

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

Faculdade de Engenharia de Alimentos

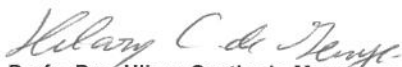
Departamento de Tecnologia de Alimentos

**APLICAÇÃO DOS PROCESSOS DE SEPARAÇÃO POR
MEMBRANAS PARA PRODUÇÃO DE SUCO CLARIFICADO E
CONCENTRADO DE CAMU CAMU (*Myrciaria dubia*).**

PARECER

Este exemplar corresponde à redação final da tese defendida por **Roberta Belandrino Rodrigues**, aprovada pela Comissão Julgadora em 26 de julho de 2002.

Campinas, 26 de julho de 2002


Profa. Dra. Hilary Castle de Menezes
Presidente da Banca

Roberta Belandrino Rodrigues
Doutoranda

Profª Drª Hilary Castle de Menezes
Orientadora

Drª Lourdes M.C. Cabral
Co-Orientadora

Tese apresentada a Faculdade de Engenharia de Alimentos para a obtenção do
título de Doutora em Tecnologia de Alimentos

Campinas, julho de 2002.

i UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO CIRCULANTE

MADE 30
CHAMADA T/UNICAMP
R618a
EX
BO DC/ 50605
C-16-837/02
DX
CO R\$ 11,00
A 28/08/02
PD

M00172448-5

B ID 255 829

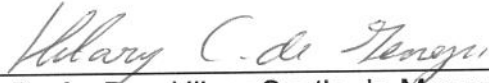
FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA F.E.A. – UNICAMP

R618a Rodrigues, Roberta Belandrino
Aplicação dos processos de separação por membranas para
produção de suco clarificado e concentrado de camu camu
(*Myrciaria dubia*) / Roberta Belandrino Rodrigues. – Campinas,
SP: [s.n.], 2002.

Orientador: Hilary Castle de Menezes
Co-orientador: Lourdes Maria Correa Cabral
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas.
Faculdade de Engenharia de Alimentos.

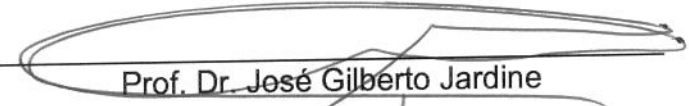
1.*Camu camu. 2.*Myrciaria dubia*. 3.Frutas tropicais.
4.Membranas (Tecnologia). I.Menezes, Hilary Castle de.
II.Cabral, Lourdes Maria Correa. III.Universidade Estadual de
Campinas.Faculdade de Engenharia de Alimentos. IV.Título.

Banca Examinadora

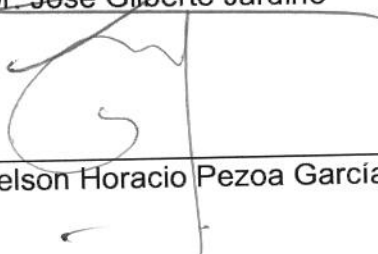


Profa. Dra. Hilary Castle de Menezes
(Orientadora)

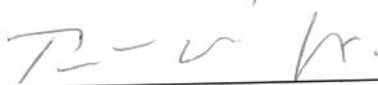
Dr. Dominique Pallet



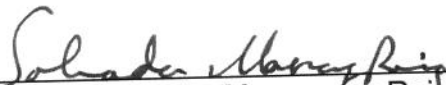
Prof. Dr. José Gilberto Jardine



Prof. Dr. Nelson Horacio Pezoa García



Prof. Dr. Plínio Pinto Mendonça Uchoa Júnior



Prof. Dr. Salvador Massaguer Roig

Dra. Virgínia Martins da Matta

Dedico

a meus pais,
Waldemar e Clotilde

Agradecimentos

Agradeço a Deus pela vida.

Aos meus irmãos e cunhados, que me apoiaram e me aturaram nos momentos mais difíceis, e que também sentiram minha ausência quando estive longe.

À Professora Dra. Hilary Castle de Menezes, que acreditou em mim e em meu trabalho ao aceitar a orientação.

À Dra. Lourdes M. C. Cabral, que me acolheu em sua unidade de pesquisa, acreditou em mim e em meu trabalho e aceitou a orientação. Mais do que isso, agradeço pela amizade que nasceu entre nós. Obrigada por sua ajuda e dedicação incondicionais, por seu carinho e por sua amizade.

À Dra. Virgínia Martins da Matta e ao Dr. José Gilberto Jardine por simplesmente tudo: amizade, carinho, credibilidade, confiança, dedicação, conhecimento e experiência de vida. E também por aceitarem fazer parte da banca examinadora, e pelas sugestões que fizeram.

Ao Dr. Dominique Pallet, que auxiliou nos «tramites» de minha ida a Montpellier, por ter aceitado ser membro examinador da banca.

Aos demais membros da banca examinadora, professores Profs. Drs. Plínio Pinto M. Uchoa Junior, Nelson Horácio Pezoa e Salvador Massaguer Roig, por terem concordado em fazer parte da banca e por suas contribuições ao trabalho.

À Embrapa Agroindústria de Alimentos, por ter oferecido todas as condições para que eu levasse adiante meu trabalho e por permitir a realização dos experimentos na unidade.

Ao CIRAD - FLHOR, Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement, nas pessoas dos senhores Max Reynes e

Manuel Dornier, por terem me acolhido em sua unidade de pesquisa, pela oportunidade que me ofereceram de poder trabalhar em sua equipe e pela orientação durante os experimentos de evaporação osmótica.

Aos funcionários e a estagiária, e agora colegas da Embrapa-CTAA Angela Furtado, L. F., Filé, Flávia, Claudião, Selma, Neyla e Níbia «Maria», que foram essenciais durante os experimentos. Obrigada pela ajuda, pelo companheirismo e pelas risadas.

Aos funcionários, estagiários e colegas «tesar» do CIRAD - FLHOR (Montpellier, França) Natalie Moli, Pascaline Alter, Claudie, Sandrine, Pauline, Cedric, Batiste, Natalia e Ali Fadi, pela ajuda que me deram em minha adaptação a esse país que tão bem me acolheu e pelo curso intensivo de francês (gratuito e prazeroso).

Ao Björn, que entrou em minha vida no final desses quatro anos de esforços, pesquisas, batalhas, estudos e felicidade, e que, apesar da dificuldade da língua, sempre me apoiou, incentivou, respeitou e mostrou como é bom estar e ser feliz.

Aos meus amigos Paulo, Cristiane, Daisy, Niurka, Vitória, Edmar e em especial Bias, pela força, companheirismo, risadas e amizade.

Aos funcionários e colegas da FEA/ Unicamp, em especial a Flávio Peckolt pela preciosa ajuda nos experimentos iniciais de extração e caracterização da polpa de camu camu.

E, em especial, à Fapesp, por ter me concedido a bolsa de doutorado, por ter possibilitado a realização de todos os experimentos e - o mais importante - por ter me apoiado e ajudado na realização do doutorado «sandwich».

A todos, meu muito obrigada.

Rodrigues, Roberta Belandrino - Aplicação dos Processos de Separação por Membranas para Produção de Suco Clarificado e Concentrado de Camu Camu (*Myrciaria dubia*)

Campinas: Departamento de Tecnologia de Alimentos da faculdade de Engenharia de Alimentos, 2002. Dissertação de Doutorado em Tecnologia de Alimentos.

