totais (%): segundo método Eynon-Lane (A.O.A.C., 1984);
- Cinzas (%): incineração em mufla a 525°C, segundo método nº 940.26, da A.O.A.C. (1997);
- Lipídeos totais (%): determinado por extração com mistura de solventes a frio pelo método Bligh & Dyer (1959);
- Pectina: determinada através da quantidade de ácido galacturônico, segundo método Ahmed e Labavitch (1977), expressa em mg de pectato/100 g;
- Proteína (%): determinada através da quantidade de nitrogênio, segundo método nº 955.04 da A.O.A.C. (1997);
- Taninos: medido por espectrofotometria, segundo método Folin-Denis nº 9098 da A.O.A.C. (1980), expresso em mg de taninos/100 g;
- Teor de polpa (%): centrifugação a 1000×g por 30 minutos.

Os dados obtidos das análises foram tratados estatisticamente para verificar se houve diferença significativa entre as amostras de alimentação, permeado e retentado, utilizando o teste de Tukey ($p \leq 0,05$).

Para o cálculo das resistências foram utilizadas as seguintes análises:

- Massa específica do permeado: calculada pela relação entre massa e volume a 35°C, obtidos através de picnômetros calibrados com água destilada.
- Massa específica da água: valor a 35°C, obtido através de tabela [Perry e Chilton,

1986].

- Viscosidade do permeado e da água de enxágue dos experimentos: leitura em viscosímetro Brookfield, modelo LVF (Middleboro, USA), spindle nº 18, rotações de 6, 12, 30 e 60 rpm.

4.7. Tratamento dos dados e modelagem

4.7.1. Cálculo do coeficiente de retenção

Este coeficiente avalia o grau de retenção de um dado componente do suco pela membrana, sendo definido como:

$$R = \left(1 - \frac{C_{PE}}{C_{RE}}\right) \times 100 \quad (4.3)$$

Onde C_{PE} é a concentração de componente no permeado e C_{RE} , a concentração de componente no retentado.

4.7.2. Modelo de resistências em série

A partir da equação (3.5) do item 3.1.4, foi realizado o cálculo da resistência total R_T , utilizando o valor de fluxo de permeado no Fc 2, ou seja, o fluxo final (J_F), o valor da viscosidade do permeado (μ_P) e a pressão transmembrana (P_{TM}) utilizada em cada experimento, chegando-se a equação (4.4).

$$J_F = \frac{P_{TM}}{\mu_P(R_T)} \Rightarrow R_T = \frac{P_{TM}}{\mu_P(J_F)} \quad (4.4)$$

A resistência da membrana (R_M) foi calculada utilizando o valor de viscosidade da água (μ_W) e do valor de fluxo medido com água no início do experimento, com a membrana limpa (J_W), conforme a equação descrita em (4.5).

$$J_W = \frac{P_{TM}}{\mu_W(R_M)} \Rightarrow R_M = \frac{P_{TM}}{\mu_W(J_W)} \quad (4.5)$$

Conforme se vê na equação (4.6) abaixo, a resistência ao *fouling* (R_F , resistência devido ao *fouling*) é calculada com o valor do fluxo J_{wf} , que é obtido medindo a passagem de água filtrada através da membrana suja, ou seja, após o processamento e, ainda, após enxágue para retirada da camada gel polarizada.

O valor da resistência devido à camada gel polarizada (R_P) foi obtido pela diferença entre a resistência total e as resistências da membrana mais a do fouling, como se vê em (4.7).

$$J_{wf} = \frac{P_{TM}}{\mu_w(R_M + R_F)} \Rightarrow R_F = \frac{P_{TM}}{\mu_w(J_{wf})} - R_M \quad (4.6)$$

$$R_T = R_M + R_F + R_P \Rightarrow R_P = R_T - R_M - R_F \quad (4.7)$$

4.7.3. Ajuste ao modelo matemático

Foi realizado um ajuste da curva de fluxo a um modelo matemático, de acordo com a equação (3.6) do item 3.1.5.

Utilizando os pontos experimentais $J(t)$, J_0 e J_F e o *software* Statistica 5.5 calcularam-se os valores do parâmetro λ para cada um dos experimentos e os valores do coeficiente de determinação R^2 .

4.8. Limpeza

Ao final de cada experimento foi realizada a limpeza da membrana, seguindo especificações do fabricante, para evitar que houvesse aderência de componentes do suco à superfície filtrante e permitir a recuperação da capacidade de permeação original, com o objetivo de aumentar a vida útil da membrana.

Antes de iniciar o primeiro experimento de microfiltração, utilizando-se a membrana nova e completamente limpa, coletou-se o valor de fluxo de permeado utilizando-se água filtrada, com um valor fixo de pressão transmembrana de 1,1 bar e velocidade de escoamento de 4 m/s, denominado fluxo padrão. Este valor foi utilizado

como referência para verificar a condição da membrana após o uso e a limpeza.

A limpeza foi constituída de uma etapa usando solução enzimática (100 ppm de Pectinex Ultra, Novozymes) a 35°C, seguida por uma etapa alcalina a 58°C, com concentrações que variaram de 2 a 3%. Em alguns experimentos testou-se o uso de solução de ácido, cítrico (a 3%) ou sulfúrico (a 2%), a 35 °C.

Cada uma das etapas teve duração de 30-80 minutos, e entre cada uma delas o sistema foi enxaguado com água filtrada a 35°C até neutralização do pH. Após a limpeza era verificada a sua eficiência através de medição do fluxo na condição padrão, e se necessário, um novo ciclo de limpeza era realizado.

Antes de cada experimento, realizava-se novamente a medição do fluxo com água filtrada a 35°C, na condição padrão: velocidade tangencial de 4,0 m/s e pressão transmembrana de 1,1 bar.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Composição química da polpa

Na Tabela 5.1 estão apresentadas as características físico-químicas da polpa de tamarindo apresentadas por dois autores [Cáceres (2003) e Duke (1981), citado por Shankaracharya (1998)] e comparando-as com os resultados obtidos. Para tais análises foram usadas como matéria-prima polpa congelada da marca De Marchi (lote 02217, fabricado em 25/02/2005).

Cáceres (2003), que obteve a polpa através de maceração a temperatura de 50°C, por 20 minutos, com uma relação de fruta: água de 1: 1,5, apresentou resultados de 95,6% de umidade, 0,91% de ácido tartárico, pH 2,39 e 540 mg de taninos/100 g.

Duke (1981), citado por Shankaracharya (1998), analisando a porção comestível do tamarindo antes da colheita, encontrou valores de 62,5 a 69,2% de umidade, 8,4 a 12,4% de ácido tartárico, 21,40 a 30,85% de açúcares totais e pH 3,15. Em mesmo artigo, Shankaracharya (1998) apresentou compilação de resultados de Wealth of Índia (1966), Duke (1981), Meillon (1974) e Ishola *et al.* (1990) em tabela de composição de polpa seca. Entre outros valores, verificou-se a quantidade de 600 mg de taninos por 100 g, com umidade variando de 15 a 30%, ácido tartárico de 8 a 18% e açúcares redutores de 25 a 45%.

Pode-se verificar que alguns dos resultados obtidos para a polpa utilizada nestes experimentos, tais como cinzas ($0,49 \pm 0,02\%$) e pH ($2,37 \pm 0,03$) estão próximos aos valores reportados por Cáceres (2003), que foram de 0,48% e 2,39, respectivamente.

Entretanto, outros valores obtidos, tais como o teor de proteína ($0,86 \pm 0,09\%$) e acidez total ($2,56 \pm 0,01\%$) não se encontram no intervalo de valores reportados por Duke (1981), que foram de 1,40 - 3,30% e 8,40 - 12,40% respectivamente, nem se encontram próximos aos valores obtidos por Cáceres (2003), que foram de 3,04% e 0,91% respectivamente.

Em relação aos teores de umidade, também foi notada uma diferença com o valor reportado por Cáceres (2003), sendo esta diferença de cerca de 8,5%. Estas diferenças podem ser explicadas pela dependência do estágio de maturação da fruta e do processo de

extração da polpa (relação fruta: água, tempo de maceração e temperatura do processo). A porcentagem de umidade obtida na polpa utilizada nos experimentos está em um valor intermediário entre a umidade obtida por Cáceres (2003) e por Duke (1981), citado por Shankaracharya (1998).

Tabela 5.1. Características físico-químicas da polpa de tamarindo por dois autores e da polpa utilizada nos experimentos.

Parâmetro	Cáceres (2003)	Shankaracharya (1998)	Polpa Analisada
pH	2,39	3,15	$2,37 \pm 0,03$
Acidez total (% ác. tartárico)	0,91	8,40 – 12,40	$2,6 \pm 0,5$
Sólidos solúveis (°Brix)	19,5	–	$10,46 \pm 0,06$
Umidade (%)	95,6	62,50 – 69,20	$87,1 \pm 0,2$
Cinzas (%)	0,48	1,20 – 1,72	$0,49 \pm 0,02$
Lipídeos (%)	2,13	0,27 – 0,81	$0,17 \pm 0,04$
Proteína (%)	3,04	1,40 – 3,30	$0,86 \pm 0,09$
Açúcares totais (%)	–	21,40 – 30,85	$4,87 \pm 0,06$
Celulose (%)	–	1,80 – 3,20	–
Pentose (%)	–	4,20 – 4,80	–
Taninos (mg/100g)	540,29	–	$215,12 \pm 26,87$
Teor de polpa (%)	–	–	$57,8 \pm 0,8$
Pectina (mg/100g)	–	–	$3,4 \pm 0,4$

5.2. Composição química da alimentação, do retentado e permeado

Os produtos obtidos (retentado e permeado), assim como a alimentação estão apresentados na imagem abaixo (Figura 5.1).



Figura 5.1. Imagem do produto inicial (alimentação) e dos produtos finais (permeado e retentado) dos experimentos de microfiltração.

Observa-se retentado opaco, de cor mais intensa que a alimentação e um permeado límpido e de cor amarelo ouro.

Na Tabela 5.2 estão apresentados os valores de pH, acidez total titulável (% de ácido tartárico) e sólidos solúveis (°Brix) das amostras retiradas da alimentação, do retentado e do permeado para cada um dos 11 experimentos.

Os resultados da Tabela 5.2 mostram que os sólidos solúveis e a acidez total (% ácido tartárico) permearam através da membrana durante a microfiltração, porém observa-se um discreto aumento da concentração desses componentes no retentado, em comparação com a alimentação. A única exceção foi observada nos resultados de sólidos solúveis do E.11.

As amostras de alimentação, retentado e permeado em geral não diferiram de modo significativo ($p \leq 0,05$) quanto ao pH. O pH da alimentação ficou entre 2,64 a 2,85, no retentado variou de 2,62 a 2,83, e no permeado, de 2,64 a 2,87.

Tabela 5.2. Valores de pH, sólidos solúveis (°Brix) e acidez total titulável (% de ácido tartárico) das amostras de suco de tamarindo retiradas da alimentação (AL), do retentado (RE) e do permeado (PE) dos 11 experimentos. Letras iguais indicam que as amostras de AL, RE e PE não diferem estatisticamente ($p \leq 0,05$) entre si.

	pH			Sólidos solúveis (°Brix)			Acidez total (% ácido tartárico)		
	AL	RE	PE	AL	RE	PE	AL	RE	PE
E.1	2,77 ± 0,04 _a	2,78 ± 0,02 _a	2,78 ± 0,04 _a	2,82 ± 0,03 _a	2,92 ± 0,06 _a	2,63 ± 0,03 _b	0,69 ± 0,00 _a	0,72 ± 0,01 _a	0,65 ± 0,00 _b
E.2	2,74 ± 0,00 _a	2,71 ± 0,00 _b	2,71 ± 0,00 _b	2,77 ± 0,03 _a	2,85 ± 0,05 _a	2,53 ± 0,03 _b	0,66 ± 0,00 _a	0,68 ± 0,00 _b	0,61 ± 0,00 _c
E.3	2,64 ± 0,02 _a	2,62 ± 0,03 _a	2,64 ± 0,00 _a	2,79 ± 0,03 _a	2,84 ± 0,02 _a	2,57 ± 0,00 _b	0,62 ± 0,01 _a	0,65 ± 0,01 _a	0,58 ± 0,01 _b
E.4	2,85 ± 0,01 _a	2,83 ± 0,01 _a	2,87 ± 0,01 _b	2,78 ± 0,04 _a	2,81 ± 0,05 _a	2,51 ± 0,02 _b	0,61 ± 0,00 _a	0,62 ± 0,01 _b	0,55 ± 0,00 _c
E.5	2,77 ± 0,01 _a	2,74 ± 0,01 _b	2,76 ± 0,01 _a	2,85 ± 0,03 _a	3,04 ± 0,06 _b	2,57 ± 0,00 _c	0,62 ± 0,00 _a	0,64 ± 0,00 _b	0,57 ± 0,00 _c
E.6	2,80 ± 0,01 _a	2,80 ± 0,01 _a	2,79 ± 0,01 _a	3,23 ± 0,00 _a	3,58 ± 0,00 _b	3,13 ± 0,00 _c	0,67 ± 0,00 _a	0,68 ± 0,00 _b	0,64 ± 0,00 _c
E.7	2,73 ± 0,00 _a	2,73 ± 0,01 _a	2,77 ± 0,01 _b	2,90 ± 0,00 _a	2,92 ± 0,06 _a	2,68 ± 0,03 _b	0,58 ± 0,00 _a	0,61 ± 0,00 _b	0,54 ± 0,00 _c
E.8	2,70 ± 0,01 _a	2,69 ± 0,01 _a	2,69 ± 0,01 _a	2,89 ± 0,03 _a	3,12 ± 0,06 _b	2,54 ± 0,05 _c	0,65 ± 0,00 _a	0,70 ± 0,01 _b	0,61 ± 0,00 _c
E.9	2,72 ± 0,01 _a	2,71 ± 0,01 _a	2,72 ± 0,01 _a	2,94 ± 0,02 _a	2,94 ± 0,03 _a	2,49 ± 0,05 _b	0,66 ± 0,00 _a	0,68 ± 0,00 _b	0,62 ± 0,00 _c
E.10	2,77 ± 0,00 _a	2,78 ± 0,01 _a	2,77 ± 0,01 _a	3,08 ± 0,00 _a	3,18 ± 0,00 _b	2,93 ± 0,00 _c	0,66 ± 0,00 _a	0,67 ± 0,01 _a	0,59 ± 0,02 _b
E.11	2,76 ± 0,00 _a	2,75 ± 0,01 _a	2,76 ± 0,01 _a	2,98 ± 0,03 _a	2,92 ± 0,03 _b	2,75 ± 0,00 _c	0,60 ± 0,00 _a	0,62 ± 0,00 _b	0,53 ± 0,00 _c

A alimentação apresentou 0,58 a 0,69% de acidez total (% de ácido tartárico), enquanto que no retentado o valor foi um pouco mais elevado (0,61 a 0,72%). A polpa sem diluição apresentou acidez de 2,6%, conforme descrito na Tabela 5.1. Considerando que esta foi diluída na proporção 1: 3 (1 de polpa para três de água) para obtenção do suco, temos o equivalente a 0,65% de ácido tartárico no suco diluído, valor que se encontra na faixa de acidez obtida com os onze experimentos. A acidez das amostras de alimentação, permeado e retentado, em geral, diferiram significativamente ($p \leq 0,05$) entre si.

Quanto a concentração de sólidos solúveis (°Brix), as amostras de alimentação, retentado e permeado diferiram significativamente ($p \leq 0,05$) entre si, em geral. Os sólidos solúveis apresentaram valores mais elevados no retentado (2,81 a 3,58°Brix). Foi constatada redução de 5 a 15% do teor de sólidos solúveis no permeado (2,49 a 3,13°Brix) em relação à alimentação (2,77 a 3,23°Brix).

São reportados valores de redução do teor de sólidos solúveis de suco de laranja (no suco clarificado em relação ao suco integral) de 9% a 20% em processos de ultrafiltração e de microfiltração (Hernandez *et al*, 1992).

Apenas o experimento E.11 apresentou retentado com valor de sólido solúvel menor do que na alimentação. É possível que, na coleta da amostra da alimentação, não ocorreu uma homogeneização perfeita, pois o produto, por apresentar muitos sólidos em suspensão, rapidamente se separava em duas fases.

As demais análises citadas no item 4.6 foram realizadas nas amostras de alimentação, retentado e permeado dos experimentos E.1, E.2, E.6, E.7, E.10 e E.11. Estes foram separados em três grupos, de modo que facilitasse a compreensão de um estudo comparativo entre eles.

- Experimentos E.1, E.2 e E.11 – condições operacionais idênticas (v de 4 m/s; P_{TM} de 0,5 bar e temperatura de 35°C), todos sem tratamento enzimático, porém utilizando dois lotes diferentes (E.1 e E.2, lote A, e E.11, lote B). Os resultados estão descritos na Tabela 5.3.
- Experimentos E.7 e E.10 – mesmas condições operacionais (velocidade de 6 m/s, pressão transmembrana de 0,5 bar e temperatura de 35°C), mesma matéria-prima (lote B), mas com tratamento enzimático (E.10) ou não (E.7). Os resultados estão descritos na Tabela 5.4.
- Experimentos E.6 e E.10 – mesmas condições de operação (velocidade de 6 m/s, pressão transmembrana de 0,5 bar e temperatura de 35°C), ambos com uso de enzima, porém a partir de dois lotes diferentes, lote C em E.6 e lote B, em E.10. Tabela 5.5.

5.2.1. Avaliação da composição química da alimentação, do permeado e retentado dos experimentos E.1, E.2 e E.11.

Neste grupo de experimentos, apesar dos experimentos E.1 e E.2 serem do lote A e o experimento E.11 ser proveniente do lote B, os resultados foram muito próximos entre si.

Pela Tabela 5.3 observa-se que houve diferença significativa ($p \leq 0,05$) entre as

amostras de alimentação, retentado e permeado nos valores de sólidos solúveis, acidez, umidade, proteínas e teor de polpa, enquanto que nos valores de pH e teor de cinzas não houve diferença significativa entre as amostras.

Os teores de umidade diminuíram no retentado, pois houve concentração de sólidos totais. Além disso, houve aumento na concentração de sólidos solúveis (exceto no experimento E.11), acidez, cinzas, proteínas, teor de polpa e taninos no retentado. Segundo Matta (1999), a remoção de toda a polpa do suco e a retenção das macromoléculas pela membrana são as responsáveis por tal resultado.

Quanto aos açúcares totais, não houve diferença significativa ($p \leq 0,05$), exceto para E.2. Os açúcares redutores, entretanto, diferiram significativamente.

Analisando os resultados de teor de polpa vemos que existe diferença entre o resultado obtido e o esperado. É possível que a análise, feita através da centrifugação, não esteja fornecendo resultados exatos, pois tanto na determinação do teor de polpa da alimentação quanto do retentado, não foi possível separar, com precisão, o sobrenadante da polpa. Esta análise dá somente uma estimativa da concentração de sólidos insolúveis, pois seu valor depende também da capacidade da polpa em reter água.

No permeado não foi detectado nenhum sólido em suspensão após a centrifugação, indicando remoção total da polpa. Isto se confirma também pela avaliação visual do permeado (Figura 5.1). Mas, devido ao fato do F_c ser igual a 2, se o teor de polpa do permeado é igual a zero, o teor de polpa do retentado teria de ser o dobro do teor de polpa da alimentação. Pode-se concluir que a dificuldade na determinação exata do teor de polpa justifica a diferença no balanço de massa. Como pode ser visto estes teores apresentam diferenças de até quase 100%.

Tabela 5.3. Resultados das análises físico-químicas das amostras de suco de tamarindo dos experimentos E.1, E.2 e E.11. Letras iguais indicam que as amostras AL, RE e PE não diferem estatisticamente ($p \leq 0,05$) entre si.

		Alimentação			Retentado			Permeado		
		E.1	E.2	E.11	E.1	E.2	E.11	E.1	E.2	E.11
pH	Média ± DP	2,77 ± 0,04 ^a	2,74 ± 0,00 ^a	2,76 ± 0,00 ^a	2,78 ± 0,02 ^a	2,71 ± 0,00 ^b	2,75 ± 0,01 ^a	2,78 ± 0,04 ^a	2,71 ± 0,00 ^b	2,76 ± 0,01 ^a
Sólidos solúveis (°Brix)	Média ± DP	2,82 ± 0,03 ^a	2,77 ± 0,03 ^a	2,98 ± 0,03 ^a	2,92 ± 0,06 ^a	2,85 ± 0,05 ^a	2,92 ± 0,03 ^b	2,63 ± 0,03 ^b	2,53 ± 0,03 ^b	2,75 ± 0,00 ^c
Acidez (% ácido tartárico)	Média ± DP	0,69 ± 0,00 ^a	0,66 ± 0,00 ^a	0,60 ± 0,00 ^a	0,72 ± 0,01 ^a	0,68 ± 0,00 ^b	0,62 ± 0,00 ^b	0,65 ± 0,00 ^b	0,61 ± 0,00 ^c	0,53 ± 0,00 ^c
Umidade (%)	Média ± DP	97,00 ± 0,81 ^{ab}	96,52 ± 0,01 ^a	96,27 ± 0,03 ^a	95,90 ± 0,01 ^a	95,96 ± 0,00 ^b	95,92 ± 0,13 ^b	97,43 ± 0,03 ^b	97,25 ± 0,03 ^c	97,46 ± 0,11 ^c
Cinzas (%)	Média ± DP	0,087 ± 0,003 _a	0,105 ± 0,001 _a	0,159 ± 0,003 _a	0,102 ± 0,014 _a	0,098 ± 0,004 _a	0,174 ± 0,005 _a	0,103 ± 0,018 _a	0,100 ± 0,001 _a	0,134 ± 0,008 _b
Açúcares redutores (%)	Média ± DP	1,21 ± 0,01 ^a	1,14 ± 0,01 ^a	1,19 ± 0,01 ^a	1,17 ± 0,01 ^b	1,11 ± 0,01 ^b	1,15 ± 0,01 ^b	1,16 ± 0,02 ^b	1,21 ± 0,01 ^c	1,15 ± 0,01 ^b
Açúcares totais (%)	Média ± DP	1,28 ± 0,01 ^a	1,17 ± 0,01 ^a	1,15 ± 0,03 ^a	1,27 ± 0,02 ^a	1,13 ± 0,01 ^b	1,16 ± 0,03 ^a	1,25 ± 0,02 ^a	1,06 ± 0,01 ^c	1,15 ± 0,01 ^a
Proteínas (%)	Média ± DP	0,20 ± 0,01 ^a	0,22 ± 0,02 ^a	0,30 ± 0,02 ^a	0,31 ± 0,01 ^b	0,30 ± 0,01 ^b	0,38 ± 0,02 ^b	0,11 ± 0,00 ^c	0,12 ± 0,01 ^c	0,24 ± 0,00 ^a
Teor de polpa (%)	Média ± DP	15,59 ± 0,24 ^a	20,55 ± 0,13 ^a	12,63 ± 0,17 ^a	22,42 ± 0,56 ^b	20,21 ± 0,60 ^a	21,82 ± 2,71 ^b	0 ^c *	0 ^b *	0 ^c *
Taninos (mg tanino/100g)	Média ± DP	43,68 ± 6,33 ^a	49,57 ± 0,08 ^a	58,73 ± 1,75 _{ab}	57,33 ± 7,08 ^a	65,85 ± 0,01 ^b	62,13 ± 1,46 ^a	37,94 ± 3,04 ^a	43,35 ± 0,37 ^c	54,89 ± 0,98 ^b

* não detectado pelo método.