Resumo

O objetivo deste trabalho foi avaliar os processos de separação por membranas para clarificação e concentração do suco de camu camu. O suco obtido através do despulpamento da fruta foi inicialmente tratado enzimaticamente, com a finalidade de diminuir sua viscosidade e facilitar o processo seguinte de clarificação. A clarificação foi realizada usando membranas de microfiltração (0,1 μm e 0,2 μm) e ultrafiltração (30-80 kDa; 100kDa e 50 kDa) e módulos de configuração tubular e quadros e placas. Para este processo foram avaliados principalmente o teor de ácido ascórbico e o desempenho do processo. Através dos resultados obtidos de teor de ácido ascórbico observou-se que não houve diferença significativa no suco clarificado obtido com as cinco membranas testadas, porém quanto ao desempenho do processo, dado pelo fluxo de permeado em função do tempo, observou-se que este foi maior quando se utilizou a membrana de microfiltração com tamanho de poro 0,2 μm . O suco clarificado na microfiltração foi posteriormente concentrado pelos processos de osmose inversa e de evaporação osmótica. A osmose inversa foi realizada em uma unidade piloto Lab Unit 20 da DDS, utilizando membrana de filme composto com 95% de rejeição ao NaCl. Foram testadas três pressões de trabalho, 20, 40 e 60 bar. Foi possível obter um suco concentrado à 26°Brix. Já a evaporação osmótica foi realizada em uma unidade laboratorial MC 3. Este processo foi realizado em duas etapas, onde, na primeira etapa partiu-se de um suco clarificado a 6°Brix, concentrando-o à 25°Brix e uma segunda etapa atingindo uma concentração de 64°Brix. Os sucos concentrado por osmose inversa apresentaram uma perda de 12 % de ácido ascórbico,, enquanto que essa perda foi de < 10 % para o suco concentrado por evaporação osmótica. Os sucos clarificados apresentaram qualidade microbiológica dentro dos padrões estabelecidos pela legislação. O teste de aceitabilidade e intenção de compras realizados com duas formulações diferentes, um suco e um iogurte de camu camu evidenciou que o iogurte foi melhor aceito e que provavelmente seria comprado pelos provadores.

Palavras chaves: camu camu, *Myrciaria dubia*, clarificação, concentração, membranas.

Rodrigues, Roberta Belandrino –Application of membrane separation processes to produce clarified, concentrated camu camu (*Myrciaria dubia*) juice.
Campinas: Food Technology Department, College of Food Engineering, 2002.
Doctorate Thesis in Food Technology.

Summary

The objective of this thesis was to evaluate membrane separation processes for the clarification and concentration of camu camu juice. The juice obtained by the de-pulping of the fruit was initially submitted to an enzyme treatment to reduce the viscosity and facilitate the following process of clarification. Clarification was carried out using microfiltration (0.1 and 0.2 μm) and ultrafiltration (30-80 kDa; 100 kDa and 50 kDa) membranes in modules with tubular and plate and frame configurations. For this process, ascorbic acid content and process performance were the main parameters evaluated. There was no significant difference between the clarified juices obtained using the five membranes tested with respect to ascorbic acid content, but process performance, measured by the permeate flow rate as a function of time, was greater when the 0.2 μm microfiltration membrane was used. The juice clarified by microfiltration was subsequently concentrated by the processes of reverse osmosis and osmotic evaporation. Reverse osmosis was carried out in a DDS Lab Unit 20 pilot unit, using a compound film membrane with 95% rejection of NaCl. Three operational pressures were tested: 20, 40 and 60 bar, and it was possible to obtain a concentrated juice of 26°Brix. Osmotic evaporation was carried out in an MC 3 laboratory unit in a two-stage process. In the first stage the clarified juice, at 6°Brix, was concentrated to 25°C, and in the second stage the concentration reached 64°Brix. The ascorbic acid loss in the juice concentrated by reverse osmosis was 13% and by osmotic evaporation this loss was < 10%. The clarified juices both presented microbiological quality within the standards established by Brazilian law. Acceptability and intent to buy tests carried out with two different camu camu formulations, one a juice and the other a yoghurt, showed that the yoghurt was better accepted and would probably be bought by the panellists.

Key words: camu camu, *Myrciaria dúbia*, clarification, concentration, membranes.

Sumário

Introdução.....	1
Capítulo I - Revisão bibliográfica.....	3
1. Camu camu.....	3
1.1. Taxonomia.....	5
1.2. Botânica.....	6
1.3. Floração e frutificação.....	6
1.4. Origem e distribuição geográfica.....	7
1.5. Habitat e condições de cultivo.....	7
1.6. Aspectos agronômicos do cultivo.....	9
1.7. Variabilidade genética.....	10
1.8. Pragas e doenças.....	11
1.9. Colheita.....	13
1.10. Composição do fruto.....	13
1.11. Rendimento e custo de produção.....	16
1.12. Industrialização e mercado.....	17
2. Suco de frutas.....	18
3. Tecnologia de membranas.....	21
3.1. Membranas.....	22
3.1.1. Tipos de membranas.....	22
3.1.2. Características das membranas.....	24
3.2. Configuração do módulo.....	26
3.3. Problemas potenciais.....	27
3.4. Tipos de processos.....	30
3.4.1. Microfiltração e ultrafiltração.....	31
3.4.2. Osmose inversa.....	32
3.4.3. Evaporação osmótica.....	34

4. Aplicações da tecnologia de membranas na clarificação e concentração de sucos.....	37
5. Referências bibliográficas.....	52

Capítulo II - Clarificação de suco de camu camu por processos com membranas63

1. Introdução.....	63
2. Material e métodos.....	66
2.1. Material.....	66
2.1.1. Matéria-prima.....	66
2.2. Métodos.....	66
2.2.1. Testes preliminares – Tratamento enzimático.....	67
2.2.2. Otimização do processo de clarificação e esterilização a frio do suco de camu camu.....	68
2.2.3. Limpeza das membranas.....	73
2.2.4. Análises físicas, químicas e físico-químicas.....	74
2.2.5. Análises microbiológicas.....	75
2.2.6. Forma de análise dos resultados.....	75
3. Resultados e discussão.....	75
3.1. Análises físicas, químicas e físico-químicas da polpa de camu camu.....	75
3.2. Testes preliminares – Tratamento enzimático	77
3.3. Otimização do processo de clarificação e esterilização.....	80
3.3.1. Caracterização física, química e físico-química do suco de camu camu.....	80
3.3.2. Análises microbiológicas.....	82
3.3.3. Luminosidade, turbidez e cor.....	83
3.3.4. Viscosidade.....	84
3.3.5. Desempenho do processo.....	86
3.3.5.1. Fluxo de permeado do suco de camu camu para o sistema de membranas tubulares.....	86

3.3.5.2. Fluxo de permeado do suco de camu camu para o sistema de membranas planas (quadros e placas).....	88
4. Conclusões.....	90
5. Referências bibliográficas.....	91

Capítulo III - Concentração do suco de camu camu por processos com membranas.....95

1. Introdução.....	95
2. Material e métodos.....	98
2.1. Material.....	98
2.1.1. Matéria-prima.....	98
2.2. Métodos.....	99
2.2.1. Concentração do suco de camu camu.....	99
2.2.1.1. Concentração por osmose inversa.....	99
2.2.1.2. Concentração por evaporação osmótica.....	100
2.2.2. Análises físicas, químicas e físico-químicas.....	104
3. Resultados e discussão.....	105
3.1. Concentração por osmose inversa.....	105
3.2. Concentração por evaporação osmótica.....	109
4. Conclusões.....	113
5. Referências bibliográficas.....	114

Capítulo IV - Validação dos processos de clarificação e concentração do suco de camu camu.....119

1. Introdução.....	119
2. Material e métodos.....	121
2.1. Material.....	121
2.1.1. Matéria-prima.....	121
2.2. Métodos.....	121
2.2.1. Validação do processo de clarificação e concentração por membranas.....	121

2.2.2. Análises físicas, químicas e físico-químicas	124
2.2.3. Análises microbiológicas.....	125
2.2.4. Avaliação sensorial.....	125
2.2.5. Caracterização reológica do suco de camu camu.....	126
3. Resultados e discussão.....	126
3.1. Validação do processo de clarificação e concentração do suco de camu camu.....	126
3.1.1. Caracterização física, química e físico-química da polpa de camu camu, do suco tratado enzimaticamente, do suco clarificado e do suco concentrado.....	126
3.1.2. Desempenho do processo de clarificação e concentração do suco de camu camu.....	128
3.1.3. Análises microbiológicas do suco de camu camu.....	131
3.1.4. Avaliação sensorial do suco de camu camu.....	132
3.1.5 Caracterização reológica do suco de camu camu.....	135
4. Conclusões.....	140
5. Referências bibliográficas.....	141
Anexo.....	143

Índice de tabelas

Tabela 1.1: Características diferenciais entre as espécies <i>Myrciaria dubia</i> e <i>Myrciaria sp.</i>	11
Tabela 1.2: Principais pragas, descrição dos danos e controle.....	12
Tabela 1.3: Principais constituintes do camu camu em 100g de polpa.....	14
Tabela 1.4: Conteúdo de ácido ascórbico (mg/100g) na polpa de algumas frutas tropicais maduras.....	15
Tabela 2.1: Planejamento experimental do tratamento enzimático da polpa de camu camu.....	67
Tabela 2.2: Sistemas de membranas, suas características e as condições operacionais dos ensaios para clarificação e esterilização do suco de camu camu.....	72
Tabela 2.3: Resultados das análises física, química e físico-químicas realizadas na polpa de camu camu adquirida no CEASA/RJ.....	76
Tabela 2.4: Resultado dos valores médio de viscosidade no ensaio do planejamento experimental.....	77
Tabela 2.5: Análise de variância para a resposta diminuição da viscosidade.....	78
Tabela 2.6: Características do suco de camu camu: alimentação e permeado dos processos de MF e UF nos dois sistemas estudados.....	80
Tabela 2.7: Perda de ácido ascórbico nos processos de MF e UF do sistema Koch e DSS após a filtração.....	81
Tabela 2.8: Resultados das análises microbiológicas de bolores e leveduras e contagem total dos testes de clarificação e esterilização a frio de suco de camu camu.....	82

Tabela 2.9: Valores de luminosidade, turbidez e cor dos ensaios de MF e UF do suco de camu camu.....	84
Tabela 2.10: Viscosidade do suco de camu camu.....	85
Tabela 3.1: Parâmetros usados no processo de evaporação osmótica usando solução-modelo.....	102
Tabela 3.2: Condições de trabalho usadas no processo de evaporação osmótica do suco de camu camu clarificado.....	103
Tabela 3.3: Caracterização do suco de camu camu antes e após o processo de osmose inversa em cada uma das pressões estudadas (20, 40 e 60 bar).....	105
Tabela 3.4: Perda média de ácido ascórbico após a concentração do suco por osmose inversa em cada uma das pressões estudadas.....	106
Tabela 3.5: Resultado dos ensaios de evaporação osmótica usando solução-modelo.....	109
Tabela 3.6: Principais resultados da concentração do suco de camu camu por evaporação osmótica.....	110
Tabela 4.1: Características físicas, químicas e físico-químicas da polpa integral de camu camu, do suco tratado enzimaticamente, do suco clarificado e do suco concentrado.....	127
Tabela 4.2 Análises microbiológicas do suco de camu camu em todas as etapas do processo de validação.....	131
Tabela 4.3: Resultados da análise sensorial de suco e iogurte de camu camu...	132
Tabela 4.4: Efeito da temperatura no comportamento reológico do suco de camu camu.....	135

Índice de figuras

Figura 1.1: Camu camu.....	4
Figura 1.2: Princípio geral da evaporação osmótica.....	35
Figura 2.1: Módulo de ultrafiltração/microfiltração PROTOSEP IV do Koch Membrane System.....	71
Figura 2.2: Módulo de ultrafiltração/microfiltração/osmose inversa LAB UNIT M 20 – DSS.....	71
Figura 2.3: Gráfico da superfície de resposta para o planejamento experimental do tratamento enzimático da polpa de camu camu.....	79
Figura 2.4: Comportamento do fluxo de processo de MF e UF para o sistema de membranas tubulares em função do tempo de processo.....	86
Figura 2.5: Comportamento do fluxo de permeado para o processo de MF e UF para o sistema de membranas planas (quadros e placas) em função do tempo de processo.....	88
Figura 3.1: Módulo EO MC3 de evaporação osmótica.....	101
Figura 3.2: Variação do fluxo de permeado durante a concentração do suco de camu camu clarificado por osmose inversa nas três pressões estudadas.....	107
Figura 3.3: Evolução do teor de sólidos solúveis (°brix) durante os processos de concentração por osmose inversa nas três pressões estudadas.....	108
Figura 3.4: Evolução do fator de concentração durante os processos de concentração por osmose inversa nas três pressões estudadas.....	108
Figura 3.5: Variação do fluxo evaporatório durante os processos EOA e EOB.....	112

Figura 3.6: Perda de peso durante os processos EOA e EOB.....	112
Figura 4.1: Fluxograma das operações unitárias básicas para obtenção do suco de camu camu clarificado e comercialmente.....	123
Figura 4.2: Fluxo de permeado em função do tempo de processamento para clarificação de suco de camu camu.....	128
Figura 4.3: Fluxo de permeado em função do tempo de processamento para concentração de suco de camu camu.....	129
Figura 4.4: Aumento de sólidos solúveis (°brix) em função do tempo de processo.....	130
Figura 4.5: Fator de concentração em função do tempo de processo.....	130
Figura 4.6: Gráficos dos resultados de aceitabilidade do refresco e iogurte de camu camu.....	133
Figura 4.7: Gráficos dos resultados de intenção de compras para o refresco e iogurte de camu camu.....	134
Figura 4.8: Viscosidade aparente da polpa de camu camu nas três temperaturas analisadas.....	136
Figura 4.9: Comportamento reológico da polpa de camu camu nas três temperaturas analisadas.....	136
Figura 4.10: Viscosidade aparente do suco de camu camu da alimentação nas três temperaturas analisadas.....	137
Figura 4.11: Comportamento reológico do suco de camu camu da alimentação nas três temperaturas analisadas.....	137

Figura 4.12: Viscosidade aparente do suco de camu camu permeado da MF nas três temperaturas analisadas.....138

Figura 4.13: Comportamento reológico do suco de camu camu permeado da MF nas três temperaturas analisadas.....138

Figura 4.14: Viscosidade aparente do suco de camu camu retido da OI nas três temperaturas analisadas.....139

Figura 4.15: Comportamento reológico do suco de camu camu retido da OI nas três temperaturas analisadas.....139

Introdução

O Brasil possui um potencial muito grande de espécies frutíferas, nativas e exóticas, ainda pouco exploradas, em especial as de clima tropical e subtropical.

A Amazônia detém grande número delas em estado silvestre, das quais só uma pequena parte é explorada. Dentre elas se destaca o camu camu. Sua domesticação, iniciada recentemente, deve-se ao alto teor de vitamina C que contém até 2880 mg por 100 g de polpa. O camu camu é um fruto com grande potencial econômico, principalmente por ocorrer em áreas alagadas, várzeas e outras áreas consideradas impróprias para culturas mais exigentes, e pode se tornar uma opção econômica viável para a Amazônia.

O suco do fruto é uma excelente alternativa para agregar valor à matéria-prima por meio de transformação industrial. Trata-se de um produto de elevado teor de vitamina C, que pode ser usado de muitas formas.

Os sucos de frutas são produtos perecíveis. Por isso, em geral, são comercializados depois de passar por alguma transformação industrial, com o objetivo de prolongar sua vida útil. Atualmente, a conservação de sucos é efetuada basicamente por tratamento térmico associado ou não a conservadores químicos. No entanto, ao mesmo tempo em que esses processos prolongam a vida útil do produto, também acarretam perda de alguns compostos voláteis responsáveis pelo aroma, assim como de algumas propriedades nutricionais, principalmente devido à inativação de vitaminas.

O vasto mercado de produtos 'saudáveis' se abre para frutos que tenham características tão valorizadas no mundo de hoje, tais como atividade vitamínica,

anti-oxidantes, entre outras. Não se trata mais de sucos, refrescos e sorvetes preparados no ambiente doméstico, mas de produção em escala industrial de uma ampla gama de artigos de consumo. E entre os segmentos mais promissores para frutos como o camu camu está o das bebidas límpidas. Consideradas mais estáveis que as bebidas opacas, elas fazem parte das bebidas chamadas 'New Age', cujo mercado vem experimentando forte expansão nestes últimos anos (Voss, citado por Vaillant, 2000).