5.2.2. Avaliação da composição química da alimentação, do permeado e retentado dos experimentos E.7 e E.10.

O segundo grupo de experimentos foi realizado a velocidade de 6 m/s, pressão transmembrana de 0,5 bar e temperatura de 35°C, mesma matéria-prima (lote B), mas com tratamento enzimático (E.10) ou não (E.7).

Na Tabela 5.4 seguem os resultados das análises físico-químicas. Mais uma vez, percebe-se que houve diferença significativa ($p \leq 0,05$) entre as amostras de alimentação, retentado e permeado nos resultados de: sólidos solúveis, acidez, umidade e teor de polpa, enquanto que para os resultados de pH e cinzas não houve diferença significativa entre as amostras. Além disso, os resultados de taninos também apresentaram diferença significativa entre as amostras.

Tabela 5.4. Resultados das análises físico-químicas de amostras de suco de tamarindo dos experimentos E.10 e E.7. Letras iguais indicam que as amostras AL, RE e PE não diferem estatisticamente ($p \leq 0,05$) entre si.

		Alimentação		Retentado		Permeado	
		E.10	E.7	E.10	E.7	E.10	E.7
pH	Média ± DP	2,77 ± 0,00 ^a	2,73 ± 0,00 ^a	2,78 ± 0,01 ^a	2,73 ± 0,01 ^a	2,77 ± 0,01 ^a	2,77 ± 0,01 ^b
Sólidos solúveis (°Brix)	Média ± DP	3,08 ± 0,00 ^a	2,90 ± 0,00 ^a	3,18 ± 0,00 ^b	2,92 ± 0,06 ^a	2,93 ± 0,00 ^c	2,68 ± 0,03 ^b
Acidez (% ácido tartárico)	Média ± DP	0,66 ± 0,00 ^a	0,58 ± 0,00 ^a	0,67 ± 0,01 ^a	0,61 ± 0,00 ^b	0,59 ± 0,00 ^b	0,54 ± 0,00 ^c
Umidade (%)	Média ± DP	96,50 ± 0,02 ^a	96,78 ± 0,03 ^a	95,80 ± 0,03 ^b	96,18 ± 0,05 ^b	97,47 ± 0,02 ^c	97,55 ± 0,02 ^c
Cinzas (%)	Média ± DP	0,126 ± 0,007 ^a	0,109 ± 0,009 ^a	0,127 ± 0,005 ^a	0,123 ± 0,001 ^a	0,104 ± 0,001 ^b	0,117 ± 0,000 ^a
Açúcares redutores (%)	Média ± DP	1,25 ± 0,01 ^a	1,16 ± 0,02 ^a	1,24 ± 0,01 ^a	1,32 ± 0,02 ^b	1,17 ± 0,01 ^b	1,14 ± 0,01 ^a
Açúcares totais (%)	Média ± DP	1,23 ± 0,01 ^a	1,03 ± 0,03 ^a	1,21 ± 0,01 ^a	1,16 ± 0,02 ^b	1,22 ± 0,01 ^a	1,07 ± 0,02 ^a
Proteínas (%)	Média ± DP	0,20 ± 0,01 ^a	0,39 ± 0,01 ^a	0,27 ± 0,02 ^b	0,41 ± 0,08 ^a	0,13 ± 0,03 ^c	0,27 ± 0,02 ^a
Teor de polpa (%)	Média ± DP	12,41 ± 0,33 ^a	18,14 ± 0,68 ^a	19,34 ± 0,66 ^b	20,85 ± 0,64 ^b	0 ^c *	0 ^c *
Taninos (mg tanino/100g)	Média ± DP	53,15 ± 1,46 ^a	60,04 ± 2,27 ^a	75,15 ± 2,63 ^b	62,09 ± 1,57 ^a	47,49 ± 0,92 ^c	54,95 ± 0,09 ^b

* não detectado pelo método.

As análises de açúcares, tanto redutores como totais, não apresentaram diferenças significativas ($p \leq 0,05$) neste grupo, em geral. Os resultados de proteínas apresentaram diferença somente em E.10. Houve significativa retenção de proteínas (coeficiente de retenção de 51% em E.10 e 34% em E.7) e taninos ($R=37\%$ e 11% , e, E.10 e E.7, respectivamente) pela membrana.

Pode-se perceber que o tratamento enzimático em E.10, ao hidrolisar as moléculas de pectina, fez com que esta perdesse a capacidade de retenção de água, diminuindo (32%) a quantidade de sólidos suspensos (teor de polpa) nas amostras de alimentação de E.10, em relação ao E.7.

5.2.3. Avaliação da composição química da alimentação, do permeado e retentado dos experimentos E.6 e E.10.

O terceiro grupo de experimentos foi realizado nas mesmas condições de operação (6 m/s, 0,5 bar e 35°C), ambos com uso de enzima pectinolítica na concentração de 100 ppm, porém a partir de dois lotes diferentes, lote C e B.

Nos resultados apresentados na Tabela 5.5, percebe-se que a alimentação do E.6, que é de um lote diferente (lote C) de todos os demais experimentos, apresenta maior quantidade de açúcares (quase 50% maior em relação à média da alimentação dos demais experimentos) e teor de sólidos solúveis (11% maior em relação à média da alimentação dos demais experimentos). As amostras de AL, RE e PE não apresentaram diferença significativa entre si, em geral, na quantidade de açúcares, mas sim em relação à quantidade de sólidos solúveis.

As amostras também apresentaram diferença significativa nos resultados de acidez, umidade, teor de polpa e taninos.

Tabela 5.5. Resultados das análises físico-químicas das amostras de suco de tamarindo dos experimentos E.6 e E.10. Letras iguais indicam que as amostras AL, RE e PE não diferem estatisticamente ($p \leq 0,05$) entre si.

		Alimentação		Retentado		Permeado	
		E.6	E.10	E.6	E.10	E.6	E.10
pH	Média ± DP	2,80 ± 0,01 ^a	2,77 ± 0,00 ^a	2,80 ± 0,01 ^a	2,78 ± 0,01 ^a	2,79 ± 0,01 ^a	2,77 ± 0,01 ^a
Sólidos solúveis (°Brix)	Média ± DP	3,23 ± 0,00 ^a	3,08 ± 0,00 ^a	3,58 ± 0,00 ^b	3,18 ± 0,00 ^b	3,13 ± 0,00 ^c	2,93 ± 0,00 ^c
Acidez (% ácido tartárico)	Média ± DP	0,67 ± 0,00 ^a	0,66 ± 0,00 ^a	0,68 ± 0,00 ^b	0,67 ± 0,01 ^a	0,64 ± 0,00 ^c	0,59 ± 0,00 ^b
Umidade (%)	Média ± DP	96,44 ± 0,01 ^a	96,50 ± 0,02 ^a	95,66 ± 0,02 ^b	95,80 ± 0,03 ^b	96,95 ± 0,07 ^c	97,47 ± 0,02 ^c
Cinzas (%)	Média ± DP	0,104 ± 0,011 ^a	0,126 ± 0,007 ^a	0,122 ± 0,003 ^{ab}	0,127 ± 0,005 ^a	0,144 ± 0,019 ^b	0,104 ± 0,004 ^b
Açúcares redutores (%)	Média ± DP	1,78 ± 0,02 ^a	1,25 ± 0,01 ^a	1,78 ± 0,03 ^a	1,24 ± 0,01 ^a	1,78 ± 0,02 ^a	1,17 ± 0,01 ^b
Açúcares totais (%)	Média ± DP	1,76 ± 0,02 ^a	1,23 ± 0,01 ^a	1,89 ± 0,01 ^b	1,21 ± 0,01 ^a	1,75 ± 0,01 ^a	1,22 ± 0,01 ^a
Proteínas (%)	Média ± DP	0,22 ± 0,01 ^a	0,20 ± 0,01 ^a	0,25 ± 0,01 ^a	0,27 ± 0,02 ^b	0,23 ± 0,02 ^a	0,13 ± 0,03 ^c
Teor de polpa (%)	Média ± DP	11,65 ± 0,08 ^a	12,41 ± 0,33 ^a	16,29 ± 1,26 ^b	19,34 ± 0,66 ^b	0 ^c *	0 ^c *
Taninos (mg tanino/100g)	Média ± DP	58,23 ± 0,00 ^a	53,15 ± 1,46 ^a	60,87 ± 1,99 ^a	75,15 ± 2,63 ^b	46,74 ± 0,86 ^b	47,49 ± 0,92 ^c

* quantidade nenhuma foi detectada pelo método.

5.2.4. Efeito do tratamento enzimático na quantidade de pectina e teor de polpa (E.4 e E.5).

As análises de pectina e teor de polpa foram realizadas em dois experimentos que foram realizados sob condições idênticas, mas sem adição (E.4) e com adição de enzima pectinolítica, na concentração de 100 ppm (E.5). Os resultados estão apresentados na Tabela 5.6 a seguir.

Observa-se que as amostras de alimentação, retentado e permeado apresentaram diferença significativa ($p \leq 0,05$) nos resultados de sólidos solúveis, acidez, pectina e teor de polpa. Com a microfiltração, obteve-se um permeado com nenhum teor de polpa, e teor de pectina reduzido em E.4 (sem tratamento enzimático) e nulo em E.5 (com tratamento enzimático).

Tabela 5.6. Resultados das análises físico-químicas das amostras de suco de tamarindo dos experimentos E.4 e E.5. Letras iguais indicam que as amostras AL, RE e PE não diferem estatisticamente ($p \leq 0,05$) entre si.

		Alimentação		Retentado		Permeado	
		E.4	E.5	E.4	E.5	E.4	E.5
pH	Média ± DP	2,85 ± 0,01 ^a	2,77 ± 0,01 ^a	2,83 ± 0,01 ^a	2,74 ± 0,01 ^b	2,87 ± 0,01 ^b	2,76 ± 0,01 ^a
Sólidos solúveis (°Brix)	Média ± DP	2,70 ± 0,02 ^a	2,85 ± 0,03 ^a	2,61 ± 0,02 ^a	3,04 ± 0,06 ^b	2,54 ± 0,08 ^b	2,57 ± 0,00 ^c
Acidez (% ácido tartárico)	Média ± DP	0,61 ± 0,00 ^a	0,62 ± 0,00 ^a	0,62 ± 0,01 ^b	0,64 ± 0,00 ^b	0,55 ± 0,00 ^c	0,57 ± 0,00 ^c
Pectina (%)	Média ± DP	0,79 ± 0,12 ^a	0,33 ± 0,04 ^a	1,06 ± 0,14 ^b	0,78 ± 0,19 ^b	0,52 ± 0,11 ^{c *}	0,0 ^{c ***}
Teor de polpa (%)	Média ± DP	19,84 ± 1,31 ^a	12,00 ± 0,33 ^a	25,01 ± 0,97 ^b	15,29 ± 0,40 ^b	0 ^{c ***}	0 ^{c ***}

* obtido por balanço de massa

** utilizou-se o valor estimado de 0,66 % de pectina no retentado para realizar o cálculo do balanço de massa.

*** não detectado pelo método.

Observa-se que os valores de teor de pectina foram maiores no retentado do que na alimentação, demonstrando que houve retenção de pectina pela membrana. O coeficiente de retenção (calculado pela equação 4.3) de pectina foi de 51% no experimento E.4, quando não houve tratamento enzimático. Em E.5, quando ocorreu tratamento enzimático (concentração de enzimática de 100 ppm), o coeficiente de retenção foi de 100% (valor obtido pelo balanço de massa).

Barros (2002) também obteve teor de polpa nulo no permeado, ao ultrafiltrar sucos de abacaxi e de acerola. O teor de pectina foi reduzido. Matta (1999) observou remoção total de polpa do permeado, em experimentos com suco de acerola, e ausência de pectina em teste qualitativo.

Ao analisar se o tratamento enzimático foi eficaz, comparando-se E.5 com E.4, observa-se menor teor de pectina e polpa na alimentação e no retentado do experimento 5. Houve redução de 58% do teor de pectina na alimentação, comparando-se os dois experimentos, e 26% no retentado.

Com o tratamento enzimático, a hidrólise da pectina fez com que esta perdesse sua capacidade de retenção de água, diminuindo o volume de polpa. No experimento 5, no qual houve tratamento, seu valor na alimentação, assim como no retentado, foi 40% menor do que

o experimento 4, onde não houve tratamento.

Ushikubo *et al.* (2006) verificaram, – utilizando a mesma enzima, em igual concentração, tempo e temperatura de tratamento – em experimentos com polpa diluída de umbu, que o tratamento enzimático reduziu em cerca de 40% o teor de polpa do retentado e reduziu em 26% a quantidade de pectina na alimentação.

Carneiro *et al.* (2002) verificaram, em experimentos com suco de abacaxi, que o tratamento enzimático também reduziu o teor de polpa da alimentação (22%) e, conseqüentemente, diminuiu o *fouling* durante a microfiltração.

5.2.5. Conclusões gerais sobre as análises físico-químicas

Em geral, analisando os resultados de todos os experimentos, pode-se perceber que a microfiltração separou parcialmente os sólidos totais, pois os teores de umidade diminuíram 0,58 a 1,13% no retentado. Isso significa que os sólidos totais aumentaram no retentado, de 16 a 37%, e que houve retenção de 35% em média. Dentre estes sólidos estão as proteínas, que apresentaram coeficiente de retenção variando de 8 a 65% e os sólidos em suspensão, que apresentaram coeficiente de retenção igual a 100%.

A membrana não reteve os compostos minerais, pois os resultados de teor de cinzas não diferiram significativamente entre as amostras.

Não houve também concentração de açúcares que, em geral, não apresentaram diferença significativa entre as amostras. Alvarez *et al.* (1996) reportaram, na microfiltração de suco de maçã, índice de retenção desprezível de açúcares totais.

O tratamento enzimático reduziu o teor de polpa inicial, comparando-se E.10 com E.7, bem como comparando E.5 com E.4. Além disso, em E.5 verificou-se a redução de pectina na alimentação, comprovando a atuação da enzima pectinolítica no produto inicial.

5.3. Curvas de fluxo de permeado

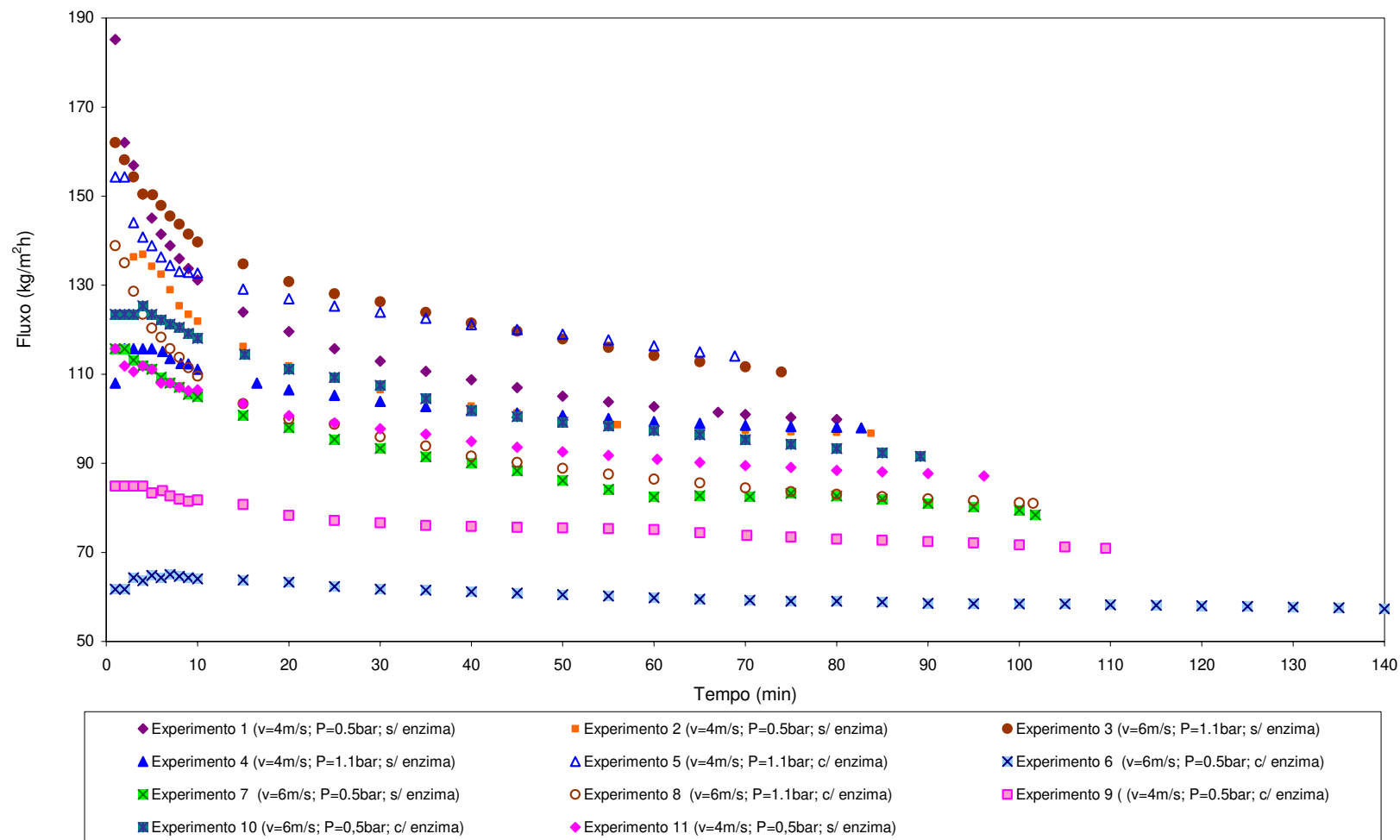
Na Figura 5.1 estão apresentadas as curvas de fluxo de permeado para os onze experimentos realizados. Observa-se, à exceção dos experimentos E.6, E.4 e E.9, queda no fluxo das membranas em função do tempo de operação do sistema fazendo uma curva exponencial, típica de processamentos de microfiltração e ultrafiltração. Esta redução do fluxo pode ser explicada devido à existência dos fenômenos de polarização da concentração, de formação da camada gel e devido ao *fouling*.

Até os primeiros 3 minutos a queda do fluxo é acentuada, intervalo no qual é formada a camada gel polarizada. De 3 a 15 minutos ocorre uma redução na queda do fluxo correspondendo à etapa de formação do *fouling*, onde o depósito de certos componentes do suco ocorre na superfície e no interior dos poros da membrana, gerando um aumento da resistência ao escoamento do permeado.

Outros autores como Barros (2002) e Carneiro *et al* (2002), que estudaram o processo de clarificação dos sucos de acerola e abacaxi, também descreveram comportamento semelhante. Por fim, depois de 15 minutos, ocorre uma queda de fluxo a uma taxa praticamente constante até o final do experimento, correspondendo à etapa de consolidação do *fouling*. Todas estas etapas características estão de acordo com a teoria apresentada por Marshall e Daufin (1995).

O comportamento da queda do fluxo de permeado repetiu-se, de forma muito semelhante, em todos os processamentos realizados, apresentando queda quase contínua a partir de 15 minutos de processo. Nos melhores resultados (E.5 e E3) constatou-se que, após cerca de 70 minutos de operação, foi alcançado fluxo de permeado de aproximadamente $110 \text{ kg/h}\cdot\text{m}^2$, o que representa valor muito bom do ponto de vista do processo de membranas para aplicação industrial.

Figura 5.2. Curva de fluxo vs. tempo dos 11 experimentos de microfiltração de suco de tamarindo sob condições operacionais diversas.



Ushikubo *et al.* (2006) obtiveram, com suco de umbu tratado enzimaticamente, fluxos de 47 a 75 kg/h·m², utilizando a mesma membrana deste experimento, enquanto que Bruyas (2004), utilizando suco de umbu tratado enzimaticamente e membrana de alumina, com diâmetro de poro médio de 0,2 µm e configuração tubular, obteve fluxo médio de 57 L/h·m².

Carneiro *et al.* (2002), utilizando membrana tubular de 0,3 µm, a 25°C e 100kPa, obtiveram fluxos estabilizados em torno de 100 L/h·m², com suco de abacaxi tratado enzimaticamente.

Podemos acrescentar outros estudos utilizando suco de abacaxi tratado enzimaticamente, como Gassaye *et al.* (1991), citados em Barros *et al.* (2003), que obtiveram fluxos de 77 L/h·m², com membrana tubular de alumina e diâmetro de poro de 0,2 µm. Barros *et al.* (2003) obtiveram fluxo de 124 kg/h·m², utilizando membrana cerâmica tubular de 0,01 µm, temperatura de 50°C e pressão de 4 bar.

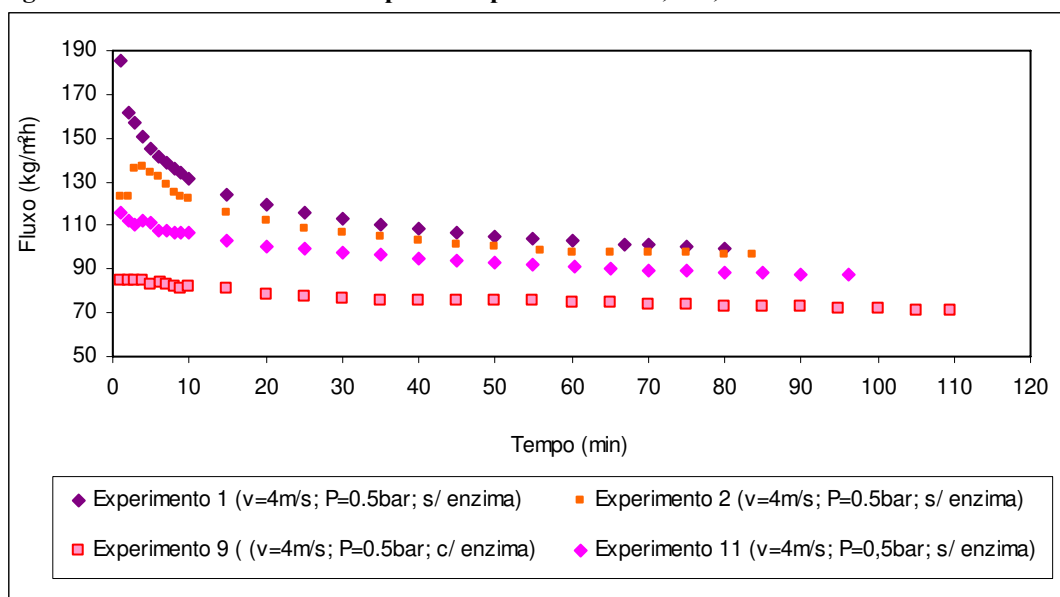
A Tabela 5.7 apresenta os valores de fluxo obtidos com água filtrada, medidos antes do início dos experimentos com suco de tamarindo. Estes dados serão utilizados para se comparar as curvas de fluxo dos experimentos e verificar se houve influência da condição inicial da membrana.