Com a finalidade de preservar ao máximo as características sensoriais do fruto e seus constituintes nutricionais, a tecnologia de membranas, empregada na clarificação, fracionamento, concentração e esterilização de fluidos, proporciona a obtenção de um produto de altíssima qualidade se comparado a produtos tratados pelos processos convencionais, nos quais muitas vezes é empregado tratamento térmico.

Basicamente, nos processos de separação e concentração por membranas, uma solução contendo um ou mais solutos escoam tangencialmente a uma membrana semipermeável, em que os componentes com tamanho menor ao tamanho dos poros da membrana permeiam através dela e são recolhidos como permeado ou filtrado, enquanto as substâncias maiores são retidas pela membrana e formam uma corrente denominada retido ou concentrado.

O presente trabalho teve como objetivo principal utilizar a tecnologia de membranas para a obtenção de um suco clarificado e concentrado de camu camu, estável biologicamente e com alta qualidade sensorial e nutricional.

Capítulo I

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

1. Camu camu

A Amazônia é a região do planeta mais rica em recursos naturais, tanto em função de sua extensa fauna, com cerca de 3.000 espécies só de peixes, quanto de sua flora. Ocupa parte de seis países (Bolívia, Brasil, Colômbia, Equador, Peru e Venezuela) e representa um quinto da disponibilidade mundial de água doce e um terço das reservas mundiais de florestas latifoliadas. No Brasil, a Amazônia abrange os estados do Pará, Amazonas, Acre, Amapá, Rondônia e Roraima, além de partes do Maranhão, Mato Grosso e Tocantins. A região possui grande número de espécies frutíferas exóticas em estado silvestre, e só uma pequena parte delas é explorada, em geral de forma extrativa ou na agricultura de subsistência. Uma delas é o camu camu, *Myrciaria dubia* (H.B.K.) Mc Vaugh (Figura 1.1). Como sua ocorrência silvestre se dá em áreas sujeitas a inundações periódicas, o camu camu representa um grande potencial econômico para a Amazônia, pois essas são áreas consideradas impróprias para outras culturas.

O interesse pelo camu camu e por seu cultivo vem crescendo tanto no Brasil quanto no Peru, devido ao fato de ele ser extraordinária fonte de vitamina C, com um total entre 2,1 a 3,1g/100g de polpa integral. Seu suco é uma excelente alternativa para agregar valor à matéria-prima por meio de sua transformação industrial. Com seu elevado teor de vitamina C, é um produto natural que pode ser usado no preparo de refrescos ou em geléias, néctares, sorvetes, licores, iogurtes e bebidas isotônicas.

É interessante ressaltar que novos estudos vêm sendo realizados no sentido de aperfeiçoar a qualidade/rendimento da produção do fruto (melhoria do solo, melhoramento de plantas, identificação das espécies), adaptar a planta à terra firme (aumento das áreas e das regiões de plantio) e aplicar conhecimentos tecnológicos para a obtenção de produtos. O objetivo é viabilizar a 'fruta', na forma de seus diversos subprodutos, nas regiões onde ela não é cultivada, dada sua importância nutricional e econômica.



Figura 1.1: Camu camu (Silva e Tassara, 1996).

1.1. Taxonomia

Segundo Alvarado Vertiz (1969), o camu camu possui a seguinte posição taxonômica:

Divisão:	Fanerógamas
Subdivisão:	Angiospermas
Classe:	Dicotiledôneas
Subclasse:	Rosidae
Ordem:	Myrtales
Subordem:	Myrtanae
Família:	Myrtaceae
Gênero:	Myrtaciaria
Espécie:	dubia (H.B.K) Mc Vaugh

O camu camu é conhecido cientificamente pelo nome de *Myrciaria dubia* (H.B.K.) Mc Vaugh e possui as seguintes sinônimas: *Eugenia divaricata* Benth, *Myrciaria phillyracoides* Berg., *Myrciaria divaricata* (Benth.), *Myrciaria riedeliana* Berg., *Myrciaria caurensis* Steyerl., *Myrciaria paraensis* Berg., *Myrciaria spruceana* Berg. e *Psidium dubium* H.B.K. (Andrade, 1991; Ferreyra, 1959; Souza *et al.* 1996; Villachica, 1996_a).

Por ocorrer em áreas extensas e em países distintos, o camu camu recebe diferentes denominações, tais como caçari e araçá d'água (Brasil), guayabo (Colômbia), guayabato e guayabito (Venezuela) (Andrade, 1991; Souza *et al.* 1996; Villachica, 1996_a).

Hoje se conhecem dois tipos de camu camu. Ambos dão frutos muito semelhantes, mas sua forma vegetativa é bem distinta, o que faz com que não pertençam à mesma espécie, uma vez que um deles é um arbusto e o outro uma árvore. São conhecidos por *Myrciaria dubia* e *Myrciaria* s.p., respectivamente.

1.2. Botânica

A planta do camu camu, *Myrciaria dubia*, é um arbusto de aproximadamente 8 metros de altura – raramente chega aos 12 metros – glabra, de tronco liso, que pode alcançar até 15 cm de diâmetro, com coloração que vai do marrom claro ao roxo, cuja casca se desprende naturalmente na época da estiagem. As raízes são profundas e com grande quantidade de pelos absorventes. As folhas são opostas, simples, pecioladas, elípticas ou lanceoladas, de 3,0 a 10 cm de comprimento e 1,5 a 4,5 cm de largura, de ápice acuminado e base arredondada, provida de uma nervura central com 18 a 20 pares de nervuras laterais, e pecíolo cilíndrico de 3 a 6 mm de comprimento e 1 a 2 mm de diâmetro (Alvarado Vertiz, 1969; Andrade, 1991; Ferreyra, 1959; (1); Villachica, 1996_a; Villachica, 1996_b; Silva *et al.*, 1996).

Apresenta inflorescência axilar, com quatro flores subsésseis dispostas em dois pares, brácteas redondas e ciliadas e pétalas brancas e perfumadas (Alvarado Vertiz, 1969; Andrade, 1991; Ferreyra, 1959; Souza *et al.* 1996; Villachica, 1996_a; Villachica, 1996_b).

Os frutos são globosos, de 1,0 a 3,2 cm de diâmetro, casca fina e brilhosa, de coloração rósea ao vermelho escuro até púrpura escuro quando totalmente maduros; têm polpa sucosa de coloração rosa e sabor extremamente ácido. São providos de uma a quatro sementes, sendo o mais comum três, estas apresentam formato riniforme e com 8 a 15 mm de comprimento por 5.5 a 11 mm de largura (Alvarado Vertiz, 1969; Andrade, 1991; Ferreyra, 1959; Villachica, 1996_a; Villachica, 1996_b; Silva *et al.*, 1996; Ferreira, 1986).

1.3. Floração e frutificação

A floração, que começa quando a planta alcança um diâmetro basal de 2 cm, começa na parte distal dos galhos mais altos e deles atinge os galhos mais baixos. Numa mesma planta pode haver simultaneamente gemas florais, flores e frutos em vários estágios de desenvolvimento (Villachica, 1996_a; Peter e Vásquez,

1987). A floração natural aparece quando as águas dos rios baixam, fazendo com que galhos e folhas permaneçam expostos ao sol. Ela ocorre normalmente entre setembro e novembro (Suárez Mera, citado por Andrade, 1991) e a frutificação, então, se dá de dezembro a março. Falcão *et al.* (1989) realizaram um estudo no qual se pôde constatar que o camu camu, quando cultivado em terra firme, apresenta floração quase o ano inteiro, com picos durante a estação seca até o início da estação chuvosa.

Ainda que uma porção da polinização do camu camu possa ser feita pelo vento, os polinizadores mais freqüentes são pequenas abelhas, que são atraídas pelo néctar e pela fragrância doce e agradável das flores. De modo geral, 46% de todas as flores são polinizadas, e uma média de 15% dos frutos imaturos são abortados antes de chegar à maturidade (Peter e Vásquez, 1987).

1.4. Origem e distribuição geográfica

O camu camu é uma planta que se encontra dispersa por quase toda a Amazônia. É na Amazônia peruana que se situa a maior concentração de populações e variedades naturais, principalmente na extensão dos rios Ucayali, Amazonas e seus afluentes (Villachica, 1996_a). Já no Brasil sua distribuição estende-se pelos estados do Pará (rios Trombetas, Cachorro e Mapuera), Rondônia (Javaí e afluentes, Maçangana e Upurá), e Amazonas (médio e alto Amazonas e alto Solimões). Sua distribuição atinge também a Venezuela (alta e média bacia do Orenoco) e a Colômbia (Alvarado Vertiz, 1969; Villachica, 1996_a). Segundo Whitman citado por Andrade (1991), o camu camu foi introduzido e é cultivado em terra firme no sul do Estado da Flórida, nos EUA.

1.5. Habitat e condições de cultivo

Nativo da Amazônia, o camu camu se desenvolve naturalmente em regiões periodicamente inundáveis, de alta umidade atmosférica, e aparece com maior freqüência nas margens de rios e lagos. Tolerante a inundações, essa espécie

pode permanecer totalmente submersa por aproximadamente cinco meses (Alvarado Vertiz, 1969; Andrade, 1991; Souza, *et al.* 1996; Villachica, 1996_a; Villachica, 1996_b).

O camu camu é uma planta de clima tropical, mas sua adaptação ao clima subtropical quente é possível, já que se desenvolve rapidamente em temperaturas que oscilam entre 20 a 35°C, sendo que 30°C, a temperatura média de seu *habitat* natural, é considerado ideal (Alvarado Vertiz, 1969).

Em zonas onde o camu camu é encontrado em sua forma silvestre, a precipitação pluvial está entre 2.500 e 3.000 mm/ano. Em condições de cultivo, a planta se desenvolve bem em precipitações pluviais que variam de 1.700 a 3.500 mm/ano. Entretanto, em zonas nas quais as chuvas são de 1700 mm/ano, o solo tem que ter uma boa drenagem e o período de seca deve ser curto (Alvarado Vertiz, 1969; Villachica, 1996_a; Villachica, 1996_b).

Em seu habitat silvestre o camu camu desenvolve-se em substratos aluviais, de textura limosa, argilosa e limo-arenosas, e em solos pouco drenados (Andrade, 1991). De acordo com pesquisa realizada na Universidad Nacional de la Amazonia Peruana (UNAP), o tipo de solo no qual o camu camu é encontrado em sua forma silvestre no Peru apresenta um pH que varia entre 5 e 6,5 (Alvarado Vertiz, 1969). Já Villachica (1996_a) encontra uma faixa de pH um pouco mais ácido, de 4,5 a 5,6.

Vários estudos vêm sendo realizados com a finalidade de avaliar o desempenho do camu camu cultivado. Silva *et al.* (1996) avaliaram o desempenho do fruto em terra firme na região de Manaus (AM), no Brasil, e, em 1980, o INPA introduziu o camu camu na sua lista de prioridades, também objetivando sua introdução e adaptação à terra firme. Já no Peru, a zona de Pucallpa é a região onde se concentra a maior área cultivada de camu camu. Os frutos foram cultivados em solos aluviais inundáveis, em solos não-inundáveis com drenagem deficiente e em solos bem drenados, e observou-se que a adaptação a esses tipos de solo é bastante satisfatória. Constatou-se que a quantidade de água sobre o solo e no solo influenciam diretamente a floração, e, conseqüentemente, a frutificação (Silva

et al., 1996). Falcão *et al.* (1989) também estudaram a adaptação do camu camu à terra firme e chegaram às mesmas conclusões acima mencionadas.

O vento também é um fator muito importante por afetar o momento da polinização, uma vez que o camu camu é uma planta de morfologia delicada, já que tem uma inflorescência constituída de flores de brácteas ciliadas (Alvarado Vertiz, 1969).

1.6. Aspectos agronômicos do cultivo

Tradicionalmente o camu camu é propagado por sementes, que possuem uma viabilidade de 90% quando recém-separadas do fruto. A propagação por enxerto, porém, é a preferida. As sementes utilizadas para os porta-enxertos são obtidas dos frutos maduros, de coloração violeta, provenientes de zonas aluviais e inundáveis. Os frutos têm que ser coletados de maneira higiênica, de plantas selecionadas e adultas, que chegam a produzir mais de 15 kg cada (Villachica, 1996_b; Peter e Vásquez, 1987).

As sementes são separadas do fruto ao serem espremidas, ou partindo-se os frutos com os dedos. Uma porção da polpa costuma ficar aderida à semente, e é removida com água. Em seguida, as sementes são colocadas por uma hora em ambiente arejado, à sombra, para remoção do excesso de água restante. Feito isso, elas são classificadas em grandes e médias, e as pequenas e as quebradas são eliminadas. Esse processo de preparação das sementes precisa ser feito em um único dia e o mais rápido possível, pois elas perdem rapidamente seu poder germinativo (Villachica, 1996_a Villachica, 1996_b).

Antes de serem semeadas no almácego, as sementes devem ter germinado previamente. Dois métodos de pré-germinação são usados no caso do camu camu: o de estratificação em serragem úmida e o do embolsamento.

O primeiro é feito em recipientes com capacidades que variam de 5 a 10 litros, no fundo dos quais é colocada uma camada de serragem úmida de aproximadamente 5 cm. Feito isso, coloca-se uma camada de sementes de tal modo que todas elas

permaneçam em contato com a serragem e a 1 cm das paredes laterais do recipiente em que se encontram. As sementes são então cobertas por uma camada de 3 cm de serragem úmida, e a operação é repetida até que o recipiente fique completo. Ele deve então ser armazenado em lugar arejado e adequado para a rega. A germinação tem início de 20 a 25 dias depois de efetuada a estratificação; as sementes podem ser retiradas para serem colocadas nas camas de almácego, ou pode-se esperar até que a planta tenha dez pares de folhas e alcance 10 cm de comprimento e possa ser transplantada. A cama de almácego recomendada, na qual o camu camu deve ser plantado em lotes homogêneos, é a de desnível, que permite reter umidade após cada chuva ou rega. As plantas são semeadas com 10 cm de espaço entre as fileiras e 10 cm entre si. Em seis a oito meses elas alcançam 70 cm de altura, e podem então ser passadas para a enxerteira. Ali, as plantas são semeadas com 60 cm de espaço entre fileiras e 40 cm entre si, e estarão prontas para serem enxertadas quatro meses após serem transplantadas. Devem permanecer na enxerteira por seis a oito meses, até que tenham a poda de formação e fiquem aptas para o transplante em campo definitivo. O enxerto utilizado é o de fragmento. As gemas são provenientes de plantas selecionadas por sua alta produtividade (25kg fruta/planta/ano) (Villachica, 1996_b).

No método do embolsamento, as sementes são colocadas em bolsas plásticas de polietileno transparente e sua germinação se dá após vinte dias. Tem a vantagem de ser bem mais simples e um pouco mais rápido que o método anterior, e permite a manipulação de uma quantidade maior de sementes. Sua única desvantagem é que as sementes têm que ser removidas antes de criarem raízes de 3 cm de comprimento (Villachica, 1996_a; Villachica, 1996_b).

1.7. Variabilidade genética

A maior fonte de diversidade genética de camu camu está na Amazônia peruana, onde se encontram as plantações naturais. Ali a coleção de germoplasma indica a existência de pelo menos 29 espécies de populações naturais de camu camu

arbustivo e dez da espécie arbórea conhecida por *Myrciaria sp.* (Villachica, 1996_a; Villachica, 1996_b). A variabilidade genética entre populações, que também pode ser atribuída a fatores climáticos, é observada na época de frutificação.

Estudos de variabilidade e de melhoramento genético são realizados pelo INIA (Peru), pelo INPA e pela Embrapa (Brasil). A característica mais avaliada nos experimentos é a produtividade por planta; em menor proporção, analisa-se o teor de ácido ascórbico. A Tabela 1.1 apresenta algumas características das duas espécies de camu camu.