Tabela 5.7. Fluxos de água filtrada a 35°C, com a membrana limpa (kg/m²h), medidos na condição padrão (v = 4 m/s e P_{TM} = 1,1 bar).

	Fluxo de água (kg/m ² h)		Fluxo de água (kg/m ² h)
E.1	1.195	E.7	495
E.2	1.665	E.8	615
E.3	770	E.9	695
E.4	2.315	E.10	795
E.5	780	E.11	1.175
E.6	595		

Na Figura 5.3 estão apresentados quatro experimentos realizados sob as mesmas condições operacionais, porém E.9 foi submetido a um tratamento enzimático, cujo desempenho foi o pior entre os quatro experimentos, com fluxo final em torno de 70 $\text{kg/h}\cdot\text{m}^2$. Os resultados das análises físico-químicas no item 5.2.1 mostram que, apesar da polpa ser proveniente de dois lotes diferentes (A e B), provavelmente a matéria-prima não foi a causa principal da diferença observada nas curvas abaixo.

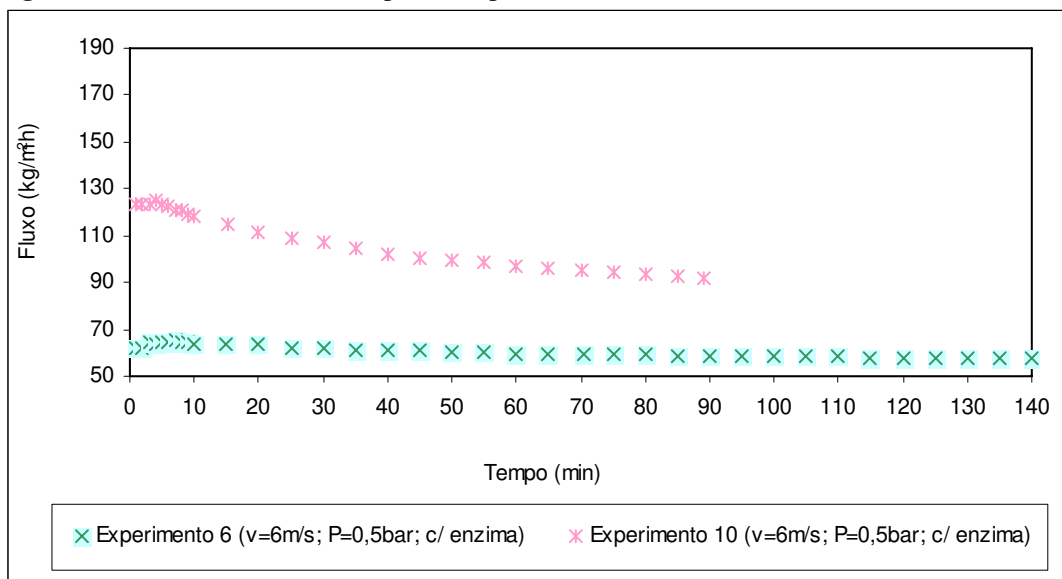
Figura 5.3. Curva de fluxo vs. tempo dos experimentos E.1, E.2, E.9 e E.11.



Neste caso, aparentemente, a condição inicial da membrana teve alguma influência, pois de acordo com a Tabela 5.7, onde se observam os valores de fluxo de água com a membrana limpa, os experimentos E.1, E.2, e E.11 possuem fluxos muito próximos, em torno de 1200 $\text{kg/h}\cdot\text{m}^2$, enquanto que em E.9 este valor foi de 700 $\text{kg/h}\cdot\text{m}^2$, cerca de 40% a menos que os outros três.

Na Figura 5.4 estão apresentados dois experimentos, E.6 e E.10, que foram realizados sob as mesmas condições de pressão transmembrana (0,5 bar), velocidade de escoamento (6 m/s) e mesma concentração de enzima (100 ppm). Porém, para observar o comportamento do fluxo diante da composição da matéria-prima, lotes diferentes foram empregados em cada experimento.

Figura 5.4. Curva de fluxo vs. tempo dos experimentos E.6 e E.10.



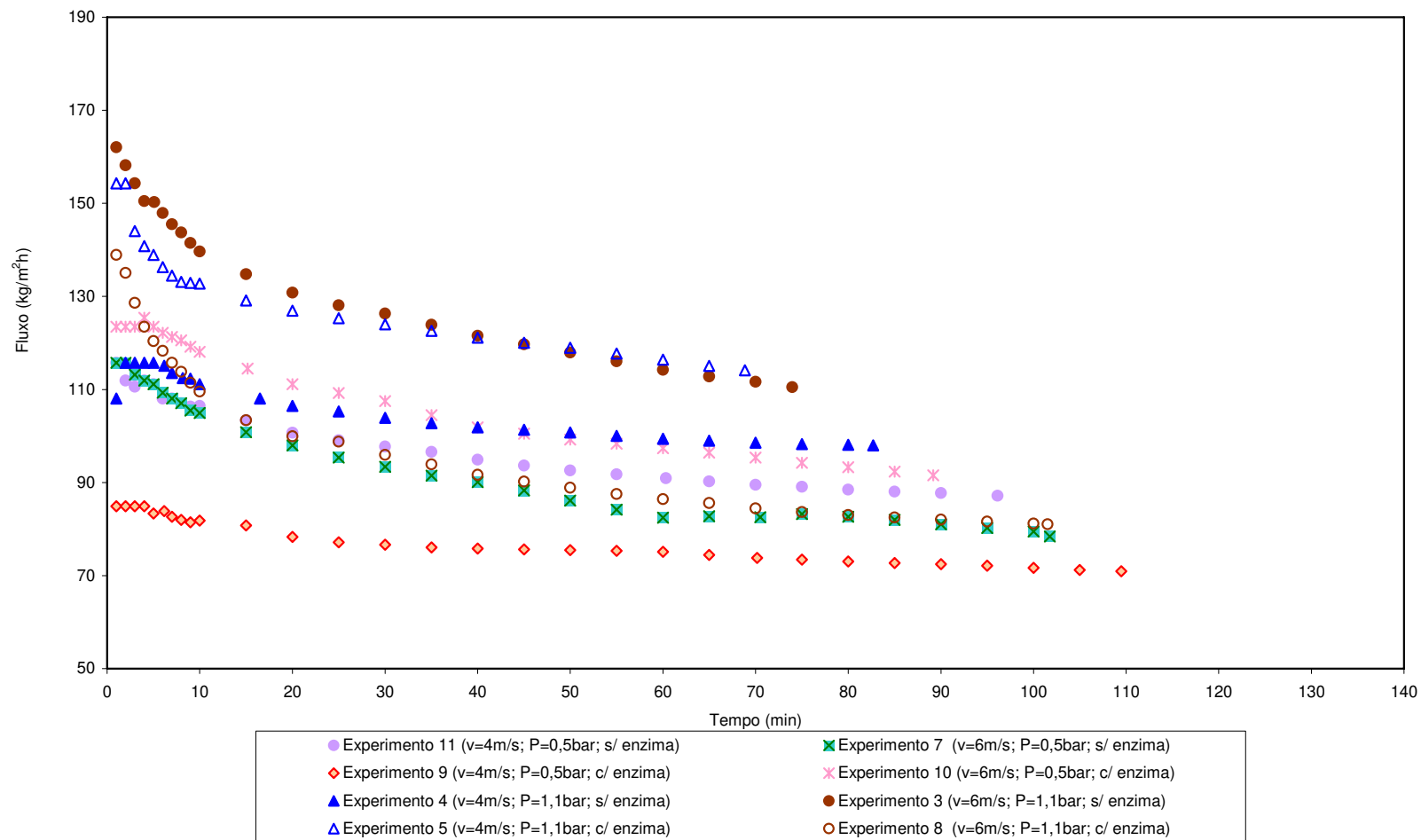
É possível visualizar que o experimento E.10 (lote B) forneceu um fluxo superior ao E.6 (lote C), apresentando uma redução do tempo de processo de 140 para 89 minutos para se atingir o mesmo fator de concentração (F_c igual a 2).

A causa desta redução no fluxo foi provavelmente a quantidade de açúcares (quase 50% maior, em relação à média dos demais experimentos) e outros sólidos solúveis (11% maior, em relação à média dos demais experimentos) no lote do experimento E.6, como se observa nos resultados apresentados na Tabela 5.5 do item 5.2.3.

Além disso, neste caso a condição inicial da membrana estava melhor em E.10, como se pode verificar na Tabela 5.7, pois este apresentava no início do experimento um fluxo de água em torno de $800 \text{ kg/h}\cdot\text{m}^2$, enquanto que em E.6 este valor era de aproximadamente $600 \text{ kg/h}\cdot\text{m}^2$, cerca de 25% a menos que o outro. Este fato, aliado à composição da matéria-prima, provocaram uma drástica redução do fluxo do E.6 desde o início do experimento.

Na Figura 5.5 apresenta-se o gráfico das curvas de fluxo de oito experimentos realizados com o mesmo lote (designado lote B) e sob diversas condições, para verificar a influência dos parâmetros operacionais no fluxo.

Figura 5.5. Curva de fluxo vs. tempo dos 8 experimentos sob condições operacionais diversas.



O efeito do aumento de pressão de 0,5 para 1,1 bar e simultaneamente o aumento de velocidade de 4 m/s para 6 m/s, nos processamentos sem uso de enzima (E.11 e E.3), representou aumento de cerca de 25% do fluxo de permeado. Esta melhora no fluxo representou redução do tempo de processo de 96 para 74 minutos para ser atingido o mesmo fator de concentração (F_c 2).

O aumento simultâneo de pressão e velocidade nos processamentos em que se fez uso de enzima (E.9 e E.8), o fluxo também aumentou, porém cerca de 10%.

O uso de enzima melhorou o fluxo no experimento E.5, comparando com E.4 (ambos $v=4\text{m/s}$ e $P=1,1\text{bar}$) e melhorou também em E.10, comparando com E.7 (ambos $v=6\text{m/s}$ e $P=0,5\text{bar}$).

Em E.9 (com tratamento enzimático), comparando com E.11 (sem tratamento enzimático), houve diminuição do fluxo devido ao uso de enzimas, mas aparentemente este resultado foi influenciado pela condição inicial da membrana (ver Tabela 5.7).

Comparando E.3 e E.8 o fluxo diminuiu também em E.8, pois houve aumento de *fouling* (ver cálculos das resistências no item 5.4).

O aumento na pressão de 0,5 para 1,1 bar, mantendo-se a velocidade de escoamento constante de 4 m/s, melhorou o fluxo tanto nos experimentos em que se fez uso de enzimas (E.9 e E.5), quanto nos experimentos em que não se fez (E. 11 e E.4).

5.4. Cálculos das resistências em série

As resistências em série foram calculadas através das equações descritas no item 4.7.2. Os dados e os resultados obtidos estão nas tabelas do Anexo 9.2.

Os valores das resistências da membrana R_M foram calculados de duas maneiras, utilizando a equação (4.5):

- i. Considerando o fluxo de água obtido antes de iniciar o primeiro experimento, com a membrana completamente sem uso (R_M constante, cálculo apresentado na Tabela 9.24 do Anexo 9.2);
- ii. Considerando o fluxo de água obtido antes de iniciar cada experimento, com a membrana limpa. Estes valores variaram ao longo dos experimentos, pois nem

sempre foi possível retirar totalmente o *fouling* através dos procedimentos de limpeza (R_M variando, cálculo apresentado na Tabela 9.25 do Anexo 9.2).

Por serem valores pequenos em relação aos valores de resistência total, não há muita diferença em se analisar os dados considerando R_M constante ou R_M variando. Assim, para facilitar o entendimento da análise, considerou-se a resistência de membrana constante, utilizando o valor de fluxo de água obtido no início do primeiro experimento ($J_w = 2420,1 \text{ kg/m}^2\text{h}$), chegando a resistência de membrana de $1,63 \times 10^{11} \text{ m}^{-1}$. Os valores de R_T , R_M , R_F e R_P estão apresentados na Tabela 5.8 a seguir.

Tabela 5.8. Resistência devido à polarização da concentração e à camada gel polarizada obtida através do modelo de resistências em série e considerando R_M constante.

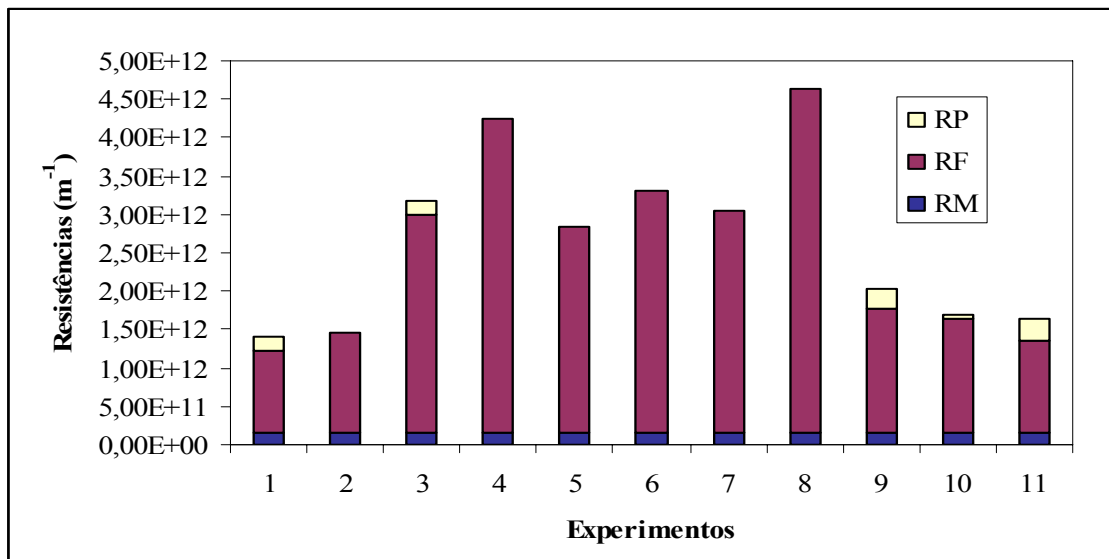
	[E] (ppm)	v (m/s)	P_{TM} (bar)	R_T (m^{-1})	R_M (m^{-1})	R_F (m^{-1})	R_P (m^{-1})
1		4	0,5	1,40E+12	1,63E+11	1,05E+12	1,81E+11
2		4	0,5	1,40E+12	1,63E+11	1,29E+12	-5,37E+10
3		6	1,1	3,16E+12	1,63E+11	2,84E+12	1,63E+11
4		4	1,1	3,01E+12	1,63E+11	4,09E+12	-1,24E+12
5	100	4	1,1	2,88E+12	1,63E+11	2,67E+12	4,67E+10
6	100	6	0,5	2,54E+12	1,63E+11	3,15E+12	-7,75E+11
7		6	0,5	2,46E+12	1,63E+11	2,88E+12	-5,80E+11
8	100	6	1,1	3,94E+12	1,63E+11	4,48E+12	-7,02E+11
9	100	4	0,5	2,02E+12	1,63E+11	1,62E+12	2,38E+11
10	100	6	0,5	1,70E+12	1,63E+11	1,49E+12	4,54E+10
11		4	0,5	1,63E+12	1,63E+11	1,20E+12	2,66E+11

Observando a Tabela 5.8 percebe-se que o cálculo de R_P , realizado através da equação (4.7), forneceu resultados negativos nos experimentos E.2, E.4, E.6, E.7 e E.8. Isto pode ter ocorrido por variações na determinação da viscosidade do permeado e da água, resultando no valor de resistência total (R_T) menor que a soma da resistência devido ao *fouling* (R_F) e a resistência da membrana (R_M).

Por outro lado, o valor de resistência ao *fouling* (R_F) pode estar muito elevado. É possível que o valor do fluxo da membrana suja (J_{wf}) utilizado no cálculo de R_F , descrito na equação (4.6), esteja elevado, por estar englobando parte da camada gel polarizada. Isto pode ter ocorrido, apesar do fluxo da membrana suja J_{wf} , após o processamento, ser medido após vários enxágues da membrana com água – até confirmação de °Brix igual a zero – para retirada da camada gel polarizada aderida à superfície.

Estes valores negativos de R_p foram considerados iguais a zero, ou seja, considerou-se que não houve praticamente nenhuma resistência ao fluxo provocada pela polarização e pela camada gel polarizada, pois não possuem significado do ponto de vista físico para representação na Figura 5.6.

Figura 5.6. Resistências de membrana (R_M), devido ao *fouling* (R_F), devido à camada gel polarizada e à polarização da concentração (R_p), considerando R_M constante.



Alta pressão transmembrana (1,1 bar) em E.3, E.4, E.5 e E.8 aumentou a resistência devido ao *fouling* de um modo geral. O aumento da velocidade em E.3, E.6, E.7, E.8 e E.10 provocou maior arraste das partículas depositadas sobre a membrana, minimizando a camada gel (com exceção de E.3).

Os valores mais baixos de resistência foram obtidos quando à pressão de 0,5 bar e a velocidade de 4 m/s, sem uso de enzima pectinolítica (E.1, E.2 e E.11).

Comparando os experimentos com tratamento enzimático (100 ppm) ou sem tratamento enzimático (0 ppm) temos dois casos antagônicos: experimentos em que a enzima melhorou o fluxo e diminuiu as resistências totais e ao *fouling* (E.4 comparando vs. E.5; E.10 vs. E.7), enquanto que, ao contrário, houve experimentos em que a enzima diminuiu o fluxo e aumentou as resistências totais e ao *fouling* (E.3 em comparação à E.8; E.1, E.2 e E.11 em comparação à E.9).

O uso de enzima 100 ppm forneceu melhores fluxos e diminuiu a resistência total e do *fouling*, porém aumentou a resistência da camada polarizada, em E.5, com pressão 1,1 bar e velocidade de 4 m/s, ou em E.10, quando a pressão foi 0,5 bar e a velocidade, 6 m/s. Observa-se que, na condição de E.5, o uso de enzima aumentou a resistência da camada polarizada, devido à baixa velocidade, mas diminuiu as resistências de *fouling* e total. Este experimento apresentou o melhor resultado de fluxo de permeado.

A utilização de enzima não melhorou o fluxo de permeado nem diminuiu as resistências quando as condições de pressão e velocidade utilizadas foram mínimas (E.9). Quando as condições foram máximas (E.8), o uso de enzima aumentou o *fouling*. O uso de enzima reduziu o fluxo de permeado quando as condições foram máximas, porque o *fouling* foi maior, provavelmente devido à alta pressão aliada às moléculas de pectina menores após o tratamento enzimático.

Na Tabela 5.9 podemos observar a porcentagem apresentada por cada tipo de resistência através do modelo de resistências em série.

Tabela 5.9. Resistências ao fluxo em porcentagem, em relação à resistência total.

Exp	v (m/s)	P _{TM} (kPa)	[E] (ppm)	R _M (%)	R _F (%)	R _P (%)
1	4	50		11,7	75,4	13,0
2	4	50		11,7	88,3	0,0
3	6	110		5,1	89,7	5,1
4	4	110		5,4	94,6	0,0
5	4	110	100	5,6	92,7	1,6
6	6	50	100	6,4	93,6	0,0
7	6	50		6,6	93,4	0,0
8	6	110	100	4,1	95,9	0,0
9	4	50	100	8,0	80,2	11,8
10	6	50	100	9,6	87,8	2,7
11	4	50		10,0	73,7	16,3

As resistências da membrana e devido à camada gel polarizada foram baixas em comparação à resistência devido ao *fouling*. As resistências da camada gel foram mais representativas, em termos de porcentagem, nos experimentos com baixa pressão e baixa velocidade de escoamento (E.1, E.9 e E.11, com exceção de E.2).

Os valores de R_p em E.2, E.4, E.6, E.7 e E.8 forneceram resultado negativo e foram considerados iguais a zero. Os valores originalmente calculados para as resistências R_p estão no anexo 9.2. Estas resistências representam de zero a 16% do valor total.

A resistência devido o *fouling* foi a mais significativa das três, representando 74 a 96% da resistência total, enquanto que as resistências de membrana representaram de 4 a 12% do total, considerando o valor de R_M constante.

Ushikubo *et al.* (2006) obtiveram, ao microfiltrar suco de umbu, resistência devido o *fouling* representando 58 a 97% da resistência total, resistências de membrana de 2 a 7% do total e resistência ao devida à polarização da concentração e camada gel polarizada variando de 0 a 38%. A mesma unidade de microfiltração e a mesma membrana foram usadas nestes experimentos com suco de umbu, intercalando com os experimentos de suco de tamarindo.

Em termos absolutos, os valores de resistência total encontrados por Ushikubo *et al.* (2006) foram de $2,36 \times 10^{12}$ a $7,52 \times 10^{12} \text{ m}^{-1}$, enquanto que neste estudo, foram de $1,40 \times 10^{12}$ a $3,16 \times 10^{12} \text{ m}^{-1}$.

Jiraratananon *et al.* (1997), em estudo da ultrafiltração e microfiltração (com formação de camada dinâmica) de suco de abacaxi, obtiveram valores de resistências totais de $3,4 \times 10^{13}$ e $8,8 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$, respectivamente. Em porcentagens, as resistências devido ao *fouling* foram de 20,2 e 64,8%, resistências de membrana de 19,8 e 10,2% e resistências devido à polarização da concentração e camada gel polarizada foram de 59,9 e 24,9% para os processos de ultrafiltração e microfiltração, respectivamente.

5.5. Ajuste ao modelo matemático

A partir dos dados experimentais do fluxo inicial (J_0) e do fluxo final ao se atingir o F_c igual a 2 (J_F) e utilizando o programa Statistica 5.5 obtiveram-se os valores da taxa de decaimento, λ , para cada experimento. Observa-se, através da Tabela 5.10, que este parâmetro apresentou os menores valores para os experimentos E.6 e E.9, o que demonstra tendência de maior estabilidade nos valores de fluxo em função do tempo. Os valores de R^2 foram elevados, assumindo valores acima de 95%, demonstrando um bom ajuste do modelo

de Constela & Lozano, equação (3.6) do item 3.1.5.

Tabela 5.10. Parâmetros operacionais (v , P_{TM} e $[E]$) de cada experimento, fluxo de permeado final e inicial (J_F , J_0) e valores obtidos (λ e R^2) pelo modelo matemático proposto.

Experimento	v (m/s)	P_{TM} (bar)	$[E]$ (ppm)	J_F (kg/h.m²)	J_0 (kg/h.m²)	λ (h⁻¹)	R^2
E.5	4	1,1	100	114,124	154,332	4,13	95,274
E.1	4	0,5	0	99,834	162,049	3,45	99,047
E.8	6	1,1	100	81,03	138,899	3,38	98,247
E.3	6	1,1	0	110,506	162,049	2,75	99,149
E.2	4	0,5	0	96,745	136,327	2,59	98,272
E.11	4	0,5	0	87,294	115,749	2,19	99,359
E.4	4	1,1	0	97,974	115,749	2,07	96,786
E.7	6	0,5	0	78,964	115,749	1,95	99,751
E.10	6	0,5	100	91,732	123,466	1,57	98,149
E.9	4	0,5	100	70,916	84,883	1,48	98,318
E.6	6	0,5	100	57,320	64,310	0,99	97,501

Os menores valores de taxa de declínio de fluxo foram encontrados nos experimentos com baixa pressão e alta velocidade de escoamento (E.6, E.7 e E.10) e baixa pressão, baixa velocidade e tratamento enzimático (E.9). Os valores de λ para estes 4 experimentos variaram de 0,99 a 1,95 h⁻¹. O experimento E.6, no entanto, apresentou comportamento diferente de todos os demais experimentos por ser de um lote diferente (ver o item 5.2.3).

Os experimentos nos quais a pressão foi de 1,1 bar apresentaram maiores taxas de declínio (de 2,07 a 4,13 h⁻¹), com exceção de E.2, cuja pressão foi 0,5 bar. A taxa de declínio foi maior no E.5, porém este experimento apresentou o melhor resultado de fluxo final, além de um elevado fluxo inicial também. Neste experimento foi combinado o uso de alta pressão juntamente com o tratamento enzimático.

O experimento E.5 apresentou queda mais acentuada logo no início do experimento, ao contrário de E.3, que apesar do maior valor de fluxo inicial, apresentou queda mais contínua e não somente nos primeiros minutos, resultando em fluxo final um pouco abaixo de E.5.

No experimento E.3 foi utilizada alta pressão (1,1 bar), alta velocidade de escoamento (6 m/s) e não houve tratamento enzimático. Quando se realizou tratamento enzimático (E.8), a curva obtida foi muito semelhante, porém o fluxo iniciou em valor abaixo do fluxo do experimento E.3. Logo, o fluxo final ficou abaixo também.

5.6. Limpeza

A limpeza da membrana foi realizada com soluções de ácido cítrico (3%) ou sulfúrico (2%), enzima pectinolítica (concentração 100 ppm) e solução de hidróxido de sódio (NaOH), variando de 2 a 3%, temperatura de 35°C para o ácido e para a solução enzimática e 58°C para a solução de hidróxido de sódio. A temperatura limite de uso desta membrana é 60°C.

No Quadro 5.1 estão apresentados os valores de J_w (fluxo medido com água antes de cada experimento), J_{wf} (fluxo de água da membrana com *fouling*) e J_w' (fluxo de água após a limpeza), as combinações de produtos químicos, suas respectivas concentrações, temperatura e tempo de procedimento para cada experimento. Entre os experimentos de microfiltração de suco de tamarindo eram realizados também experimentos com suco de umbu, de modo que o valor do fluxo de água após a limpeza (J_w') não coincide com o valor do início do experimento seguinte.

O tempo de processo variou de 30 a 80 minutos para cada solução. A primeira metade do tempo era realizada com a saída de permeado fechada e o restante do tempo com a saída aberta. Assim, o produto químico age primeiro na superfície da membrana, para depois agir internamente.

Pela análise dos dados obtidos verificou-se que o uso de ácido cítrico, ou sulfúrico, aparentemente, não demonstrou contribuição expressiva para o aumento do fluxo de água após a limpeza. Esta mesma observação é válida para o aumento do tempo de uso de enzima.

Como artifício para um retorno mais rápido do fluxo, no intervalo entre os ciclos de limpeza a membrana ficou de molho em solução alcalina nos experimentos E.8 em diante.

Quadro 5.1. Fluxo de água antes e após o processamento e limpeza da membrana.

	J_w (kg/m ² h)	J_{wf} (kg/m ² h)	Limpeza	J_w (kg/m ² h)
E.1	1196,1	162,0	[E] 100ppm, 35°C e 40 minutos; NaOH 3%, 54°C e 40 minutos.	1080,3
			NaOH 2%, 54°C e 40 minutos.	1504,7
E.2	1666,8	123,5	[E] 100ppm, 35°C e 40 minutos; NaOH 2%, 56°C e 40 minutos.	856,5
			NaOH 2%, 57°C e 40 minutos.	1188,4
E.3	771,7	131,2	Ácido cítrico 3%, 35°C e 30 minutos; [E] 100ppm, 35°C e 30 minutos; NaOH 3%, 58°C e 40 minutos.	578,7
			[E] 100ppm, 35°C e 30 minutos; NaOH 3%, 58°C e 60 minutos.	2315,0
E.4	2315,0	92,6	[E] 100ppm, 35°C e 60 minutos; NaOH 3%, 58°C e 60 minutos.	933,7
E.5	779,4	138,9	[E] 100ppm, 35°C e 80 minutos; NaOH 3%, 58°C e 80 minutos.	733,1
			[E] 100ppm, 35°C e 40 minutos; NaOH 2%, 58°C e 40 minutos.	918,3
E.6	594,2	54,0	[E] 100ppm, 35°C e 80 minutos; NaOH 3%, 58°C e 80 minutos.	679,1
			Ácido cítrico 3%, 35°C e 60 minutos; [E] 100ppm, 35°C e 60 minutos; NaOH 3%, 58°C e 60 minutos.	756,2
E.7	493,9	61,7	Ácido sulfúrico 2%, 35°C e 60 minutos; [E] 100ppm, 35°C e 60 minutos; NaOH 3%, 58°C e 60 minutos.	763,9
E.8	617,3	84,9	[E] 100ppm, 35°C e 80 minutos; NaOH 3%, 58°C e 80 minutos.	447,6
			Imersão por 6 dias com solução NaOH 2% a temperatura ambiente.	1034,0
E.9	694,5	100,3	[E] 100ppm, 35°C e 60 minutos; NaOH 3%, 58°C e 80 minutos.	555,6
			Imersão por 4 dias com solução NaOH 2% a temperatura ambiente.	2029,5
E.10	794,8	108,0	[E] 100ppm, 35°C e 60 minutos; NaOH 3%, 58°C e 60 minutos.	632,8
			Imersão por 3 dias com solução NaOH 2% a temperatura ambiente.	1188,4
E.11	1172,9	131,2	[E] 100ppm, 35°C e 60 minutos; NaOH 3%, 58°C e 60 minutos.	941,4
			Imersão por 3 dias com solução NaOH 2% a temperatura ambiente.	1458,4

Quando se aplicou imersão da membrana em solução de NaOH 2% por 3 dias ou mais, o fluxo melhorou bastante. Em E.9, após a imersão por 4 dias, o fluxo obtido após a limpeza (2029 kg/m²h) quase se igualou ao do início dos experimentos, medido com a membrana completamente isenta de entupimento (fluxo de 2420 kg/m²h). O tempo de imersão necessário neste tipo de procedimento inviabiliza a aplicação em escala industrial, entretanto adotou-se este procedimento para minimizar o uso de reagentes, água e energia, pois os fluxos não estavam mais retornando com os ciclos de limpeza aplicados.

6. CONCLUSÕES GERAIS

A microfiltração de suco de tamarindo produziu um permeado límpido, de cor amarelo ouro, de sabor e aroma agradáveis.

As análises físico-químicas revelaram que os ácidos permearam parcialmente pela membrana, apresentando valor de acidez um pouco mais elevado no retentado (0,61 a 0,72%) do que na alimentação (0,58 a 0,69%). Os sólidos solúveis também aumentaram no retentado, chegando a aumento de até 10%, em relação à alimentação.

O pH da polpa sem diluição foi de 2,37. O pH da alimentação (2,64 a 2,85) não diferiu dos produtos finais, sendo que no retentado o pH variou de 2,62 a 2,83 e no permeado, de 2,64 a 2,87.

Houve significativa retenção de proteínas (índice de retenção médio igual a 0,45) e taninos (índice de retenção médio de 0,28) pela membrana.

O coeficiente de retenção de pectina foi de 51% no experimento E.4, quando não houve tratamento enzimático; e chegou a 100% de retenção em E.5, quando ocorreu tratamento enzimático (concentração de 100 ppm de enzima). Comparando-se a alimentação de E.4 e E.5, houve redução de 58% no teor de pectina devido ao tratamento enzimático. O coeficiente de retenção de polpa foi de 41 e 43% sem uso e com uso de enzima, respectivamente, e o teor de polpa da alimentação de E.5 em relação à E.4 reduziu quase 40% devido ao tratamento enzimático.

Os valores de fluxo de permeado final a F_c 2 variaram de 57 a 114 kg/m²h. Os melhores fluxos foram obtidos quando se utilizou pressão de 1,1 bar. O fluxo mais elevado (114 kg/m²h) foi obtido em E.5, com velocidade de 4 m/s, pressão 1,1 bar e pré-tratamento enzimático com enzima na concentração de 100 ppm.

Elevado fluxo (110 kg/m²h) também foi obtido em E.3, sem pré-tratamento enzimático, nas condições de 1,1 bar e 6 m/s.

Os dados experimentais de fluxo de permeado ajustaram-se bem ao modelo matemático apresentado por Constenla & Lozano (1997), com R^2 variando de 95,2 a 99,75%.

Das resistências obtidas pelo modelo de resistências em série, a resistência devido o

fouling foi a mais significativa das três, representando 74 a 96% da resistência total, enquanto que as resistências de membrana representaram de 4 a 12% do total. As resistências devido à camada gel polarizada e a polarização da concentração representaram de zero a 16% do valor total.

O aumento da velocidade de escoamento com baixa pressão levou a baixos valores de resistências de polarização da concentração e camada gel. O aumento da pressão, juntamente com a alta velocidade, levou ao aumento da resistência devido ao *fouling*.

Sob alta pressão, baixa velocidade e uso de enzima na concentração de 100 ppm houve diminuição do *fouling* e melhora de fluxo. Na condição de baixa pressão e alta velocidade, o uso de enzima também melhorou o fluxo de permeado.

A limpeza da membrana teve seus melhores resultados com uso de enzima pectinolítica (100 ppm) a 35°C por 60 minutos seguida de solução de NaOH 3%, 58°C e 80 minutos e imersão da membrana com NaOH 2% a temperatura ambiente por 3 a 4 dias.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir deste trabalho, diversas pesquisas poderiam ser desenvolvidas:

- Estudo do tratamento enzimático (tempo, temperatura, concentração de enzima e uso de mais de um tipo de enzima) da polpa de tamarindo e avaliação na alteração da viscosidade e do teor de pectina;
- Efeito da temperatura no processo de microfiltração de suco de tamarindo;
- Estudo da influência dos parâmetros operacionais durante a limpeza;
- Formulação de bebidas a partir do suco clarificado;
- Formulação de produtos a partir do retentado;
- Microfiltração através de outros tipos de membranas, podendo variar o material ou o diâmetro de poro, ou ambos, e comparando o desempenho e a retenção.

8. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

AHMED, A. R.; LABAVITCH, J. M. A simplified method for accurate determination of cell wall uronide content. **Journal of Food Biochemistry**, v. 1, p. 361-365, 1977.

ÁLVAREZ, V.; ANDRES, L. J.; RIERA, F. A.; ÁLVAREZ, R. Microfiltration of apple juice using inorganic membranes: process optimization and juice stability. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 74, p. 156-162, 1996.

AOAC. Association of Official Analytical Chemists. **Official Methods of Analysis**, 13th ed., Washington, 1980.

AOAC. Association of Official Analytical Chemists. **Official Methods of Analysis**, 14th ed., Washington, 1984.

AOAC. Association of Official Analytical Chemists. **Official Methods of Analysis**, 16th ed., 3 rev., Gaithersburg, 1997.

BARROS, S. T. D.; ANDRADE, C. M. G.; MENDES, E. S. & PERES, L. Study of fouling mechanism in pineapple juice clarification by ultrafiltration. **Journal of Membrane Science** 215, p. 213-224, 2003.

BARROS, S. T. D. **Clarificação dos sucos de acerola e abacaxi por ultrafiltração: modelagem e simulação do fluxo de permeado e determinação dos mecanismos de *fouling***. Dissertação de doutorado – Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Química. Campinas, 2002.

BASSETTI, F. J. **Preparação, caracterização e aplicação de membranas poliméricas microporosas assimétricas**. Dissertação de doutorado – Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Química. Campinas, 2002.

BLANCK, R. G. & EYKAMP, W. Fruit Juice Ultrafiltration. **AIChE Symposium Series** v.82 (250), p. 59-64, 1986.

BLIGH, E. C.; DYER, W. J. A rapid method of total lipid extraction and purification. **Canadian Journal of Biochemistry and Physiology**, v. 37, p. 911-917, 1959.

BRUYAS, O. **Estudo da clarificação da polpa de umbu (*Spondias tuberosa*) por microfiltração tangencial acoplada a uma hidrólise enzimática**. Dissertação de mestrado – CIRAD/FLHOR, Montpellier, 2004.

CÁCERES, M. C. **Estudo do processamento e avaliação da estabilidade do “blend” misto a base de polpa de Tamarindo (*Tamarindus indica* L.) e suco de beterraba (*Beta vulgaris*)**. Dissertação de mestrado – Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos. Campinas, 2003.

CARNEIRO, L.; SA, I. S.; GOMES, F. S.; MATTA, V. M. & CABRAL, L. M. C. Cold sterilization and clarification of pineapple juice by tangential microfiltration. **Desalination** 148, p. 93-98, 2002.

CHERYAN, M. In: **Ultrafiltration and Microfiltration Handbook**, Technomic Publishing Company 1998.

CLAY, J. W.; SAMPAIO, P. T. B. & CLEMENT, C. R. **Biodiversidade Amazônica – exemplos e estratégias de utilização**. Instituto Nacional de Pesquisa Amazônica (INPE) e SEBRAE, 2000.

CONSTENLA, D. T.; LOZANO, J. E. Hollow fibre ultrafiltration of apple juice: macroscopic approach. **Lebensmittel Wissenschaft und Technologie**, v. 30, p. 373-378, 1997.

DZIEZAK, J. D. Membrane separation technology offers processors unlimited potencial. **Food Technology**, v. 44, n. 9, p. 108-113, 1990.

EL-GAZZAR & MARTH, Ultrafiltration and reverse osmosis in dairy technology: a review. **Journal of Food Protection**, v. 54, n. 10, p. 801-809, 1991.

FERREIRA, C. V. **Influência da velocidade tangencial e da pressão transmembrana na obtenção de caseína por microfiltração**. Dissertação de mestrado, 139 p. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, 2001.

FREITAS, I. C. **Estudo da clarificação de suco de laranja por ultrafiltração**. Dissertação de mestrado, 73 p. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de

Engenharia de Alimentos, Campinas, 1995.

GEKAS, V.; BARALLA, G.; FLORES, V. Aplicaciones de la tecnologia de membrana em la industria alimentaria. **Food Science and Technolgy International**, v. 4, n. 5, 1998.

GIRARD, B. & FUKUMOTO, L. R. Membrane Processing of Fruit Juices and Beverages: A Review. **Critical Reviews in Biotechnology**, 20(2), p. 109-175, 2000.

HEARTHERBELL, D. A.; SHORT, J. L. & STRUBI, P. Apple juice clarification by ultrafiltration. **Confructa**, v. 22, p. 157-169, 1977.

HERNANDEZ, E.; CHEN, C. S.; SHAW, P. E.; CARTER, R. D. & BARROS, S. Ultrafiltration of orange juice: effect on soluble solids, suspended solids and aroma. **Journal Agric. Food Chem.** v. 40, n. 6, p. 986-988, 1992.

JIRARATANANON, R.; UTTAPAP, D. & TANGAMORNSUKSUN, C. Self-forming dynamic membrane for ultrafiltration of pineapple juuice. **Journal of Membrane Science**, v.129, p. 135-143, 1997.

KIRK, D. E.; MONTGOMERY, M. W. & KORTEKASS, M. G. Clarification of pear juice by hollow fiber ultrafiltration. **Journal Food Science**, 48 (6): 1663-66, 1983.

KORGO, A. Development of consumption and raw materials. Till today and in the future. **Fruit Processing**, v. 6, n. 12, p. 478-481, 1996.

LAWRENCE, The use of ultrafiltration in cheesemaking, **Bulletin of the International Dairy Federation**, Brussels, v. 240, p. 2-15, 1989.

MAIA, M. L. Mercado de frutas é pouco explorado no Brasil. **Jornal O Estado de São Paulo**. São Paulo, 30 de julho de 1997.

MAPA – Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Programa Profruta. Estudos Sobre o Mercado de Frutas. www.agricultura.gov.br/sarc/profruta/html/mercado_cap_3.htm#cap_3 Acesso em 15/10/2003.

MARSHALL, A. D.; DAUFIN, G. Physico-chemical aspects of membrane fouling by dairy fluids. In : **Fouling and cleaning in pressure driven membrane processes**. Brussels:

International Dairy Federation, 1995. cap. 1, p.8-35. IDF Special Issue, 9504.

MATTA, V. M. **Estudo da utilização dos processos de separação por membranas para obtenção de suco de acerola clarificado e concentrado**. Campinas, 1999. Tese de Doutorado. Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP).

MONDOR, M.; GIRARD, B. MORESOLI, C. Modeling flux behavior for membrane filtration of apple juice. **Food Research International**, v. 33, p. 539-548, 2000.

MORTON, J. F. Tamarind. **Fruits of warm climates**, p. 115-121, 1987. Disponível em: <http://www.hort.purdue.edu/newcrop/morton/tamarind.html> Acesso em 10/10/2003.

PAULSON, D. J., WILSON, R. L. & SPATZ, D. D. Reverse osmosis and ultrafiltration applied to the processing of fruit juices. In: **Reverse Osmosis and Ultrafiltration**, ACS Symposium series, p. 325-344, 1985.

PERRY, R. H.; CHILTON, C. H. **Manual de Engenharia Química**. Tradução de Horácio Macedo, Luiza M. Barbosa e Paulo Emídio de F. Barbosa, 5. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1986.

PORTER, M. C. Preface. In: **Handbook of Industrial Membrane Technology**, Noyes Publications, p.v-vii, 1990.

RAO, M. A., ACREE, T. E., COOLEY, H. J. & ENNIS, R. W. Clarification of apple juice by hollow fiber ultrafiltration: fluxes and retention of odor-active volatiles. **Journal Food Science** v.52, p.375-77, 1987.

RAUTENBACH, R.; ALBRECHT, R. **Membrane Proceses**. Chichester. John Wiley & Sons, 1989. 459 p.

RÖSCH, E. Experience with ultrafiltration in the 1984 season. **Confructa**, vol. 29, nº I, 27-31, 1985.

SÁ, C. D. A Importância do Suco de Frutas Para o Consumidor: Um Estudo de Caso. **Qualidade de Vida**, ano 4, n. 33, fevereiro de 2002. Parte integrante do trabalho “Caracterização do Mercado de Suco de Fruta Brasileiro”, apoiado pelo PIBIC/CNPq.

Disponível em: <http://www.cepea.esalq.usp.br/zip/quali33.pdf> Acesso em 15/10/2003.

SANRISIL. Disponível em: <http://www.sanrisil.com.br/prodtamarindo.htm> Acesso em 10/10/2003.

SEAGRI. Cultura do Tamarindo. Secretaria de Agricultura, Irrigação e Reforma Agrária. Disponível em: <http://www.bahia.ba.gov.br/seagri/Tamarindo.htm> Acesso em 10/10/2003.

SHANKARACHARYA, N. B. Tamarind – Chemistry, Technology and Uses – A Critical Appraisal. **Journal of Food Science Technology**, v.35, n.3, p. 193-208, 1998.

TONG, P. S., BARBANO, D. M., RUDAN, M. A. Characterization of proteinaceous membrane foulants and flux decline during the early stages of whole milk ultrafiltration. **Journal of Dairy Science**, v. 71, n.3, p. 604-612, 1988.

USDA (United States Department of Agriculture) **National Nutrient Databases for Standard Reference**, Release 16 (July 2003). Disponível em <http://www.nal.usda.gov> Acesso em 10/10/2003.

USHIKUBO, F. Y.; VIOTTO, L. A. **Efeito do tratamento enzimático, da velocidade tangencial e da pressão transmembrana na microfiltração da polpa diluída de umbu (*Spondias tuberosa* Arr. Cam.)**. Dissertação de mestrado – Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos. Campinas, 2006.

VAILLANT, P. M.; MILLAN, P.; O'BRIEN, G.; DORNIER, M.; DECLOUX, M. & REYNES, M. Crossflow microfiltration of passion fruit after partial enzymatic liquefaction. **Journal of Food Engineering**, v. 42, p. 215-224, 1999.

VARNAM, A. H. & SUTHERLAND, J. P. Fruit Juices. In: **Beverages – Technology, Chemistry and Microbiology**, Chapman & Hall. Cap.2, p.26-27, 1994.

VLADISAVLJEVIĆ, G. T.; VUKOSAVLJEVIĆ, P. & BUKVIĆ, B. Permeate flux and fouling resistance in ultrafiltration of depectinized apple juice using ceramic membranes. **Journal of Food Engineering**, v. 60, p. 241-247, 2003.

VEENEMAN, M. More than juice – segmentation brings new opportunities for the fruit-juice industry. **Fruit Processing**, v.6, p. 205-208, 1999.

YU, Z. R.; CHIANG, B. H. & HWANG, L. S. Retention of passion fruit compounds by ultrafiltration. **Journal Food Science**, v. 51, n. 3, p. 841-44, 1986.

9. ANEXOS

9.1. Curva de fluxo de permeado

Os fluxos de permeado foram calculados de duas maneiras: o fluxo acumulado, utilizando a massa acumulada (m_{pe}) pelo tempo total (t); e o fluxo pontual, utilizando a diferença de massa Δm obtida em um intervalo de tempo Δt . As curvas comparativas de fluxo acumulado e de fluxo pontual de cada experimento estão expostas nos gráficos a seguir. Nas análises de: comportamento da curva de fluxo; cálculo de resistências; e ajuste ao modelo matemático, foram usados fluxos acumulados, pois estes apresentam variação mais uniforme.

9.1.1. Dados experimentais de E.1

Tabela 9.1. Parâmetros operacionais utilizados em E.1, massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}).