Tabela 1.1: Características diferenciais entre as espécies *Myrciaria dubia* e *Myrciaria sp.*

Característica	<i>Myrciaria dubia</i>	<i>Myrciaria sp.</i>
Porte da planta	arbusto	árvore
Época de colheita	dezembro-março	março-maio
Peso do fruto	10g	23g
Cor do fruto	vermelho intenso a roxo	roxo a marrom
Casca do fruto	apergaminada	semilenhosa
Cor das sementes	amarelada	rosada
Tamanho das sementes	grande	pequena
Forma das sementes	Chata, riniforme	ovalada, dura
Sementes por fruto	1 a 3	1 a 2

Fonte: (Villachica, 1996_b)

1.8. Pragas e doenças

As principais pragas potenciais, suas descrições, os danos que causam e seu controle estão descritos na Tabela 1.2.

Tabela 1.2: Principais pragas, descrição, danos e controle.

Praga	Descrição	Danos	Controle
<i>Aphis gossypii</i>	Homoptera Família: Aphididae Cor: amarelo-claro/verde-escuro	Dessecação de brotos e folhas	Natural: insetos benéficos e adequados
<i>Austrotachardiella sexcordata</i>	Homóptera Família: Kerriidae Cor: marrom, forma de estrela	Desseca total ou parcialmente os galhos	Corte e destruição dos galhos atacados
<i>Ceroplastes flosculoides</i>	Homóptero Família: Coccidae Cor: amarelo-ouro	Morte dos arbustos fortemente infectados	Natural: parasitas e predadores. Controle visual freqüente
<i>Conotrachelus dubiae</i>	Curculionido Cor: marrom escuro, coberto por escamas marrom claras	Fruto, que se torna pardo	Antecipar colheita eliminação dos frutos atacados
<i>Dysmicoccus brevipes</i>	Homóptero Família: Pseudococcidae Cor: fêmeas cobertas por secreção branca	Produzem necrose, desapareção da casca e morte da árvore	Combate à formiga.
<i>Ecthoea quadricornis</i>	Coleóptero Cor: cinza-esverdeado, c/ duas manchas negras	Fêmeas cortam os galhos após a desova	Destruição dos galhos atacados.
<i>Laemosaccus sp.</i>	Família: Curculionidos Cor: negra, patas marrom	Dessecamento dos galhos	Corte e destruição dos galhos atacados
<i>Parasaissetia nigra</i>	Homóptero Cor: jovem é amarelo e marrom ou roxo com o tempo.	Induzem a redução da fotossíntese	Natural: avispidas parasitas. Químico: não se justifica
<i>Tuthillia cognata</i>	Homóptero Família: Psyllidae Cor: marrom claro	Deformação das folhas jovens, crescimento dos brotos limitado.	Natural: ineficiente
<i>Xylosandrus compactus</i>	Família: Scolytidae Cor: fêmea, negro brilhante; macho, marrom claro	Folhas secam e galhos e caule morrem	Queima e destruição das plantas

Fonte: (Alvarado Vertiz, 1969; Villachica, 1996_a; Villachica, 1996_b; Falcão *et al.*, 1987).

1.9. Colheita

A colheita das populações silvestres e das plantas cultivadas em regiões inundáveis é feita entre os meses de dezembro a março. No caso das plantas cultivadas em terras não-inundáveis o período de colheita é maior e vai de novembro a maio.

Nas regiões não-inundáveis, a colheita é feita manualmente, de uma a duas vezes por semana de acordo com a época de produção. Já nas plantações naturais, a colheita tem que ser feita em canoas, pois a terra fica coberta por água, coletando-se apenas a fruta que estiver na superfície (Villachica, 1996_a). Nas populações naturais, a colheita deve ser feita a cada quatro ou cinco dias, na época de máxima frutificação, e a cada oito dias no resto do ano (Villachica, 1996_b).

Os frutos são coletados no início da maturação, quando aparecem os primeiros sintomas de amadurecimento, o que é reconhecido porque na casca, de cor verde, surgem algumas pintas cor de vinho. Após três a quatro dias, o fruto adquire uma coloração vinho intenso. Caso se deseje utilizar a fruta para a produção de ácido ascórbico, a colheita deve ser feita com ela ainda verde, porém já totalmente desenvolvida.

1.10. Composição do fruto

Os principais constituintes do camu camu, presentes em 100g, de polpa encontram-se na Tabela 1.3.

Tabela 1.3: Principais constituintes do camu camu em 100g de polpa.

Componentes	Valor
Água	94,4 g
Proteína	0,5 g
Carboidrato	4,7 g
Fibra	0,6 g
Cinza	0,2 g
Cálcio	27,0 mg
Fósforo	17,0 mg
Ferro	0,5 mg
Tiamina	0,01 mg
Riboflavina	0,04 mg
Niacina	0,062 mg
Ácido ascórbico reduzido	2780,0 mg
Ácido ascórbico total	2994,0 mg

Fonte: Villachica, (1996_a) e Villachica (1996_b).

Zapata e Dufour (1993), analisando o suco de camu camu, encontraram valores de ácido ascórbico (mg/100g de polpa) de 845; 939; e 939, respectivamente para sucos de fruto imaturo, semimaduro e maduro. Já Huapaya citado por Villachica (1996_a) encontrou valores de ácido ascórbico (mg/100g) de 1700, 1950, 1620, 1500 respectivamente para frutos verde, semimaduro, maduro e sobremaduro. Os resultados apresentados por ambos mostraram que a maior quantidade de vitamina C encontra-se no fruto semimaduro, ou seja, quando ele tem entre 50 a 75% de maturação. Andrade *et al.* (1995) também estudaram o teor de ácido ascórbico durante o período de maturação do fruto. Os autores verificaram que 56 dias após a antese o fruto tinha um teor de 2004,66 (mg/100g); após 71 dias, observaram uma diminuição desse valor (1613,30 mg/100g), que voltou a se elevar, atingindo 2605,76 mg/100g após 113 dias. Assim, é no fruto maduro que é encontrada a maior quantidade de vitamina C. Os resultados obtidos por diferentes autores, no entanto, indicam haver uma discordância entre o grau de maturação do fruto e seu teor de vitamina C.

É importante ressaltar que o tipo de método adotado para a determinação do teor de ácido ascórbico pode ter sido um fator que contribuiu para se chegar aos diferentes valores apresentados.

O teor de ácido ascórbico contido na casca é de 5%, em média, sendo superior ao conteúdo da polpa que constitui cerca de 55% do peso do fruto (Villachica, 1996a).

Comparativamente a outras frutas tropicais, o camu camu é uma fonte com alta concentração de vitamina C. A Tabela 1.4 apresenta os teores referenciais de ácido ascórbico reduzido de algumas polpas de frutas maduras.

Tabela 1.4: Conteúdo de ácido ascórbico (mg/100g) na polpa de algumas frutas tropicais maduras.

Fruta	Ácido ascórbico
Pinha	20
Maracujá	22
Morango	42
Limão	44
Goiaba	60
Laranja	92
Acerola	1.300
Camu camu	2.780

Fonte: Villachica (1996_a).

Tradicionalmente, o camu camu é consumido nas regiões onde é cultivado na forma de sucos, sorvetes, picolés, doces em massa, geléias e outros produtos, não sendo consumido *in natura* devido à sua grande acidez. (Alvarado Vertiz, 1996; Ferreyra, 1959; Ferreira, 1986). Mais recentemente, tem crescido a demanda pela polpa de camu camu para a produção de 'bebidas saudáveis' em lanchonetes de grandes centros comerciais do Brasil.

Franco e Shimamoto (2000) estudaram a composição de voláteis por CG-MS de algumas frutas brasileiras, dentre elas o camu camu. Em sua primeira

identificação foram encontrados 21 voláteis, sendo que α -pineno e *d*-limoneno foram os compostos voláteis encontrados em maior abundância no *head space*, ocupando uma área de pico de 66% e 23,72%, respectivamente.