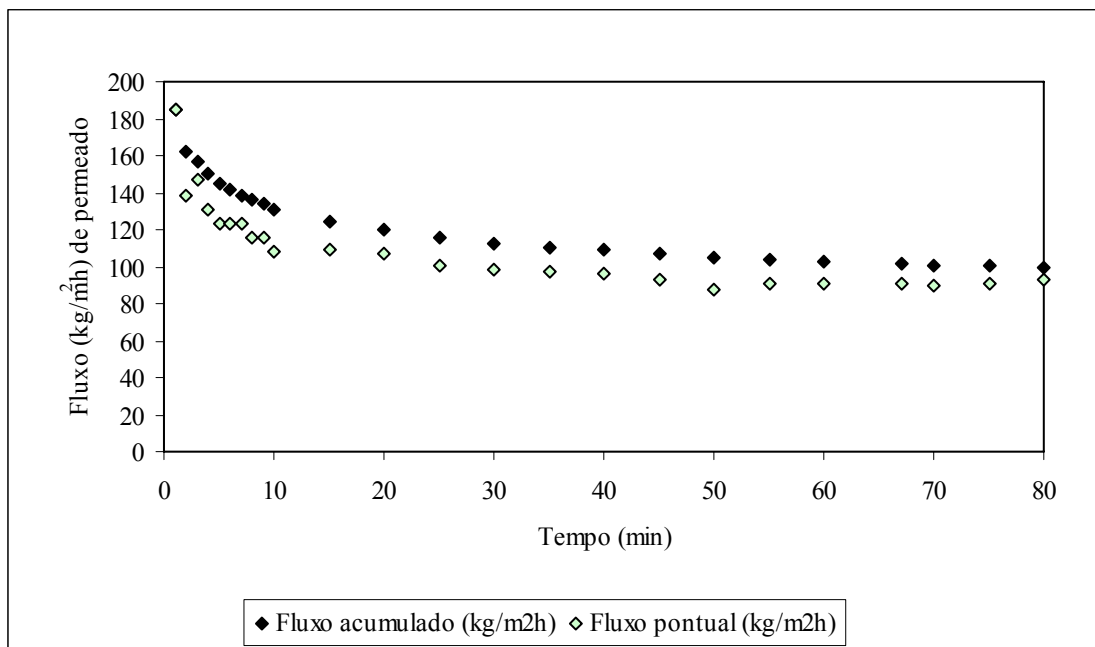
m_{AL} (kg)	m_{PE} (kg)	m_{RE} (kg)	v (m/s)	P_{TM} (bar)	[E] (ppm)
10,35	5,175	5,175	4	0,5	0

Tabela 9.2. Dados obtidos durante o experimento E.1, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).

t (min)	m_{pe} (kg)	Δm (kg)	T (°C)	P_E (bar)	P_S (bar)	P_{TM} (bar)	Vazão (m ³ /h)	v (m/s)	J_a (kg/m ² h)	J_p (kg/m ² h)	F_c
1	0,120	0,120							185,20	185,20	1,01
2	0,210	0,090							162,05	138,90	1,02
3	0,305	0,095							156,90	146,62	1,03
4	0,390	0,085							150,47	131,18	1,04
5	0,470	0,080							145,07	123,47	1,05
6	0,550	0,080	38,0	0,90	0,10	0,50	1,02	4,0	141,47	123,47	1,06
7	0,630	0,080							138,90	123,47	1,06
8	0,705	0,075							136,01	115,75	1,07
9	0,780	0,075							133,75	115,75	1,08
10	0,850	0,070	36,0	0,85	0,20	0,53	0,98	3,8	131,18	108,03	1,09
15	1,205	0,355							123,98	109,58	1,13
20	1,550	0,345	37,0				1	3,9	119,61	106,49	1,18
25	1,875	0,325	34,0	0,90	0,15	0,53			115,75	100,32	1,22
30	2,195	0,320	34,0	0,90	0,20	0,55	1,04	4,1	112,92	98,77	1,27
35	2,510	0,315	34,0	0,95	0,20	0,58	0,99	3,9	110,68	97,23	1,32

40	2,820	0,310	34,0				1,07	4,2	108,80	95,69	1,37
45	3,120	0,300	34,0	0,90	0,10	0,50	1,05	4,1	107,00	92,60	1,43
50	3,405	0,285	34,0	0,90	0,10	0,50	1,06	4,1	105,10	87,97	1,49
55	3,700	0,295	34,0	0,85	0,15	0,50	1,04	4,1	103,82	91,06	1,56
60	3,995	0,295							102,76	91,06	1,63
67	4,405	0,410							101,47	90,39	1,74
70	4,580	0,175	34,5	0,90	0,20	0,55	1,03	4,0	100,98	90,03	1,79
75	4,875	0,295	34,5	0,90	0,20	0,55	1,03	4,0	100,32	91,06	1,89
80	5,175	0,300							99,83	92,60	2

Figura 9.1. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.1.



9.1.2. Dados experimentais de E.2

Tabela 9.3. Parâmetros operacionais utilizados em E.2, massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}).

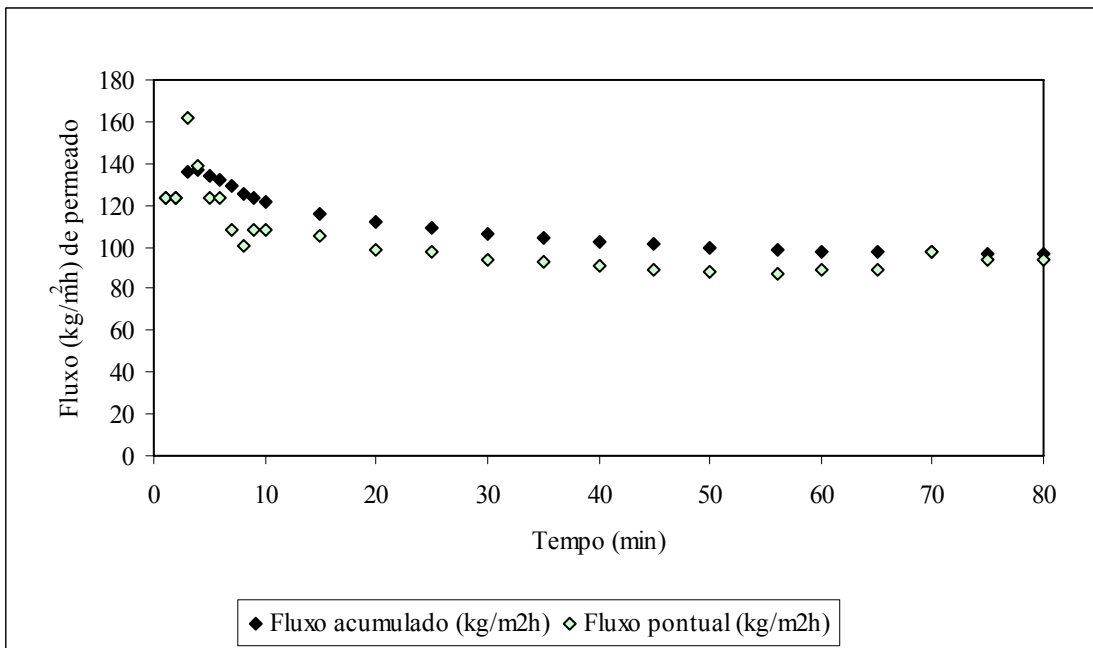
m_{AL} (kg)	m_{PE} (kg)	m_{RE} (kg)	v (m/s)	P_{TM} (bar)	$[E]$ (ppm)
10,5	5,25	5,25	4	0,5	0

Tabela 9.4. Dados obtidos durante o experimento E.2, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).

t (min)	m_{pe} (kg)	Δm (kg)	T (°C)	P_E (bar)	P_S (bar)	P_{TM} (bar)	Vazão (m³/h)	v (m/s)	J_a (kg/m²h)	J_p (kg/m²h)	F_c
1	0,080	0,080							123,47	123,47	1,01

2	0,160	0,080								123,47	123,47	1,02
3	0,265	0,105								136,33	162,05	1,03
4	0,355	0,090								136,97	138,90	1,03
5	0,435	0,080	34,0	0,85	0,1	0,48	1,03	4,0		134,27	123,47	1,04
6	0,515	0,080								132,47	123,47	1,05
7	0,585	0,070								128,98	108,03	1,06
8	0,650	0,065								125,39	100,32	1,07
9	0,720	0,070								123,47	108,03	1,07
10	0,790	0,070	34,0	0,85	0,15	0,50	1,01	3,9		121,92	108,03	1,08
15	1,130	0,340								116,26	104,95	1,12
20	1,450	0,320		0,85	0,2	0,53	1	3,9		111,89	98,77	1,16
25	1,765	0,315	34,0	0,85	0,15	0,50	1,01	3,9		108,96	97,23	1,20
30	2,070	0,305	34,0	0,85	0,2	0,53	1,01	3,9		106,49	94,14	1,25
35	2,370	0,300								104,50	92,60	1,29
40	2,665	0,295								102,82	91,06	1,34
45	2,955	0,290		0,85	0,15	0,50	1,03	4,0		101,34	89,51	1,39
50	3,240	0,285								100,01	87,97	1,45
56	3,580	0,340								98,66	87,45	1,52
60	3,810	0,230								98,00	88,74	1,57
65	4,100	0,290	35,5	0,85	0,15	0,50	1	3,9		97,35	89,51	1,64
70	4,415	0,315	36,0	0,95	0,2	0,58	1,04	4,1		97,34	97,23	1,73
75	4,720	0,305	36,5	0,85	0,2	0,53	1,01	3,9		97,13	94,14	1,82
80	5,025	0,305	36,0	0,85	0,15	0,50	1,04	4,1		96,94	94,14	1,92
83,8	5,250	0,225								96,75	92,60	2

Figura 9.2. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.2.



9.1.3. Dados experimentais de E.3

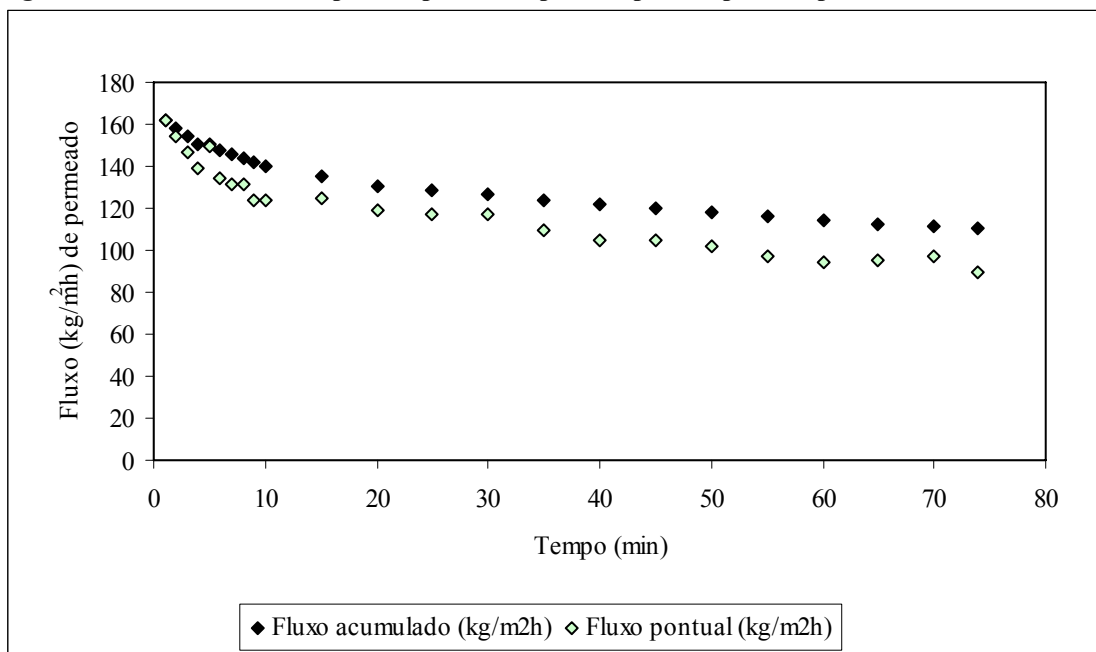
Tabela 9.5. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}), e parâmetros operacionais utilizados em E.3.

m_{AL} (kg)	m_{PE} (kg)	m_{RE} (kg)	v (m/s)	P_{TM} (bar)	[E] (ppm)
10,59	5,295	5,295	6	1,1	0

Tabela 9.6. Dados obtidos durante o experimento E.3, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).

t (min)	m_{pe} (kg)	Δm (kg)	T (°C)	P_E (bar)	P_S (bar)	P_{TM} (bar)	Vazão (m ³ /h)	v (m/s)	J_a (kg/m ² h)	J_p (kg/m ² h)	F_c
1	0,105	0,105							162,05	162,05	1,01
2	0,205	0,100							158,19	154,33	1,02
3	0,300	0,095							154,33	146,62	1,03
4	0,390	0,090							150,47	138,90	1,04
5,08	0,495	0,105							150,28	149,58	1,05
6	0,575	0,080							147,90	134,69	1,06
7	0,660	0,085	34,0	1,65	0,55	1,10	1,54	6,0	145,51	131,18	1,07
8	0,745	0,085							143,72	131,18	1,08
9	0,825	0,080							141,47	123,47	1,08
10	0,905	0,080							139,67	123,47	1,09
15	1,310	0,405	34,0	1,60	0,55	1,08	1,51	5,9	134,78	125,01	1,14
20	1,695	0,385							130,80	118,84	1,19
25	2,075	0,380	35,0	1,60	0,5	1,05	1,49	5,8	128,10	117,29	1,24
30	2,455	0,380							126,30	117,29	1,30
35	2,810	0,355	34,5	1,65	0,55	1,10	1,53	6,0	123,91	109,58	1,36
40	3,150	0,340							121,54	104,95	1,42
45	3,490	0,340							119,69	104,95	1,49
50	3,820	0,330	34,5	1,60	0,55	1,08	1,53	6,0	117,91	101,86	1,56
55	4,135	0,315							116,03	97,23	1,64
60	4,440	0,305	35,0	1,65	0,55	1,10	1,53	6,0	114,21	94,14	1,72
65	4,750	0,310	35,0	1,70	0,7	1,20	1,49	5,8	112,78	95,69	1,81
70	5,065	0,315	35,0	1,65	0,55	1,10	1,57	6,1	111,67	97,23	1,92
74	5,295	0,230							110,51	89,86	2

Figura 9.3. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.3.



9.1.4. Dados experimentais de E.4

Tabela 9.7. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}), e parâmetros operacionais utilizados em E.4.

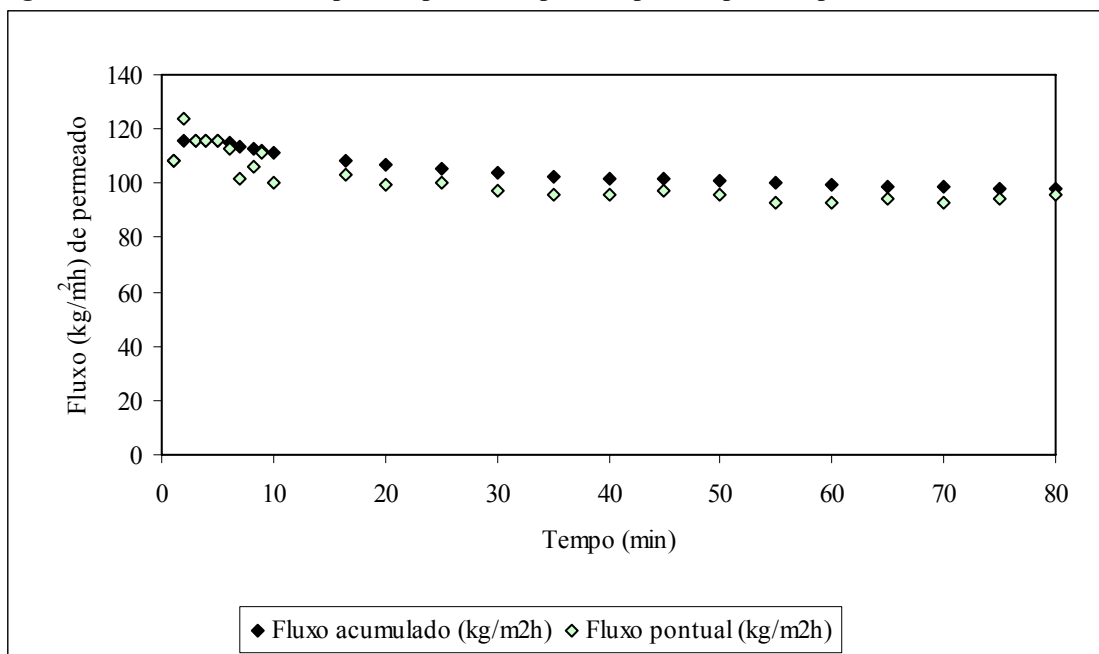
m_{AL} (kg)	m_{PE} (kg)	m_{RE} (kg)	v (m/s)	P_{TM} (bar)	[E] (ppm)
10,50	5,250	5,250	4	1,1	0

Tabela 9.8. Dados obtidos durante o experimento E.4, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).

t (min)	m_{pe} (kg)	Δm (kg)	T (°C)	P_E (bar)	P_S (bar)	P_{TM} (bar)	Vazão (m³/h)	v (m/s)	J_a (kg/m²h)	J_p (kg/m²h)	F_c
1	0,070	0,070							108,03	108,03	1,01
2	0,150	0,080							115,75	123,47	1,01
3	0,225	0,075							115,75	115,75	1,02
4	0,300	0,075	34,0	1,50	0,7	1,10	1,06	4,1	115,75	115,75	1,03
5	0,375	0,075							115,75	115,75	1,04
6,17	0,460	0,085							115,12	112,44	1,05
7	0,515	0,055		1,50	0,7	1,10	1,05	4,1	113,54	101,86	1,05
8,17	0,595	0,080							112,44	105,83	1,06
9	0,655	0,060		1,45	0,65	1,05			112,32	111,12	1,07
10	0,720	0,065		1,55	0,65	1,10	0,9	3,5	111,12	100,32	1,07
16,5	1,155	0,435		1,55	0,75	1,15	1,035	4,0	108,03	103,28	1,12

20	1,380	0,225	34,0	1,50	0,7	1,10	1	3,9	106,49	99,21	1,15
25	1,705	0,325	34,5	1,50	0,7	1,10	0,985	3,8	105,25	100,32	1,19
30	2,020	0,315	34,5	1,55	0,75	1,15	0,985	3,8	103,92	97,23	1,24
35	2,330	0,310	34,5	1,50	0,7	1,10	1,01	3,9	102,74	95,69	1,29
40	2,640	0,310	35,0	1,50	0,7	1,10	1,03	4,0	101,86	95,69	1,34
45	2,955	0,315							101,34	97,23	1,39
50	3,265	0,310							100,78	95,69	1,45
55	3,565	0,300							100,04	92,60	1,51
60	3,865	0,300							99,42	92,60	1,58
65	4,170	0,305							99,01	94,14	1,66
70	4,470	0,300							98,55	92,60	1,74
75	4,775	0,305							98,26	94,14	1,83
80	5,085	0,310							98,10	95,69	1,94
82,7	5,25	0,165							97,97	94,31	2

Figura 9.4. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.4.



9.1.5. Dados experimentais de E.5

Tabela 9.9. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}), e parâmetros operacionais utilizados em E.5.

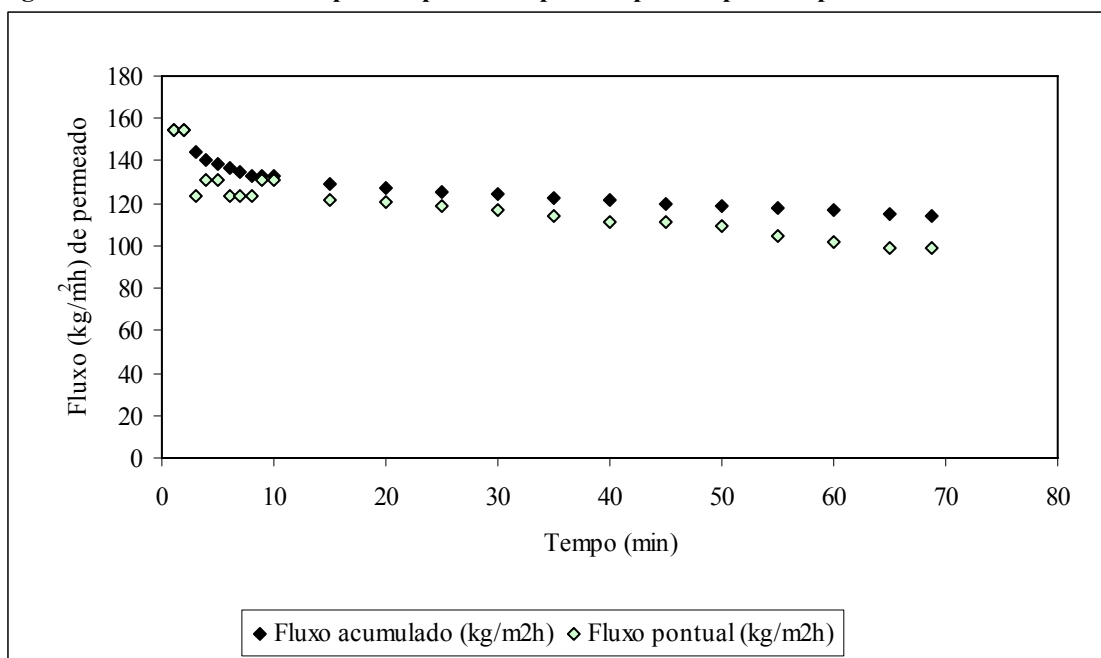
m_{AL} (kg)	m_{PE} (kg)	m_{RE} (kg)	v (m/s)	P_{TM} (bar)	$[E]$ (ppm)
10,18	5,09	5,09	4	1,1	100

Tabela 9.10. Dados obtidos durante o experimento E.5, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado

(Ja), fluxo pontual (Jp) e fator de concentração (Fc).

t (min)	m _{pe} (kg)	Δm (kg)	T (°C)	P _E (bar)	P _S (bar)	P _{TM} (bar)	Vazão (m ³ /h)	v (m/s)	J _a (kg/m ² h)	J _p (kg/m ² h)	Fc
1	0,100	0,100							154,33	154,33	1,01
2	0,200	0,100							154,33	154,33	1,02
3	0,280	0,080							144,04	123,47	1,03
4	0,365	0,085							140,83	131,18	1,04
5	0,450	0,085	33,0	1,45	0,65	1,05	1,065	4,2	138,90	131,18	1,05
6	0,530	0,080							136,33	123,47	1,05
7	0,610	0,080							134,49	123,47	1,06
8	0,690	0,080	33,0	1,55	0,70	1,13	1,06	4,1	133,11	123,47	1,07
9	0,775	0,085							132,90	131,18	1,08
10	0,860	0,085	34,0	1,50	0,70	1,10	1,05	4,1	132,73	131,18	1,09
15	1,255	0,395	34,5	1,50	0,70	1,10	1,07	4,2	129,12	121,92	1,14
20	1,645	0,390	35,0	1,50	0,70	1,10	1,1	4,3	126,94	120,38	1,19
25	2,030	0,385	35,0	1,50	0,70	1,10	1,03	4,0	125,32	118,84	1,25
30	2,410	0,380	35,0	1,50	0,80	1,15	1	3,9	123,98	117,29	1,31
35	2,780	0,370	35,0	1,45	0,75	1,10	1,04	4,1	122,58	114,21	1,38
40	3,140	0,360	35,5	1,45	0,75	1,10	1	3,9	121,15	111,12	1,45
45	3,500	0,360	36,0	1,45	0,70	1,08	1,04	4,1	120,04	111,12	1,52
50	3,855	0,355	36,0	1,50	0,80	1,15	0,98	3,8	118,99	109,58	1,61
55	4,195	0,340	35,5	1,50	0,75	1,13	1,01	3,9	117,71	104,95	1,70
60	4,525	0,330	35,0	1,50	0,75	1,13	1,02	4,0	116,39	101,86	1,80
65	4,845	0,320							115,04	98,77	1,91
68,83	5,090	0,245							114,12	98,64	2

Figura 9.5. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.5.



9.1.6. Dados experimentais de E.6.

Tabela 9.11. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}), e parâmetros operacionais utilizados em E.6.

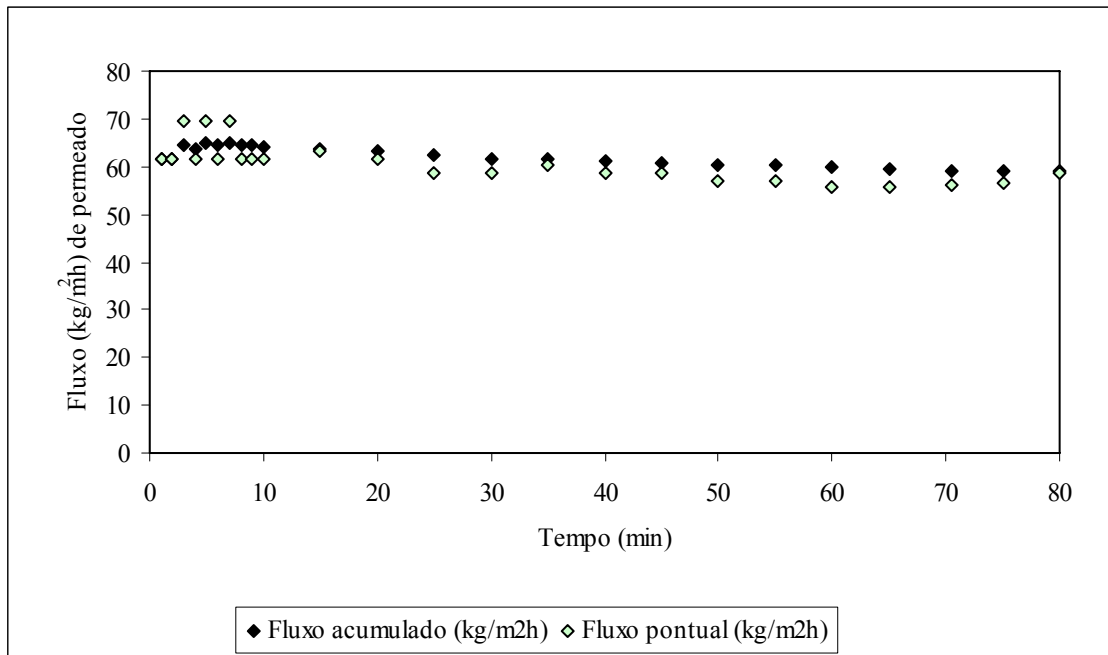
m_{AL} (kg)	m_{PE} (kg)	m_{RE} (kg)	v (m/s)	P_{TM} (bar)	[E] (ppm)
10,40	5,20	5,20	6	0,5	100

Tabela 9.12. Dados obtidos durante o experimento E.6, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).

t (min)	m_{pe} (kg)	Δm (kg)	T (°C)	P_E (bar)	P_S (bar)	P_{TM} (bar)	Vazão (m³/h)	v (m/s)	J_a (kg/m²h)	J_p (kg/m²h)	F_c
1	0,040	0,040							61,73	61,73	1,00
2	0,080	0,040							61,73	61,73	1,01
3	0,125	0,045							64,31	69,45	1,01
4	0,165	0,040							63,66	61,73	1,02
5	0,210	0,045							64,82	69,45	1,02
6	0,250	0,040	33,0	1,05		0,53	1,58	6,2	64,31	61,73	1,02
7	0,295	0,045							65,04	69,45	1,03
8	0,335	0,040							64,63	61,73	1,03
9	0,375	0,040							64,31	61,73	1,04
10	0,415	0,040	33,5	1,05		0,53	1,56	6,1	64,05	61,73	1,04
15	0,620	0,205	34,0	1,00		0,50	1,55	6,0	63,79	63,28	1,06
20	0,820	0,200	34,0	1,00		0,50	1,55	6,0	63,28	61,73	1,09
25	1,010	0,190	34,0	1,00		0,50	1,52	5,9	62,35	58,65	1,11
30	1,200	0,190	34,0	0,95		0,48	1,51	5,9	61,73	58,65	1,13
35	1,395	0,195	34,5	1,00		0,50	1,57	6,1	61,51	60,19	1,15
40	1,585	0,190	34,5	1,00		0,50	1,55	6,0	61,15	58,65	1,18
45	1,775	0,190							60,88	58,65	1,21
50	1,960	0,185	34,5	1,00		0,50	1,55	6,0	60,50	57,10	1,23
55	2,145	0,185							60,19	57,10	1,26
60	2,325	0,180	34,5	1,00		0,50	1,53	6,0	59,80	55,56	1,29
65	2,505	0,180							59,48	55,56	1,32
70,5	2,705	0,200	35,0	1,00		0,50	1,56	6,1	59,22	56,12	1,35
75	2,870	0,165							59,06	56,59	1,38
80	3,060	0,190	35,0	1,00		0,50	1,54	6,0	59,03	58,65	1,42
85	3,240	0,180							58,83	55,56	1,45
90	3,415	0,175							58,56	54,02	1,49
95	3,600	0,185							58,48	57,10	1,53
100	3,785	0,185							58,41	57,10	1,57
105	3,975	0,190							58,43	58,65	1,62
110	4,150	0,175							58,23	54,02	1,66
115	4,330	0,180							58,11	55,56	1,71
120	4,510	0,180							58,00	55,56	1,77
125	4,685	0,175							57,84	54,02	1,82
130	4,860	0,175							57,70	54,02	1,88

135	5,035	0,175	57,56	54,02	1,94
140	5,200	0,165	57,32	50,93	2

Figura 9.6. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.6.



9.1.7. Dados experimentais de E.7.

Tabela 9.13. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}), e parâmetros operacionais utilizados em E.7.

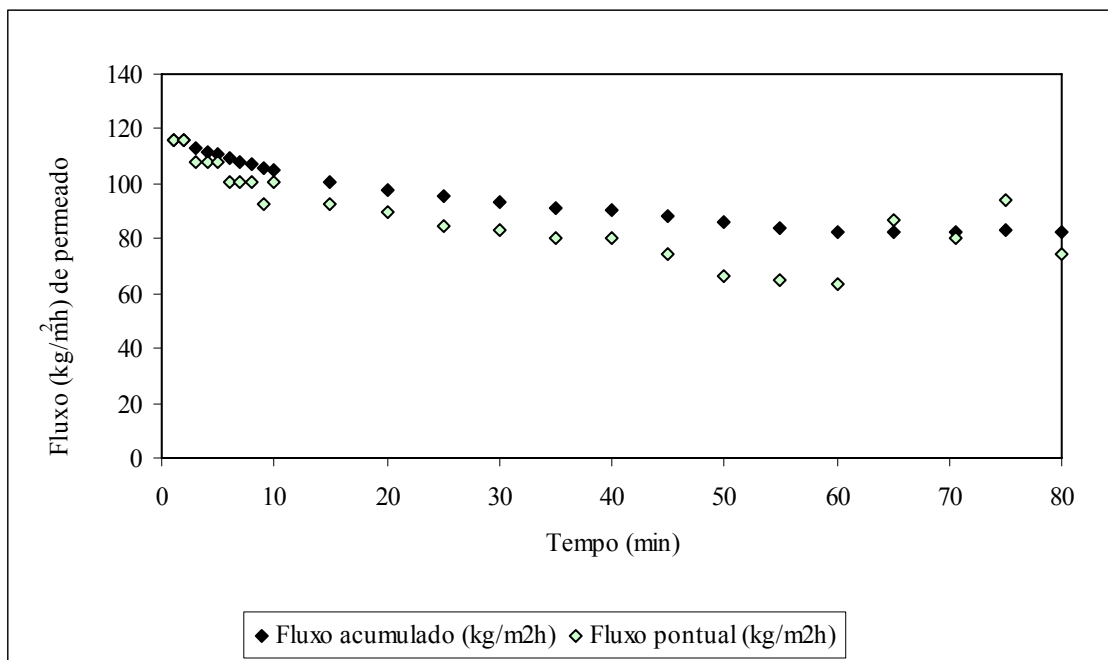
m_{AL} (kg)	m_{PE} (kg)	m_{RE} (kg)	v (m/s)	P_{TM} (bar)	$[E]$ (ppm)
10,34	5,17	5,17	6	0,5	0

Tabela 9.14. Dados obtidos durante o experimento E.7, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).

t (min)	m_{pe} (kg)	Δm (kg)	T (°C)	P_E (bar)	P_S (bar)	P_{TM} (bar)	Vazão (m³/h)	V (m/s)	J_a (kg/m²h)	J_p (kg/m²h)	F_c
1	0,075	0,075	34,0	1,00		0,50	1,52	5,9	115,75	115,75	1,01
2	0,150	0,075							115,75	115,75	1,01
3	0,220	0,070							113,18	108,03	1,02
4	0,290	0,070		1,00		0,50			111,89	108,03	1,03
5	0,360	0,070							111,12	108,03	1,04
6	0,425	0,065	34,0	1,00		0,50	1,51	5,9	109,32	100,32	1,04
7	0,490	0,065							108,03	100,32	1,05
8	0,555	0,065							107,07	100,32	1,06

9	0,615	0,060							105,46	92,60	1,06
10	0,680	0,065	34,0	1,00		0,50	1,53	6,0	104,95	100,32	1,07
15	0,980	0,300							100,83	92,60	1,10
20	1,270	0,290							98,00	89,51	1,14
25	1,545	0,275	34,0	1,00		0,50	1,55	6,0	95,38	84,88	1,18
30	1,815	0,270							93,37	83,34	1,21
35	2,075	0,260							91,50	80,25	1,25
40	2,335	0,260							90,09	80,25	1,29
45	2,575	0,240	34,0	1,00		0,50	1,6	6,2	88,31	74,08	1,33
50	2,790	0,215	34,0	0,90		0,45	1,72	6,7	86,12	66,36	1,37
55	3,000	0,210							84,18	64,82	1,41
60	3,205	0,205	34,0	0,80		0,40	1,69	6,6	82,44	63,28	1,45
65	3,485	0,280	34,5	1,10		0,55	1,53	6,0	82,75	86,43	1,51
70,5	3,770	0,285							82,53	79,97	1,57
75	4,045	0,275							83,24	94,31	1,64
80	4,285	0,240	34,5	1,00		0,50	1,2	4,7	82,66	74,08	1,71
85	4,515	0,230	35,0	1,00		0,50	1,57	6,1	81,98	70,99	1,78
90	4,725	0,210							81,02	64,82	1,84
95	4,940	0,215	35,0	1,00		0,50	1,58	6,2	80,25	66,36	1,91
100	5,150	0,210							79,48	64,82	1,99
101,8	5,170	0,020							78,40	52,46	2

Figura 9.7. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.7.



9.1.8. Dados experimentais de E.8

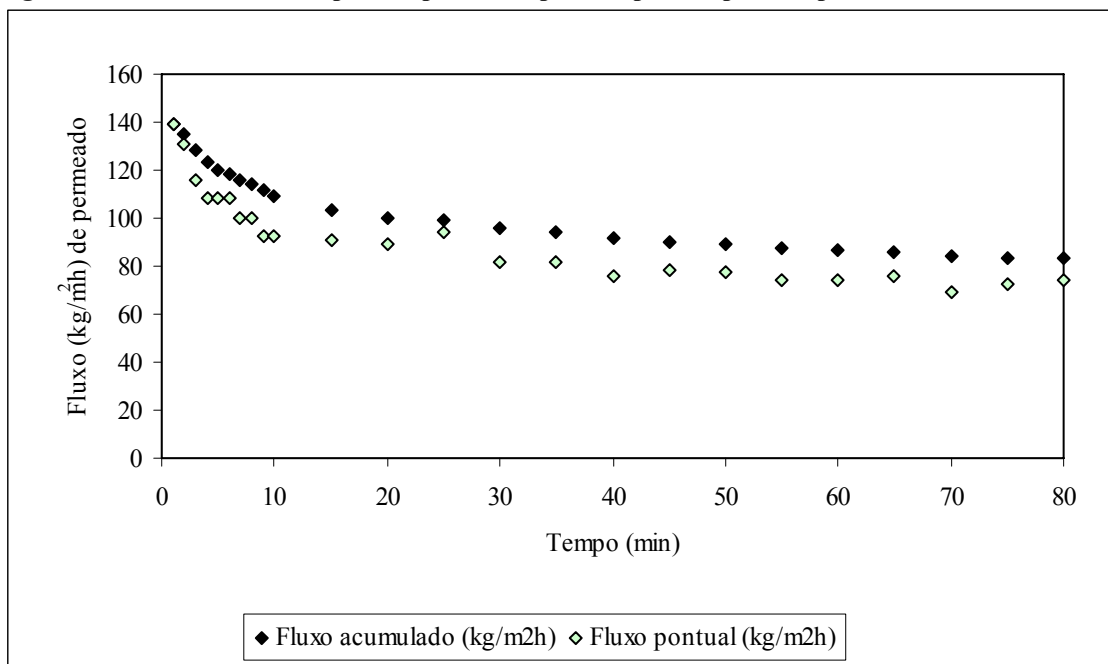
Tabela 9.15. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}), e parâmetros operacionais utilizados em E.8.

m_{AL} (kg)	m_{PE} (kg)	m_{RE} (kg)	v (m/s)	P_{TM} (bar)	[E] (ppm)
10,66	5,33	5,33	6	1,1	100

Tabela 9.16. Dados obtidos durante o experimento E.8, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).

t (min)	m_{pe} (kg)	Δm (kg)	T (°C)	P_E (bar)	P_S (bar)	P_{TM} (bar)	Vazão (m ³ /h)	v (m/s)	J_a (kg/m ² h)	J_p (kg/m ² h)	F_c
1	0,090	0,090	36,0				1,6	6,4	138,90	138,90	1,01
2	0,175	0,085					1,6	6,1	135,04	131,18	1,02
3	0,250	0,075					1,5	5,9	128,61	115,75	1,02
4	0,320	0,070	36,5	1,65	0,55	1,10	1,5	5,9	123,47	108,03	1,03
5	0,390	0,070							120,38	108,03	1,04
6	0,460	0,070							118,32	108,03	1,05
7	0,525	0,065							115,75	100,32	1,05
8	0,590	0,065							113,82	100,32	1,06
9	0,650	0,060	36,0	1,70	0,5	1,10	1,6	6,0	111,46	92,60	1,06
10	0,710	0,060							109,58	92,60	1,07
15	1,005	0,295	35,5	1,65	0,5	1,08	1,5	5,9	103,40	91,06	1,10
20	1,295	0,290							99,93	89,51	1,14
25	1,600	0,305	36,0	1,65	0,55	1,10	1,5	5,9	98,77	94,14	1,18
30	1,865	0,265	36,0	1,65	0,55	1,10	1,5	5,9	95,94	81,80	1,21
35	2,130	0,265	35,0	1,65	0,55	1,10	1,5	6,0	93,92	81,80	1,25
40	2,375	0,245							91,63	75,62	1,29
45	2,630	0,255	35,5	1,65	0,55	1,10	1,5	6,0	90,20	78,71	1,33
50	2,880	0,250	35,5	1,65	0,55	1,10	1,5	6,0	88,90	77,17	1,37
55	3,120	0,240	35,0	1,65	0,55	1,10	1,5	5,9	87,55	74,08	1,41
60	3,360	0,240	36,0	1,65	0,55	1,10	1,5	5,9	86,43	74,08	1,46
65	3,605	0,245	36,0	1,65	0,55	1,10	1,5	5,9	85,59	75,62	1,51
70	3,830	0,225	36,0	1,65	0,55	1,10	1,5	5,9	84,44	69,45	1,56
75	4,065	0,235	36,0	1,65	0,55	1,10	1,5	5,8	83,65	72,54	1,62
80	4,305	0,240	36,0	1,65	0,55	1,10	1,5	5,8	83,05	74,08	1,68
85	4,545	0,240	36,0	1,65	0,55	1,10	1,5	5,8	82,52	74,08	1,74
90	4,785	0,240	36,0	1,65	0,55	1,10	1,5	5,9	82,05	74,08	1,81
95	5,025	0,240	36,0	1,70	0,65	1,18	1,5	6,0	81,63	74,08	1,89
100	5,260	0,235	36,0	1,65	0,55	1,10	1,5	6,0	81,18	72,54	1,97
101,5	5,330	0,070							81,03	72,23	2

Figura 9.8. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.8.



9.1.9. Dados experimentais de E.9.

Tabela 9.17. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}), e parâmetros operacionais utilizados em E.9.

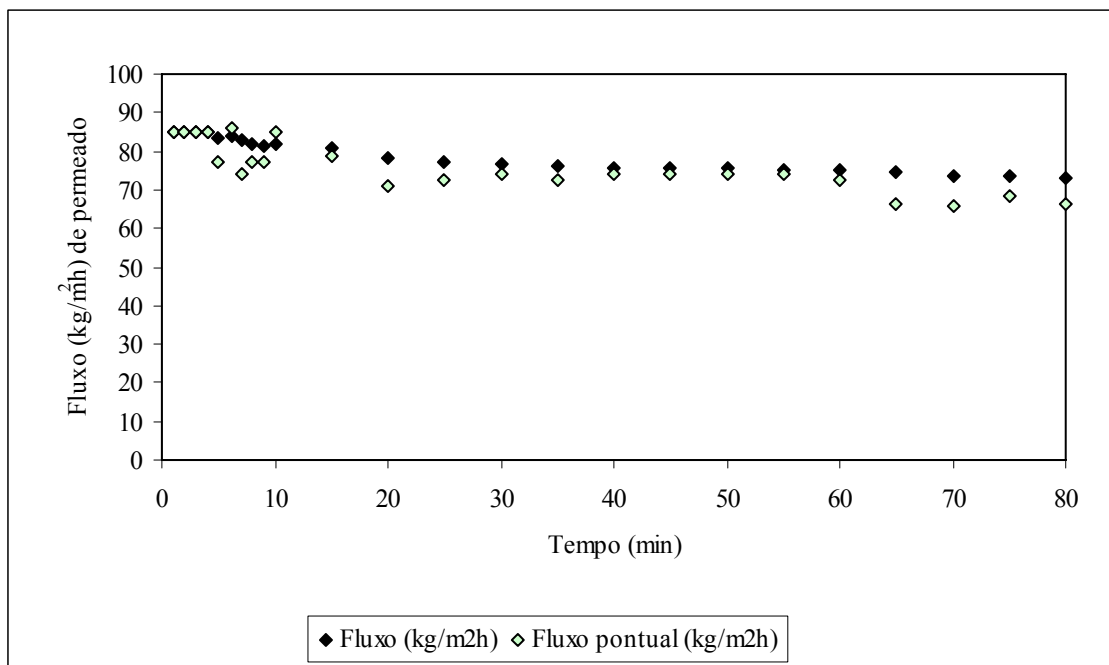
m_{AL} (kg)	m_{PE} (kg)	m_{RE} (kg)	v (m/s)	P_{TM} (bar)	[E] (ppm)
10,06	5,03	5,03	46	0,5	100

Tabela 9.18. Dados obtidos durante o experimento E.9, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).

t (min)	m_{pe} (kg)	Δm (kg)	T (°C)	P_E (bar)	P_S (bar)	P_{TM} (bar)	Vazão (m³/h)	v (m/s)	J_a (kg/m²h)	J_p (kg/m²h)	F_c
1	0,055	0,055	35,0	0,80	0,2	0,5			84,88	84,88	1,01
2	0,110	0,055							84,88	84,88	1,01
3	0,165	0,055	35,0	0,80	0,2	0,5	1,02	4,0	84,88	84,88	1,02
4	0,220	0,055		0,80	0,2	0,5			84,88	84,88	1,02
5	0,270	0,050	34,0	0,80	0,2	0,5	1,01	3,9	83,34	77,17	1,03
6,2	0,335	0,065		0,80	0,2	0,5			83,84	85,99	1,03
7	0,375	0,040	34,5	0,80	0,2	0,5	1,01	3,9	82,68	74,08	1,04
8	0,425	0,050							81,99	77,17	1,04
9	0,475	0,050							81,45	77,17	1,05
10	0,530	0,055	34,5	0,80	0,2	0,5			81,80	84,88	1,06
15	0,785	0,255	34,5	0,80	0,2	0,5	0,96	3,7	80,77	78,71	1,08

20	1,015	0,230					1,04	4,1	78,32	70,99	1,11
25	1,250	0,235	34,5	0,75	0,25	0,5	1,025	4,0	77,17	72,54	1,14
30	1,490	0,240	34,5	0,75	0,25	0,5	1,03	4,0	76,65	74,08	1,17
35	1,725	0,235	34,5	0,75	0,25	0,5	1,02	4,0	76,06	72,54	1,21
40	1,965	0,240	35,0	0,75	0,25	0,5	1	3,9	75,82	74,08	1,24
45	2,205	0,240	35,0	0,75	0,25	0,5	0,99	3,9	75,62	74,08	1,28
50	2,445	0,240							75,47	74,08	1,32
55	2,685	0,240	35,0	0,75	0,25	0,5	0,99	3,9	75,34	74,08	1,36
60	2,920	0,235	35,0	0,75	0,25	0,5	1,02	4,0	75,11	72,54	1,41
65	3,135	0,215	35,0	0,75	0,25	0,5	1,06	4,1	74,44	66,36	1,45
70,2	3,355	0,220	35,0	0,75	0,25	0,5	1,04	4,1	73,79	65,72	1,50
75	3,570	0,215	35,0	0,75	0,25	0,5	1,05	4,1	73,46	68,65	1,55
80	3,785	0,215	35,5	0,75	0,25	0,5	1,05	4,1	73,02	66,36	1,60
85	4,005	0,220	35,5	0,75	0,25	0,5			72,72	67,91	1,66
90	4,225	0,220	35,5	0,75	0,25	0,5	1,08	4,2	72,45	67,91	1,72
95	4,440	0,215	35,0	0,75	0,25	0,5	1,07	4,2	72,13	66,36	1,79
100	4,645	0,205	35,0	0,75	0,25	0,5	1,05	4,1	71,69	63,28	1,86
105	4,845	0,200	35,0	0,75	0,25	0,5	1,08	4,2	71,21	62,50	1,93
109,5	5,030	0,185							70,92	63,92	2

Figura 9.9. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.9.