1.11. Rendimento e custo de produção

O rendimento do fruto, em plantações naturais ou não, está ligado diretamente ao estágio de maturação da planta, e isso é determinado por meio do diâmetro do caule. Uma planta com 12 cm de diâmetro (madura) produz aproximadamente 29,50 kg. Considerando-se uma média de 625 plantas por hectare, a produção será de 18,44 t/ha ano.

O rendimento para obtenção de polpa refinada, que é o principal produto obtido da fruta, é de 50% a 55%, e o de sementes e casca de 38% a 40%, ou seja, um rendimento de polpa considerado baixo (Villachica, 1996_a).

Quanto ao custo da produção, os únicos dados existentes referem-se ao Peru, onde o cultivo, a industrialização e a comercialização do camu camu estão mais avançados do que no Brasil. Segundo Villachica (1996_a), o custo da fruta à época girava em torno de US\$0,50/kg. Acredita-se que, com o aumento da área de plantio, esse valor pode baixar para US\$0,43/kg. Hoje, no Brasil, é possível comprar o fruto congelado, proveniente diretamente do produtor, por US\$ 1.00/kg, o que inclui o processo de congelamento e o recipiente térmico para transporte. No mercado (Rio de Janeiro), a comercialização de polpa congelada ainda é muito pequena, mas o valor do que pode ser encontrado custa em torno de US\$ 2,5/kg. Já o jornal Folha de S. Paulo reportou que o investimento para cultivar camu camu é de US\$ 119.000 enquanto que seu faturamento anual de US\$ 137.000 (Carvalho, 1998).

1.12. Industrialização e mercado

A fruta do camu camu é utilizada para a fabricação de sucos, sorvetes, concentrados, néctares e doces e para a obtenção de ácido ascórbico natural. Uma das principais utilizações de polpa de camu camu é na produção das chamadas 'bebidas saudáveis' a partir da polpa refinada. Contudo, faz-se necessário investir em tecnologia para melhorar o cultivo e a produção e disseminar seu uso, seja na forma de bebidas, seja na dos diferentes produtos que possam ser obtidos a partir da fruta ou da polpa refinada, em regiões e países onde o camu camu não é cultivado.

Dib Táxi (2001) teve como objetivo, em seu trabalho de pesquisa, desenvolver e avaliar a estabilidade de suco de camu camu microencapsulado por *Spray drier*. O suco utilizado foi obtido a partir de frutas previamente descongeladas provenientes da Cooperativa Agrícola de Tomé Açu, no Pará. O processo de microencapsulação foi otimizado por meio de um planejamento experimental fatorial completo, no qual foram escolhidas como variáveis a temperatura de entrada do ar de secagem e a concentração do material de parede. Como agentes encapsulantes foram utilizadas maltodextrina e goma arábica. Para avaliar a estabilidade do produto, a autora fez o levantamento da curva de adsorção de umidade do pó. Ambas as variáveis do processo, assim como a interação entre elas, apresentaram efeito significativo positivo em nível de 5% de probabilidade sobre o rendimento de suco em pó. A morfologia da microcápsula mostrou que o processo foi eficiente. Em relação aos agentes encapsulantes, o autor observou que a goma arábica apresentou maior eficiência na retenção de ácido ascórbico, e que, quando comparados os produtos microencapsulados aos sem encapsulação, os primeiros apresentaram maior estabilidade.

2. Suco de frutas

Suco ou sumo é bebida não fermentada, não concentrada e não diluída, obtida da fruta madura e sã, ou parte do vegetal de origem, por processamento tecnológico adequado, submetido a tratamento que assegure a sua apresentação e conservação até o momento do consumo. O suco não poderá conter substâncias estranhas à fruta ou parte do vegetal de sua origem, excetuadas as previstas na legislação específica (Brasil, 1994).

O tipo de fruta, bem como suas características varietais, maturidade, variação natural, clima e práticas de cultura, influenciam a composição do suco, assim como seu processamento.

De acordo com Girard e Fukumoto (2000), o suco de frutas nada mais é do que um líquido com algumas partículas sólidas, compostas principalmente de material da parede celular.

A maior parte dos sucos de frutas contém entre 75 a 90% de água, de 9 a 25% de açúcares, de 1 a 5% de ácidos orgânicos, de 0,1 a 0,2% de fibra dietética e de 0,2 a 0,6% de proteína. Outros componentes estão presentes em traços, tais como minerais, vitaminas, constituintes de aroma, pigmentos, lipídeos, nucleotídeos, amido, pectina e microorganismos.

O mercado de suco de frutas na Europa é caracterizado pela crescente segmentação, com muitas áreas em expansão, como as bebidas esportivas. O interesse dos consumidores em ter uma vida saudável contribui diretamente para seu crescimento (Anônimo, 2000).

No Brasil, observa-se também um grande crescimento nessa área. Entre 1994 e 1995, o consumo de bebidas à base de suco de frutas, particularmente as bebidas esportivas, aumentou 300% (Viglio, 1996; Ferraz, 1998).

Sendo o Brasil um país tropical, com a chegada do verão o consumo de bebidas em geral cresce cerca de 40%, o que tem um impacto direto no setor de suco de

frutas. Em 1997, o consumo de suco pronto para beber foi de 58 milhões de litros, o de sucos concentrados de 637 milhões de litros e o de refrescos à base de pó de 1,2 bilhões de litros (Martinelli, 1998).

Dentro desse segmento de suco de frutas estão o suco clarificado e o clarificado concentrado, que podem ser obtidos por meio de métodos tradicionais ou pela tecnologia de membrana.

Ultimamente, uma grande variedade de novos produtos elaborados a partir de suco de fruta clarificado é encontrada no mercado. Os sucos clarificados são conhecidos pela limpidez e homogeneidade do produto. Segundo Vaillant (2000), há uma lista exaustiva de produtos obtidos a partir de sucos clarificados tais como bebidas gasosas, águas aromáticas, água mineral natural saborizada, bebidas alcoólicas, chá gelado; confeitos; bebidas energéticas claras para esportistas, coquetéis e sorvetes; produtos geleificados naturais (geléias, gelatinas etc.); mel de frutas ou açúcares de frutas; produtos cosméticos.

Uma tendência atual é a mistura direta de suco clarificado a bebidas alcoólicas nobres como conhaque, rum, vodka, ou a bebidas destiladas para elaboração rápida de licores de frutas.

Mas, além desse grande mercado existem também razões tecnológicas que justificam a clarificação de suco de frutas. A eliminação de sólidos em suspensão é um tratamento indispensável antes de o suco ser passado sobre uma resina de troca iônica, facilita também o processo de desacidificação por eletrodialise e a concentração por tecnologia de membranas (Carabasa *et al.*, 1998; Goloubev e Salen, 1989; Vaillant, 2000).

A clarificação de suco de frutas, quando realizada através de processos com membranas apresentam como vantagem a obtenção de um suco de qualidade nutricional e sensorial superior ao obtido pelos métodos tradicionais, além de ser estável microbiologicamente, devido à pasteurização a frio (Friedrich, 1995).

A concentração pode ser considerada uma forma de conservação, por reduzir a atividade de água do alimento, principalmente para sucos de frutas. Esse processo também leva a uma redução de peso e volume, o que resulta em imediata vantagem econômica.

Vários trabalhos foram realizados comparando os processos de concentração térmicos e não-térmicos para sucos de frutas, e o que se observa é que, por mais estudos que já tenham sido feitos em relação à evaporação convencional, incluindo-se a adição de sistemas caros e sofisticados de recuperação de aroma, seu impacto na qualidade nutricional e sensorial ainda é negativo (Jariel *et al.*, 1996).

Atualmente existem alternativas para a concentração de suco de frutas a baixa temperatura. A crioconcentração, a osmose inversa e a evaporação osmótica são exemplos destas, porém, os dois primeiros métodos possuem uma pequena utilização em escala industrial devido à dificuldade em atingir concentrações superiores a 40°brix (Jariel *et al.* 1996; Gostoli, 1998). A evaporação osmótica tem sido estudada principalmente em laboratórios (Courel, 2000_a). Alguns trabalhos foram feitos, em escala industrial, para concentração de suco na Austrália (Johnson *et al.* 1989).