9.1.10. Dados experimentais de E.10.

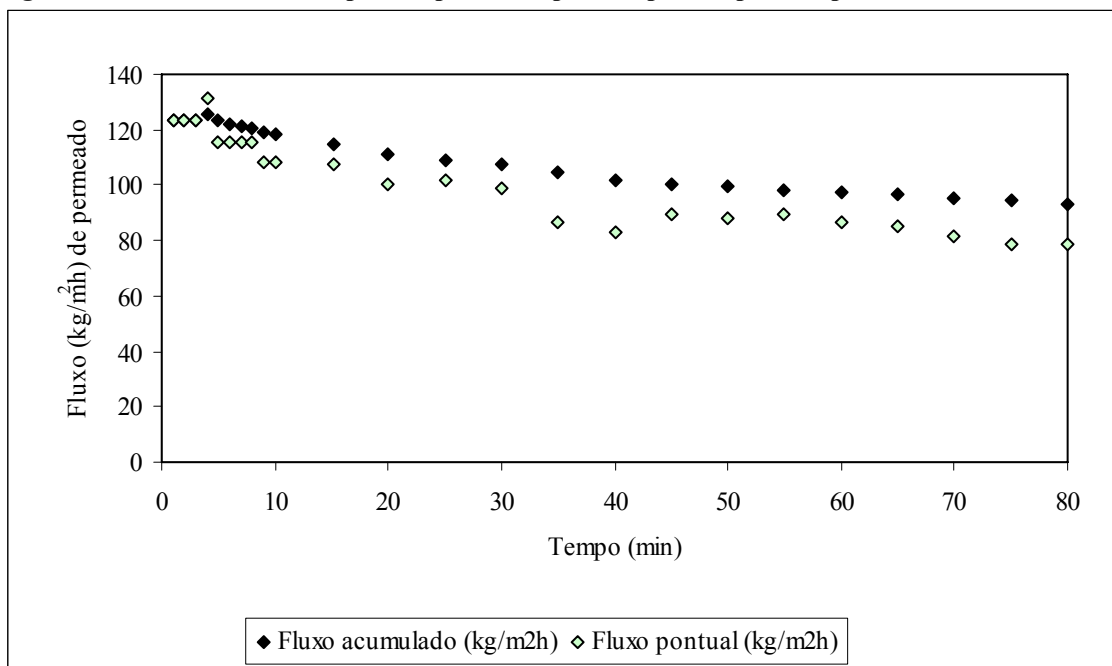
Tabela 9.19. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), e retentado (m_{RE}), e parâmetros operacionais utilizados em E.10.

m_{AL} (kg)	m_{PE} (kg)	m_{RE} (kg)	v (m/s)	P_{TM} (bar)	[E] (ppm)
10,58	5,29	5,29	6	0,5	100

Tabela 9.20. Dados obtidos durante o experimento E.10, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).

t (min)	m_{pe} (kg)	Δm (kg)	T (°C)	P_E (bar)	P_S (bar)	P_{TM} (bar)	Vazão (m ³ /h)	v (m/s)	J_a (kg/m ² h)	J_p (kg/m ² h)	F_c
1	0,080	0,080							123,47	123,47	1,01
2	0,160	0,080							123,47	123,47	1,02
3	0,240	0,080							123,47	123,47	1,02
4	0,325	0,085							125,39	131,18	1,03
5	0,400	0,075	35,0	1,00	0	0,50	1,55	6,0	123,47	115,75	1,04
6	0,475	0,075							122,18	115,75	1,05
7	0,550	0,075							121,26	115,75	1,05
8	0,625	0,075	35,0	1,00	0	0,50	1,54	6,0	120,57	115,75	1,06
9	0,695	0,070							119,18	108,03	1,07
10	0,765	0,070	35,0	1,00	0	0,50	1,54	6,0	118,06	108,03	1,08
15,2	1,125	0,360	35,0	1,00	0	0,50	1,54	6,0	114,48	107,53	1,12
20	1,440	0,315	35,0	1,00	0	0,50	1,54	6,0	111,12	100,58	1,16
25	1,770	0,330	35,0	1,00	0	0,50	1,55	6,0	109,27	101,86	1,20
30	2,090	0,320	35,0	1,00	0	0,50	1,52	5,9	107,52	98,77	1,25
35	2,370	0,280	35,0	1,00	0	0,50	1,54	6,0	104,50	86,43	1,29
40	2,640	0,270	35,0	0,95	0	0,48	1,54	6,0	101,86	83,34	1,33
45	2,930	0,290	35,0	1,00	0,05	0,53	1,53	6,0	100,49	89,51	1,38
50	3,215	0,285	35,0	0,95	0,05	0,50	1,55	6,0	99,24	87,97	1,44
55	3,505	0,290							98,35	89,51	1,50
60	3,785	0,280	35,5	1,00	0,05	0,53	1,565	6,1	97,36	86,43	1,56
65	4,060	0,275							96,40	84,88	1,62
70	4,325	0,265	34,5	0,95	0,05	0,50	1,567	6,1	95,36	81,80	1,69
75	4,580	0,255							94,25	78,71	1,76
80	4,835	0,255	34,5	0,95	0,05	0,50	1,545	6,0	93,27	78,71	1,84
85	5,085	0,250							92,33	77,17	1,93
89,2	5,290	0,205							91,56	75,93	2

Figura 9.10. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.10.



9.1.11. Dados experimentais de E.11.

Tabela 9.21. Massa inicial de alimentação (m_{AL}), massa final de permeado (m_{PE}), massa final de retentado (m_{RE}) e parâmetros operacionais utilizados em E.11.

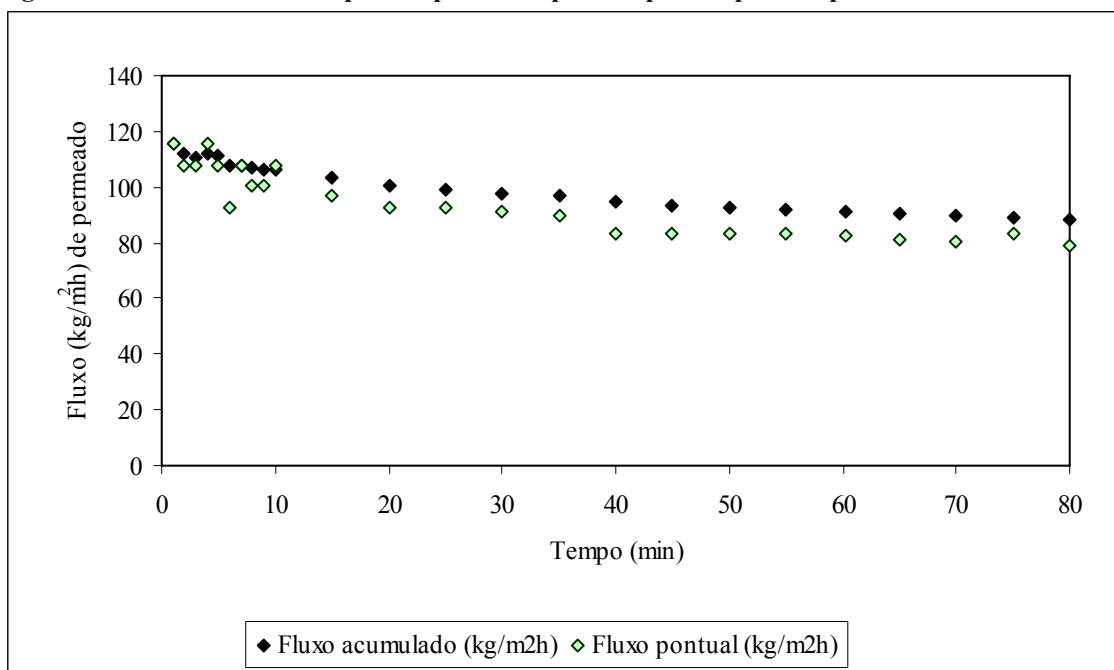
m_{AL} (kg)	m_{PE} (kg)	m_{RE} (kg)	v (m/s)	P_{TM} (bar)	[E] (ppm)
10,86	5,43	5,43	4	0,5	0

Tabela 9.22. Dados obtidos durante o experimento E.11, utilizados para o cálculo de fluxo acumulado (J_a), fluxo pontual (J_p) e fator de concentração (F_c).

t (min)	m_{pe} (kg)	Δm (kg)	T (°C)	P_E (bar)	P_S (bar)	P_{TM} (bar)	Vazão (m³/h)	v (m/s)	J_a (kg/m²h)	J_p (kg/m²h)	F_c
1	0,075	0,075							115,75	115,75	1,01
2	0,145	0,070							111,89	108,03	1,01
3	0,215	0,070	35,0	0,80	0,2	0,50	1,1	4,1	110,60	108,03	1,02
4	0,290	0,075							111,89	115,75	1,03
5	0,360	0,070							111,12	108,03	1,03
6	0,420	0,060							108,03	92,60	1,04
7	0,490	0,070							108,03	108,03	1,05
8	0,555	0,065							107,07	100,32	1,05
9	0,620	0,065							106,32	100,32	1,06
10	0,690	0,070	35,0	0,80	0,2	0,50	1,0	4,0	106,49	108,03	1,07

15	1,005	0,315	35,0	0,80	0,2	0,50	1,0	4,0	103,40	97,23	1,10
20	1,305	0,300	35,0	0,80	0,2	0,50	1,0	4,0	100,70	92,60	1,14
25	1,605	0,300	35,0	0,80	0,2	0,50	1,0	4,0	99,08	92,60	1,17
30	1,900	0,295	35,0	0,80	0,2	0,50	1,0	4,0	97,74	91,06	1,21
35	2,190	0,290	35,0	0,80	0,25	0,53	1,0	4,0	96,57	89,51	1,25
40	2,460	0,270	35,0	0,80	0,2	0,50	1,1	4,2	94,91	83,34	1,29
45	2,730	0,270	35,0	0,80	0,2	0,50	1,1	4,1	93,63	83,34	1,34
50	3,000	0,270							92,60	83,34	1,38
55	3,270	0,270	35,0	0,80	0,2	0,50	1,1	4,2	91,76	83,34	1,43
60,3	3,555	0,285							90,94	82,47	1,49
65	3,800	0,245	35,0	0,80	0,2	0,50	1,1	4,1	90,22	81,02	1,54
70	4,060	0,260							89,51	80,25	1,60
75	4,330	0,270							89,10	83,34	1,66
80	4,585	0,255	35,0	0,80	0,2	0,50	1,1	4,2	88,45	78,71	1,73
85	4,850	0,265	35,0	0,82	0,22	0,52	1,1	4,3	88,06	81,80	1,81
90	5,115	0,265	35,0	0,80	0,2	0,50	1,0	4,1	87,71	81,80	1,89
96,1	5,430	0,315							87,17	79,26	2

Figura 9.11. Fluxo acumulado por tempo e fluxo pontual por tempo do experimento E.11.



9.2. Cálculo das resistências

As resistências foram calculadas (equações no item 4.7.2) a partir de fluxos obtidos em diversas condições do experimento. O fluxo utilizado nos cálculos das resistências totais foi o fluxo pontual (kg/m²h). Dividindo-o pela densidade do permeado ρ_{pe} (kg/m³), obteve-se o fluxo em m/s.

A pressão transmembrana em bar foi convertida para N/m², multiplicando-a por 1,00017×10⁵. A viscosidade μ (cP) foi convertida para (kg/m·s) multiplicando-a por 0,001. Assim, temos:

$$\frac{P_{TM} (N / m^2)}{\mu(kg / m \cdot s) \cdot J(m / s)} = \frac{P_{TM} (kg / m \cdot s^2)}{\mu(kg / m \cdot s) \cdot J(m / s)} = R(m^{-1})$$

Os parâmetros operacionais utilizados em cada experimento, os valores de densidade, os fluxos pontuais, a viscosidade e as resistências obtidas estão apresentados nas Tabelas a seguir.

Tabela 9.23. Resistência total obtida através do modelo de resistências em série.

	[E] (ppm)	v (m/s)	P _{TM} (bar)	ρ_{pe} (kg/m ³)	J _p (kg/m ² h)	J _p (m/s)	μ_{pe} (cP)	R _T ·10 ⁻¹² (m ⁻¹)
1		4	0,5	1004,81	92,60	2,56E-05	1,4	1,40
2		4	0,5	1004,81	92,60	2,56E-05	1,4	1,40
3		6	1,1	1004,81	89,86	2,48E-05	1,4	3,16
4		4	1,1	1004,81	94,31	2,61E-05	1,4	3,01
5	100	4	1,1	1004,81	98,64	2,73E-05	1,4	2,88
6	100	6	0,5	1004,81	50,93	1,41E-05	1,4	2,54
7		6	0,5	1004,81	52,46	1,45E-05	1,4	2,46
8	100	6	1,1	1004,81	72,23	2,00E-05	1,4	3,94
9	100	4	0,5	1004,81	63,92	1,77E-05	1,4	2,02
10	100	6	0,5	1004,81	75,93	2,10E-05	1,4	1,70
11		4	0,5	1004,81	79,26	2,19E-05	1,4	1,63

Tabela 9.24. Resistência de membrana obtida através do modelo de resistências em série e considerando-a igual em todos os experimentos.

T (°C)	v (m/s)	P _{TM} (bar)	$\rho_{água}$ (kg/m ³)	J _w (kg/m ² h)	J _w (m/s)	$\mu_{água}$ (cP)	R _M ·10 ⁻¹¹ (m ⁻¹)
35	4	1,1	993,93	2420,10	6,76E-04	1,0	1,63

Tabela 9.25. Resistência de membrana obtida através do modelo de resistências em série e considerando sua variação nos experimentos.

	[E] (ppm)	v (m/s)	P _{TM} (bar)	ρ _{água} (kg/m ³)	J _w (kg/m ² h)	J _w (m/s)	μ _{água} (cP)	R _M ·10 ⁻¹¹ (m ⁻¹)
1		4	1,1	993,93	1196,07	3,34E-04	1,0	3,29
2		4	1,1	993,93	1666,79	4,66E-04	1,0	2,36
3		4	1,1	993,93	771,66	2,16E-04	1,0	5,10
4		4	1,1	993,93	2314,98	6,47E-04	1,0	1,70
5	100	4	1,1	993,93	779,38	2,18E-04	1,0	5,05
6	100	4	1,1	993,93	594,18	1,66E-04	1,0	6,63
7		4	1,1	993,93	493,86	1,38E-04	1,0	7,97
8	100	4	1,1	993,93	617,33	1,73E-04	1,0	6,38
9	100	4	1,1	993,93	694,49	1,94E-04	1,0	5,67
10	100	4	1,1	993,93	794,81	2,22E-04	1,0	4,95
11		4	1,1	993,93	1172,92	3,28E-04	1,0	3,36

Tabela 9.26. Resistência devido ao *fouling* obtida através do modelo de resistências em série, considerando R_M constante.

	[E] (ppm)	v (m/s)	P _{TM} (bar)	ρ _{água} (kg/m ³)	J _{wf} (kg/m ² h)	J _{wf} (m/s)	μ _{água} (cP)	R _F ·10 ⁻¹² (m ⁻¹)
1		4	0,5	993,92	162,05	4,53E-05	1,0	1,05
2		4	0,5	993,75	123,47	3,45E-05	1,0	1,29
3		6	1,1	993,92	131,18	3,67E-05	1,0	2,84
4		4	1,1	993,92	92,60	2,59E-05	1,0	4,09
5	100	4	1,1	994,27	138,90	3,88E-05	1,0	2,67
6	100	6	0,5	993,92	54,02	1,51E-05	1,0	3,15
7		6	0,5	993,92	61,73	1,73E-05	1,0	2,88
8	100	6	1,1	993,92	84,88	2,37E-05	1,0	4,48
9	100	4	0,5	993,92	100,32	2,80E-05	1,0	1,62
10	100	6	0,5	993,92	108,03	3,02E-05	1,0	1,49
11		4	0,5	993,92	131,18	3,67E-05	1,0	1,20

Tabela 9.27. Resistência devido à polarização da concentração e à camada gel polarizada obtida através do modelo de resistências em série e considerando R_M constante.

	[E] (ppm)	v (m/s)	P _{TM} (bar)	R _T	R _M	R _F	R _P
1		4	0,5	1,40E+12	1,63E+11	1,05E+12	1,81E+11
2		4	0,5	1,40E+12	1,63E+11	1,29E+12	-5,37E+10
3		6	1,1	3,16E+12	1,63E+11	2,84E+12	1,63E+11
4		4	1,1	3,01E+12	1,63E+11	4,09E+12	-1,24E+12
5	100	4	1,1	2,88E+12	1,63E+11	2,67E+12	4,67E+10
6	100	6	0,5	2,54E+12	1,63E+11	3,15E+12	-7,75E+11
7		6	0,5	2,46E+12	1,63E+11	2,88E+12	-5,80E+11
8	100	6	1,1	3,94E+12	1,63E+11	4,48E+12	-7,02E+11
9	100	4	0,5	2,02E+12	1,63E+11	1,62E+12	2,38E+11
10	100	6	0,5	1,70E+12	1,63E+11	1,49E+12	4,54E+10
11		4	0,5	1,63E+12	1,63E+11	1,20E+12	2,66E+11

Tabela 9.28. Resistências representadas em porcentagem em relação à resistência total e considerando R_M constante.

	[E] (ppm)	v (m/s)	P_{TM} (bar)	R_M (%)	R_F (%)	R_P (%)
1		4	0,5	11,7	75,4	13,0
2		4	0,5	11,7	92,2	-3,8
3		6	1,1	5,1	89,7	5,1
4		4	1,1	5,4	135,6	-41,0
5	100	4	1,1	5,6	92,7	1,6
6	100	6	0,5	6,4	124,2	-30,6
7		6	0,5	6,6	117,0	-23,6
8	100	6	1,1	4,1	113,7	-17,8
9	100	4	0,5	8,0	80,2	11,8
10	100	6	0,5	9,6	87,8	2,7
11		4	0,5	10,0	73,7	16,3

As resistências R_P foram consideradas iguais a zero, pois valores negativos não possuem significado físico. Assim, estes valores, em porcentagem, passaram a ser os seguintes:

Tabela 9.29. Resistências representadas em porcentagem em relação à resistência total e considerando R_M constante.

	[E] (ppm)	v (m/s)	P_{TM} (bar)	R_M (%)	R_F (%)	R_P (%)
1		4	0,5	11,7	75,4	13,0
2		4	0,5	11,7	88,3	0,0
3		6	1,1	5,1	89,7	5,1
4		4	1,1	5,4	94,6	0,0
5	100	4	1,1	5,6	92,7	1,6
6	100	6	0,5	6,4	93,6	0,0
7		6	0,5	6,6	93,4	0,0
8	100	6	1,1	4,1	95,9	0,0
9	100	4	0,5	8,0	80,2	11,8
10	100	6	0,5	9,6	87,8	2,7
11		4	0,5	10,0	73,7	16,3

9.3. Ajuste ao modelo matemático

Figura 9.12. Experimento 1. $v=4\text{m/s}$; $P=0,5\text{bar}$; sem enzima.

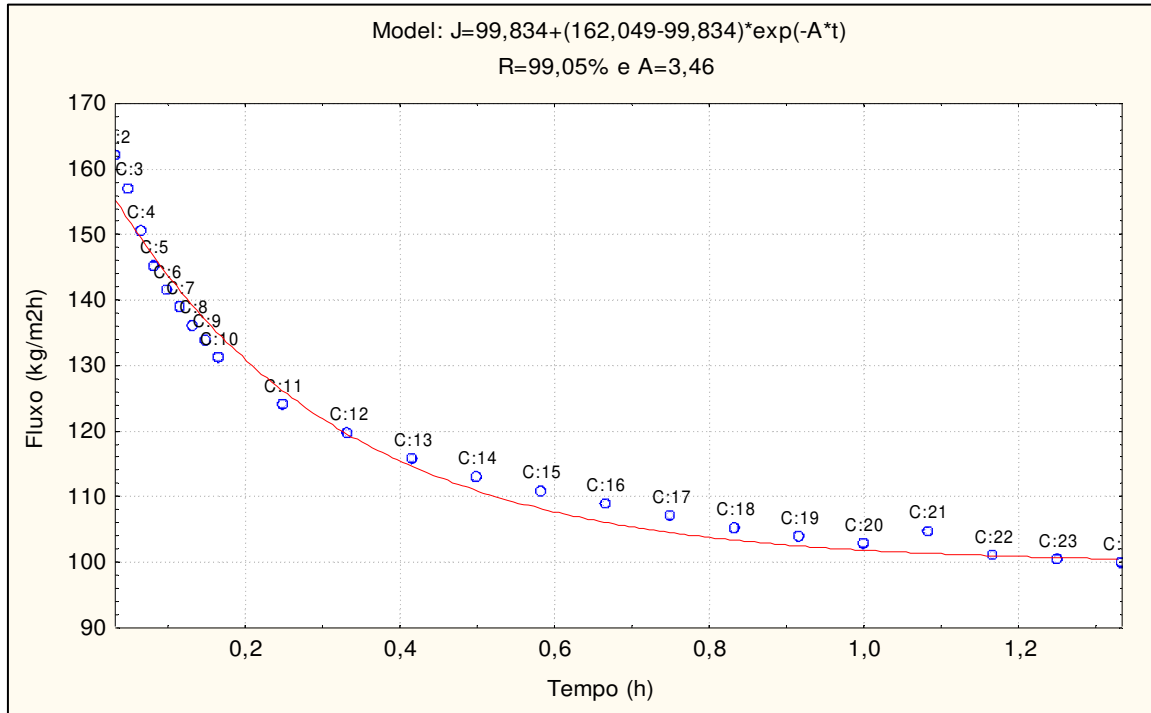


Figura 9.13. Experimento 2. $v=4\text{m/s}$; $P=0,5\text{bar}$; sem enzima.

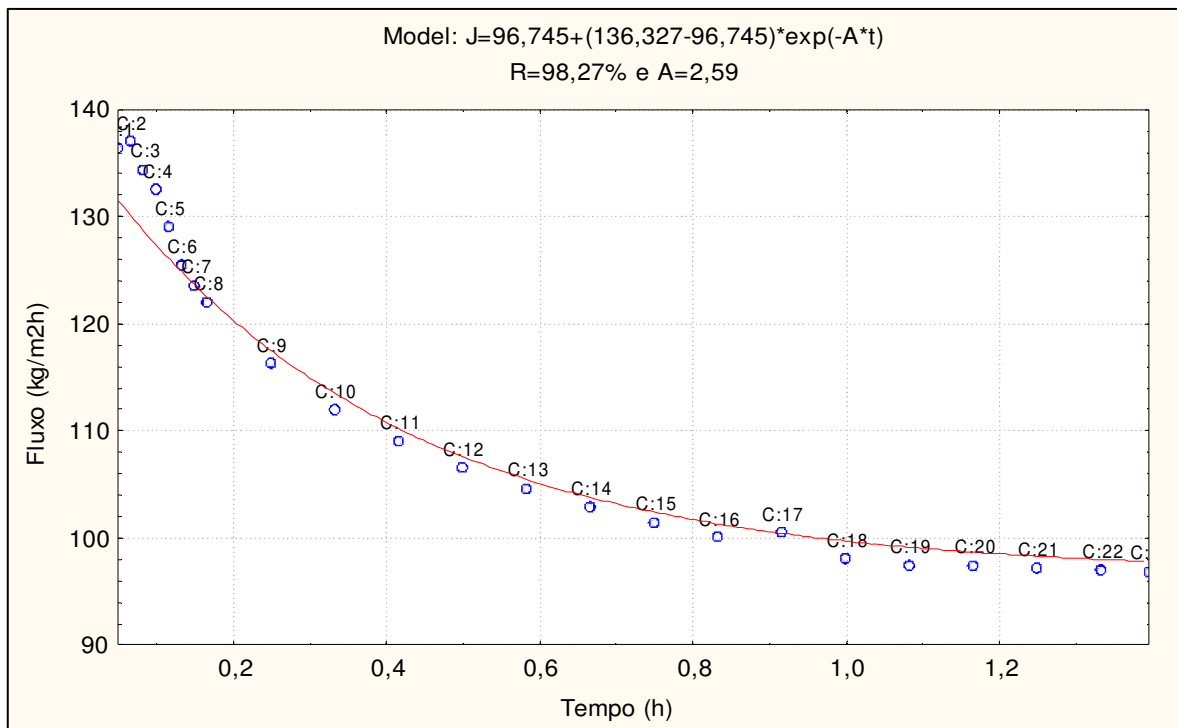


Figura 9.14. Experimento 3. $v=6\text{m/s}$; $P=1,1\text{bar}$; sem enzima.

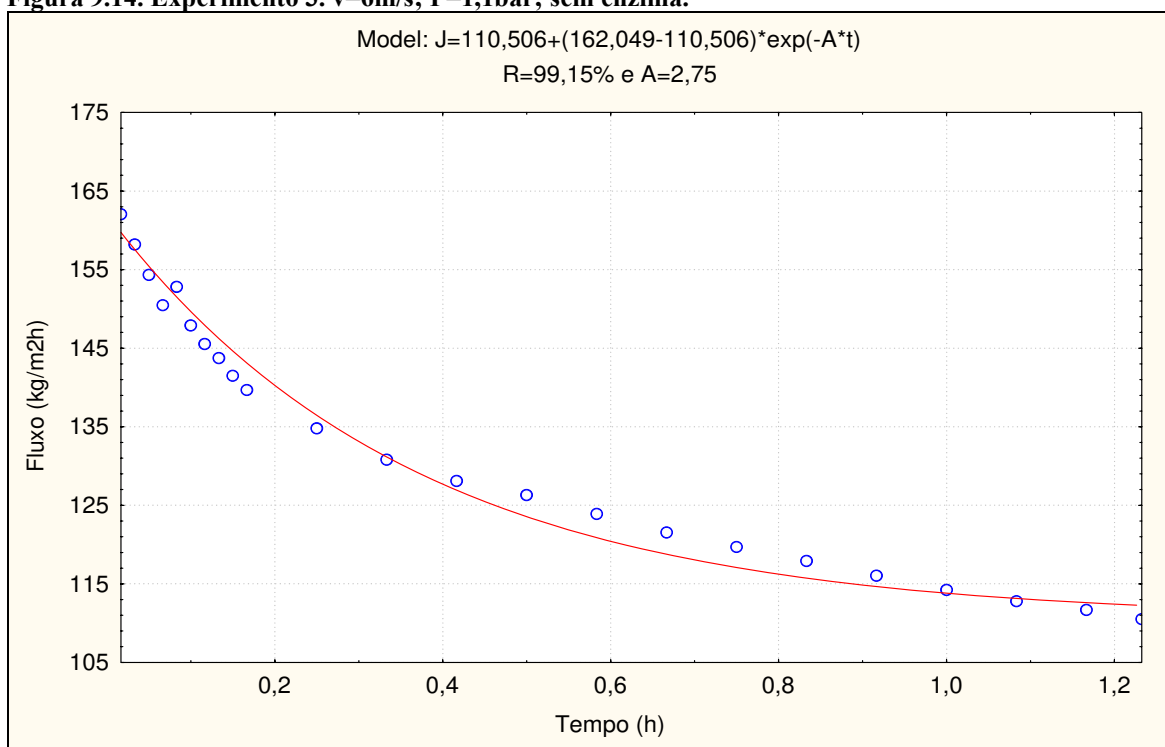


Figura 9.15. Experimento 4. $v=4\text{m/s}$; $P=1,1\text{bar}$; sem enzima.

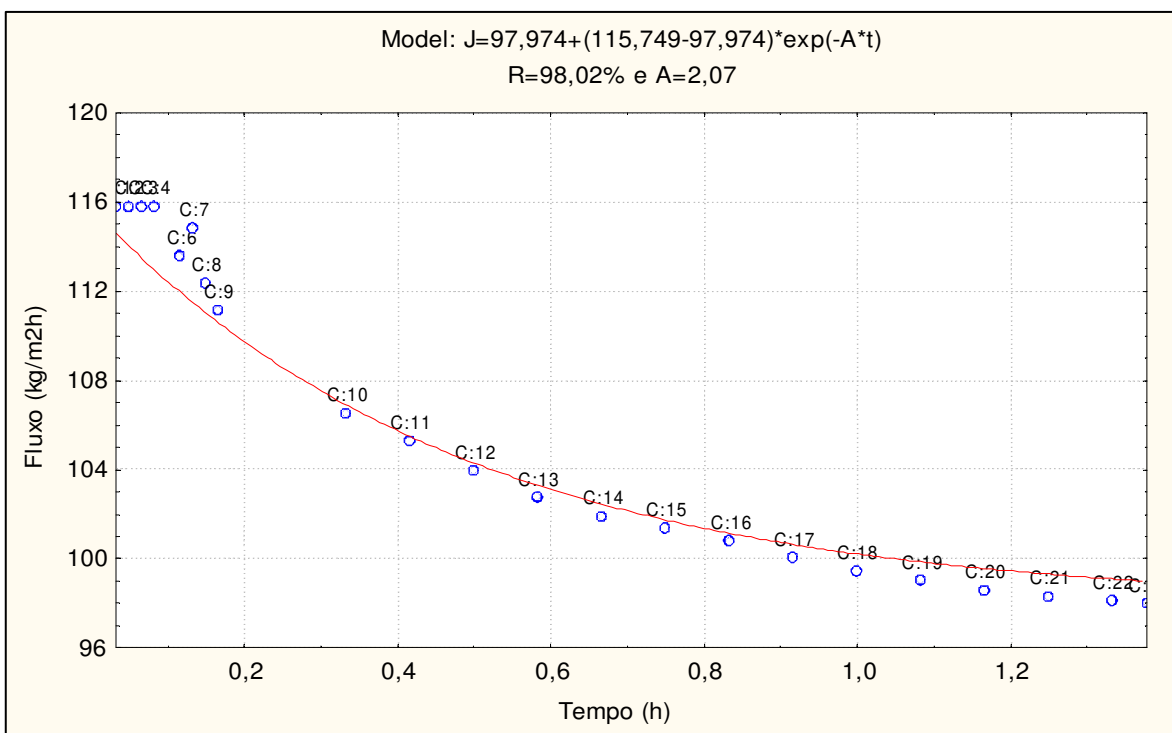


Figura 9.16. Experimento 5. $v=4\text{m/s}$; $P=1,1\text{bar}$; com enzima.

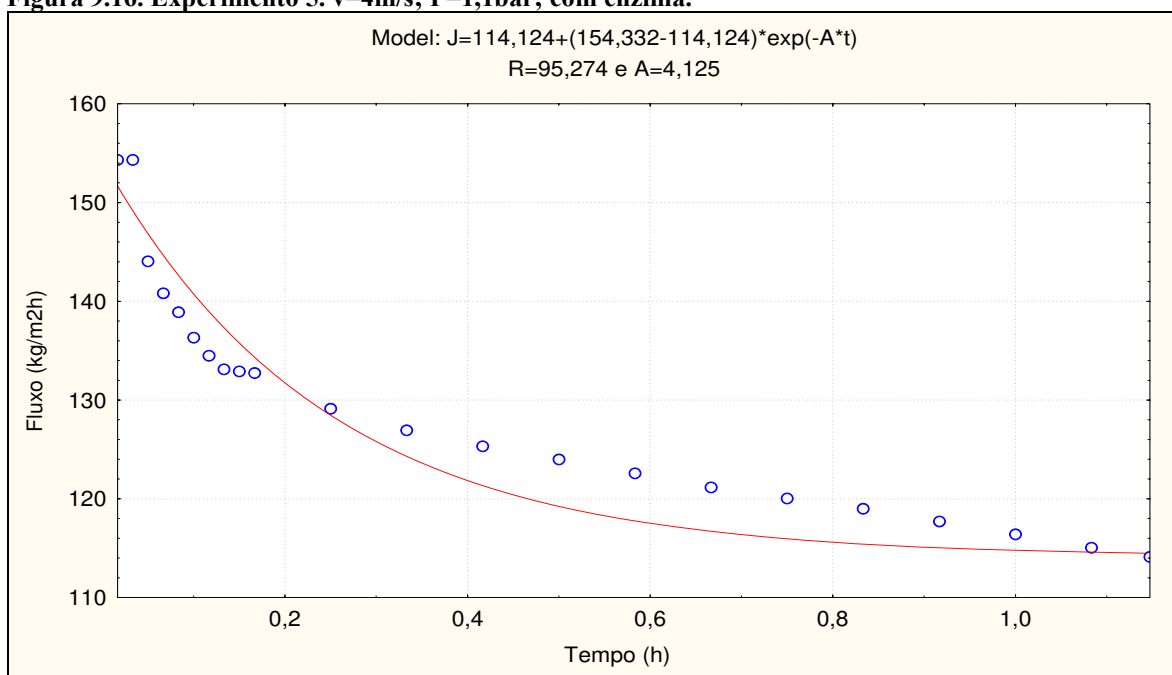


Figura 9.17. Experimento 6. $v=6\text{m/s}$; $P=0,5\text{bar}$; com enzima.

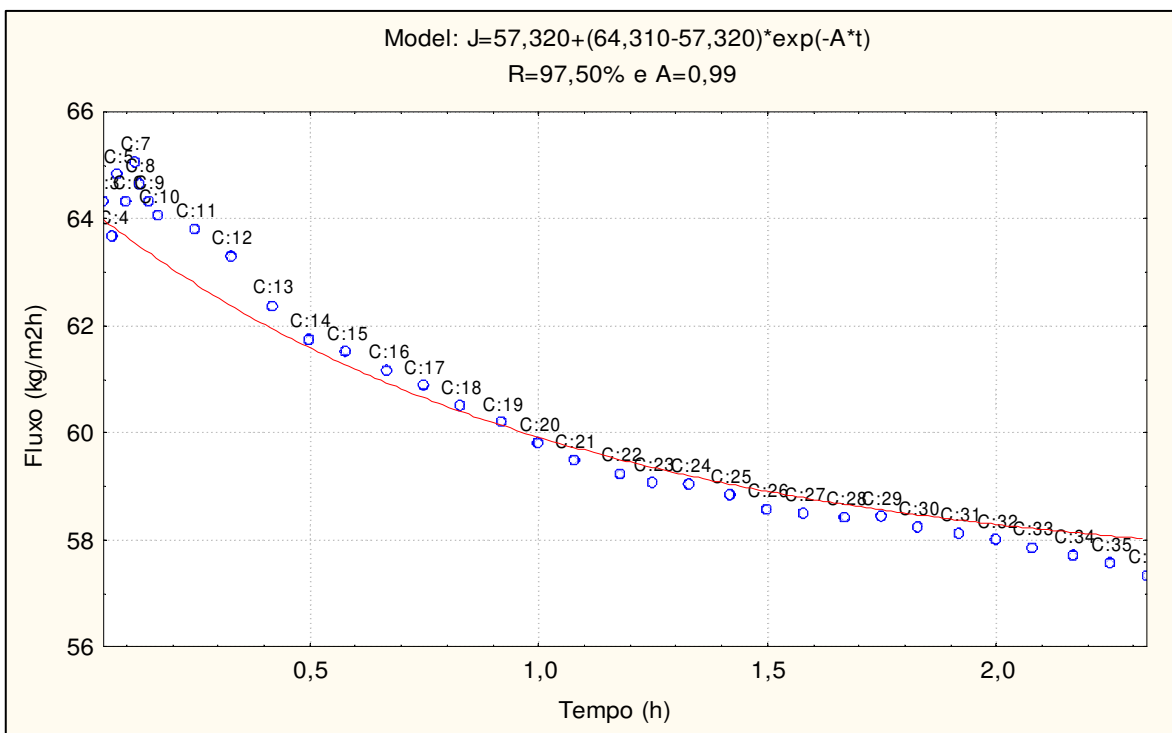


Figura 9.18. Experimento 7. $v=6\text{m/s}$; $P=0,5\text{bar}$; sem enzima.

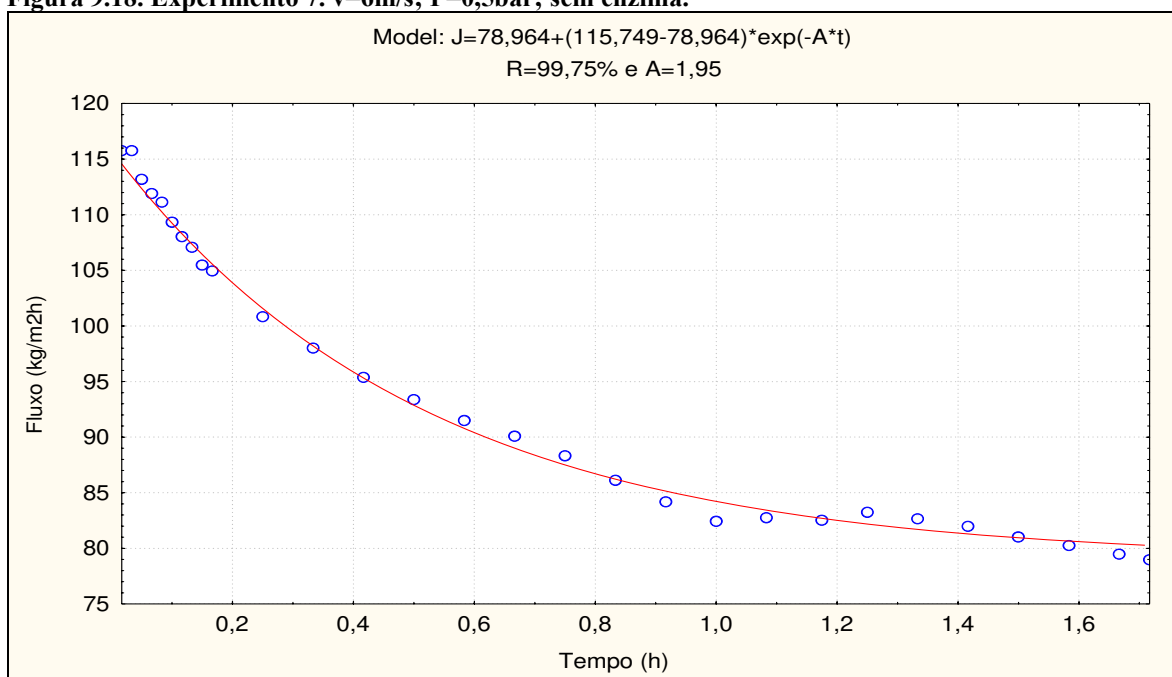


Figura 9.19. Experimento 8. $v=6\text{m/s}$; $P=1,1\text{bar}$; com enzima.

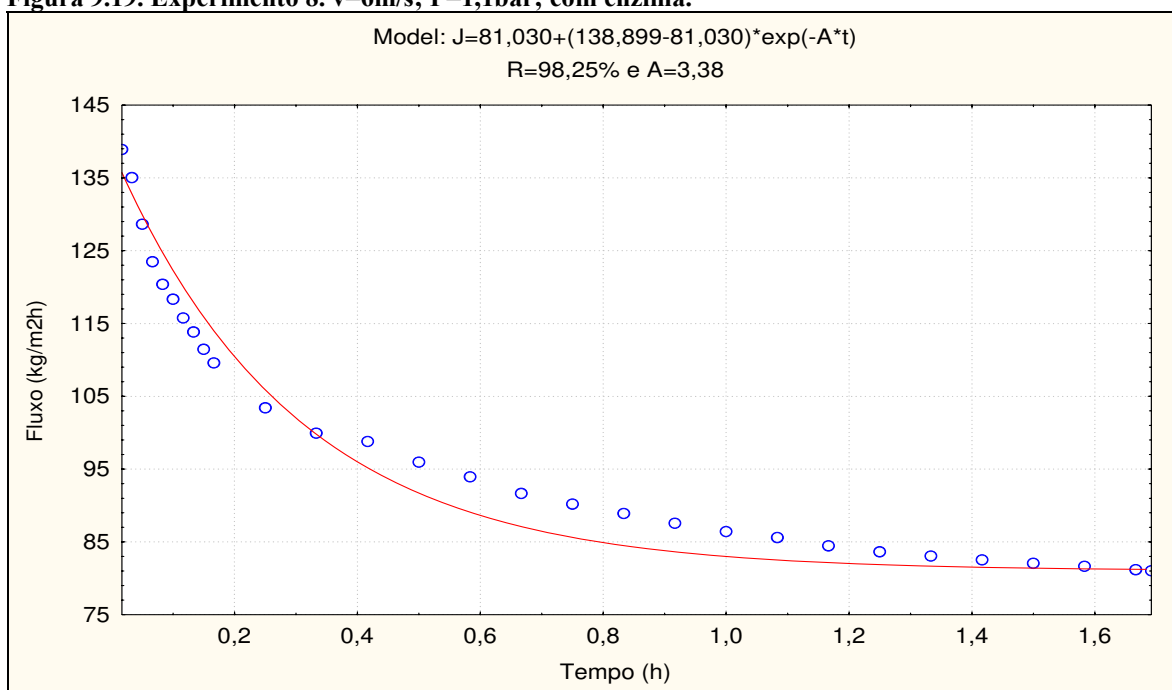


Figura 9.20. Experimento 9. $v=4\text{m/s}$; $P=0,5\text{bar}$; com enzima.

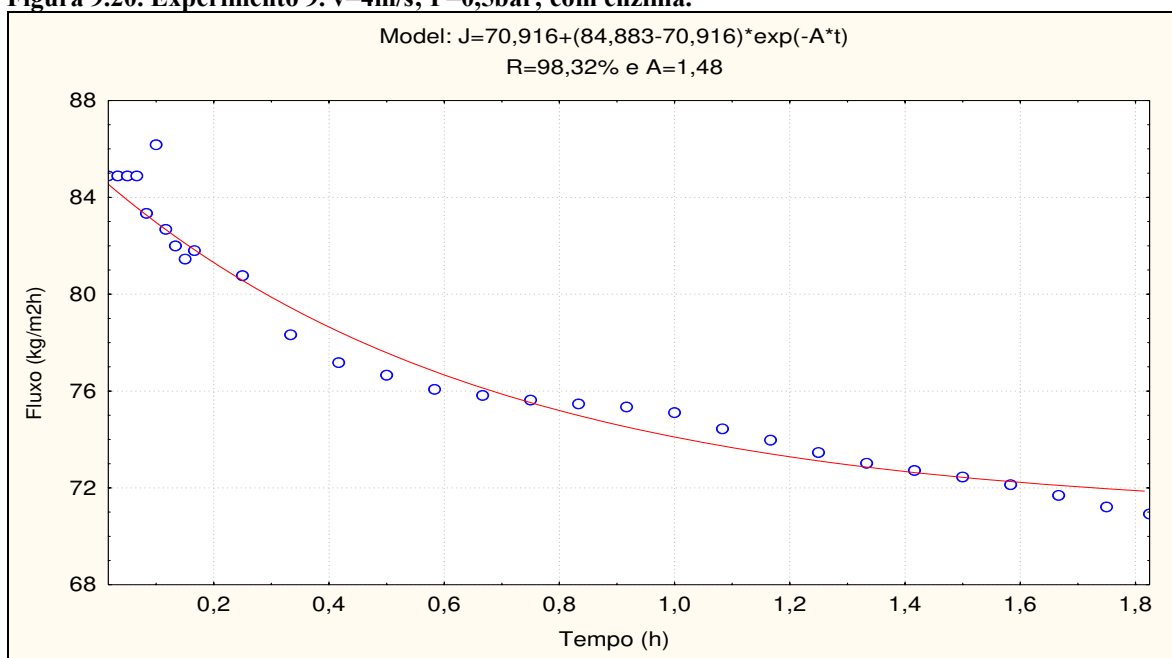


Figura 9.21. Experimento 10. $v=6\text{m/s}$; $P=0,5\text{bar}$; com enzima.

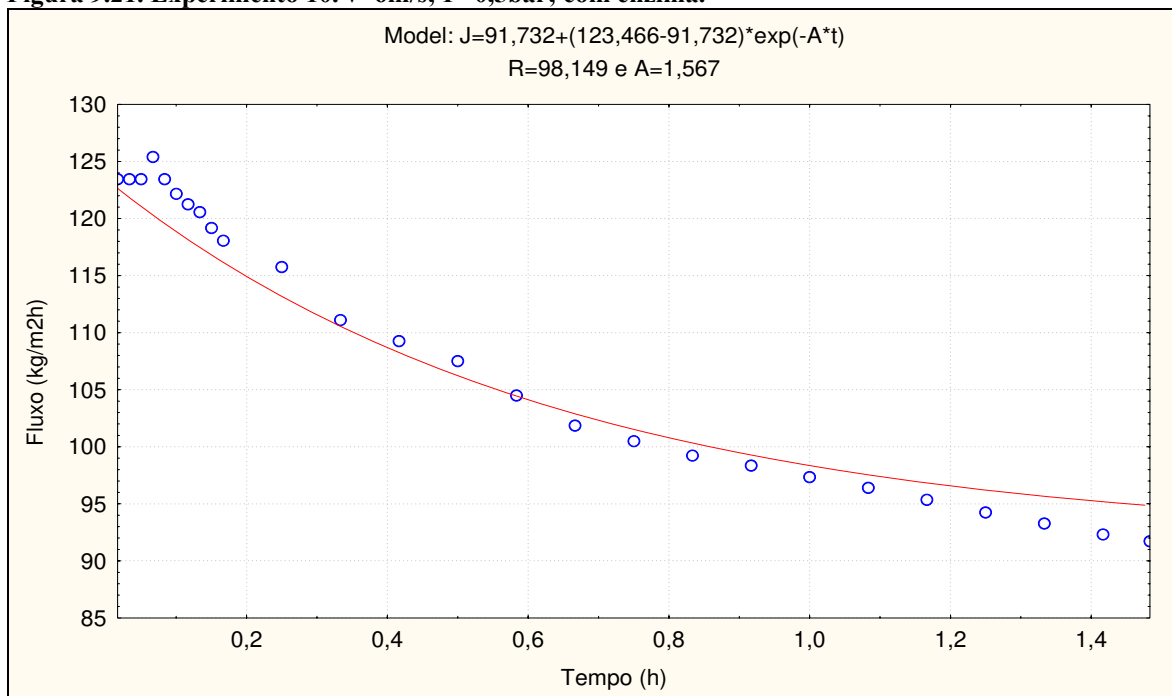


Figura 9.22. Experimento 11. $v=4\text{m/s}$; $P=0,5\text{bar}$; sem enzima.