Com base no tamanho dos componentes do suco e na limitação dos processos de separação com membranas, a osmose inversa e a evaporação osmótica são usadas, principalmente, para a concentração de sucos, e a ultrafiltração e a microfiltração, para a clarificação, pela remoção de partículas em suspensão e colóides.

3. Tecnologia de membranas

A utilização de processos não-convencionais de separação, fracionamento e concentração vem sendo incrementada face à necessidade de se reduzir o consumo de energia elétrica, assim como melhorar a qualidade dos alimentos processados e seus subprodutos de alto valor agregado. Destacam-se entre esses processos não-convencionais os que utilizam a tecnologia de membrana: osmose inversa (OI), ultrafiltração (UF), nanofiltração (NF), microfiltração (MF), eletrodialise e pervaporação e, mais recentemente, a evaporação osmótica (EO) (Mulder, 1991; Jariel *et al.* 1996).

A microfiltração, a ultrafiltração e a osmose inversa são os processos com membranas de maior interesse para a indústria de alimentos. A microfiltração e a ultrafiltração diferem basicamente no tamanho médio dos poros das membranas filtrantes utilizadas em cada um deles, ou seja, possuem o mecanismo de separação de exclusão por tamanho, resultando em diferentes faixas de pressões operacionais (Cheryan, 1998). A osmose inversa tem seu mecanismo de separação por afinidade, sorção e difusão. Já a evaporação osmótica, que vem sendo estudada com grande interesse como método de concentração pelo fato de ser um processo que também ocorre à temperatura e pressão ambientes, atingindo valores de concentração similares à evaporação (60° brix), possui o mesmo mecanismo de separação da microfiltração e ultrafiltração, porém difere desses dois processos em relação à força motriz para separação. O suco obtido, quando reconstituído, mostra-se muito similar ao suco natural (Beaudry e Lampi, 1990; Jariel *et al.*, 1996; Hogan *et al.*, 1998; Gostoli, 1998; Courel, 1999).

A tecnologia de membrana, quando comparada aos processos convencionais, apresenta a vantagem de, geralmente, prescindir do uso de calor, favorecendo, portanto, a preservação de nutrientes e constituintes de aroma e sabor, importantes para a qualidade do produto final.

O processo de separação baseia-se na permeabilidade seletiva de um ou mais constituintes fluidos através de uma membrana. Os mecanismos que determinam

o transporte de massa nos diferentes processos de membrana variam em função do tipo de membrana e da força motriz (Rosenberg, 1995).

A tecnologia de membrana tem tido aplicações, durante as três últimas décadas, nas indústrias farmacêuticas, nucleares, têxteis, químicas, de alimentos e outras. As principais e mais importantes aplicações dessa tecnologia na indústria de alimentos consistem na concentração e fracionamento de produtos lácteos e na clarificação e purificação de bebidas (Petrus, 1997; Rodrigues, 1998).

3.1. Membranas

Mesmo sendo os processos de separação por membranas baseados em diferentes princípios ou mecanismos de separação, todos possuem algo em comum: a membrana, considerada o componente central, o coração de um equipamento de filtração (Mulder, 1991).

3.1.1. Tipos de membranas

Uma membrana pode ser mais ou menos espessa e ter estrutura homogênea ou heterogênea; o transporte através dela pode ser passivo ou ativo, e ela pode ser ainda eletricamente neutra ou carregada (Mulder, 1991).

A membrana pode ser classificada, de acordo com sua estrutura morfológica, em isotrópica ou simétrica e anisotrópica ou assimétrica. As assimétricas têm a vantagem de apresentarem uma permeabilidade à água cem vezes maior que as simétricas, sendo preferidas e usadas nos processos de UF e OI (Paulson *et al.*, 1984; Maubois, 1991; Girard e Fukumoto 2000), enquanto algumas membranas simétricas são utilizadas no processo de microfiltração (Medina e Garcia III, 1988).

Uma grande variedade de materiais pode ser usada na confecção de uma membrana. Hoje, o material pode ser classificado em quatro gerações, baseadas em seu desenvolvimento. A primeira geração de membranas é de base celulósica,

possui um limite quanto à temperatura (50°C) e ao pH (3 a 8), susceptibilidade ao crescimento de microorganismos e baixa durabilidade. A segunda geração de membranas é representada por polímeros sintéticos como poliamidas, poliimidas, polisulfonas, poliarilsulfonas, polivinilideno, nylon e policarbonato, entre outros. Esses materiais possuem maior resistência quando comparados à celulose, ou seja, são resistentes à hidrólise e a ataques de microorganismos, porém são menos resistentes ao cloro (Cheryan, 1998). A terceira geração é representada por membranas de material inorgânico mineral, óxido de zircônio e alumina, depositado em uma superfície de grafite. Foram desenvolvidas pela indústria nuclear, e a partir da década de 80 se tornaram disponíveis comercialmente na França e nos Estados Unidos. Suas grandes vantagens são a possibilidade de serem esterilizadas, de suportarem altas pressões e de tolerarem soluções com pH entre 0 e 14 e temperaturas superiores a 400°C. Em trabalhos mais recentes (Girard e Fukumoto, 2000), pode-se verificar o surgimento de uma nova geração de membranas, a quarta geração, que é composta de membranas feitas de fibra de carbono, porém pouco se sabe sobre sua utilização e vantagens. (Finnigan, 1988, Maubois, 1991; Sutherland e Free, 1991; Zanini, 1994, Girard e Fukumoto, 2000).

A retenção de compostos que possuem o mesmo peso molecular pode diferir conforme o fabricante da membrana. Esta diferença é dada por alguns fatores conhecidos por afetar a retenção de solutos pela membrana, e, são assim, critérios importantes para sua seleção. Esses fatores podem ser intrínsecos a solução/soluto como a forma, o tamanho, a viscosidade, o pH, a força iônica, etc, ou podem ser fatores relacionados à força motriz (ΔP , ΔC , ΔT) e podem também estar relacionados a membrana propriamente dita, como a espessura, o tamanho e a distribuição dos poros, a morfologia, a tortuosidade, etc. (Paulson *et al.*, 1984; Köseoglu e Lusas, 1989; Girard e Fukumoto, 2000).

3.1.2. Características das membranas

As mais importantes características das membranas, segundo Cheryan (1998) e Petrus (1997), são:

Espessura, para membranas de mesma característica morfológica, quanto maior a espessura da subcamada, maior será a resistência ao fluxo e, portanto, menor a taxa de permeação. Uma resistência importante que precisa ser levada em consideração é a do suporte macroporoso, que é preparado a partir de outro material no qual a membrana é depositada durante sua elaboração.

Porosidade, que não deve ser confundida com tamanho dos poros, sendo entendida como uma relação entre a parte sólida e os poros da membrana. Esta pode ser relativa apenas à parte superficial da membrana, sendo expressa em poros/cm², ou referir-se a toda ela, sendo expressa em densidade da membrana/densidade do polímero, não sendo considerado o suporte da membrana.

Diâmetro dos poros, em que o valor determinado representa a média dos diversos tamanhos desses poros. Essa determinação experimental pode ser feita por meio de microscópio eletrônico de varredura, de porosimetria de mercúrio, de porosimetria de deslocamento de líquido e de uso de soluções de polímeros polidispersos (Botino, *et al.* citados por Petrus, 1997).

Permeabilidade, que é uma determinação que permite quantificar o material que atravessa a membrana. O mecanismo de transporte é o do fluxo capilar convectivo, em que cada poro é assimilado a um capilar, onde o fluxo total é a soma de todos os escoamentos (Duclert, 1990).

A permeabilidade à água é uma das determinações mais importantes e simples, já que não é destrutiva, e é fundamental na caracterização de uma membrana, pois garante a eficiência do processo de limpeza e a reprodutibilidade dos resultados.

A eficiência de uma determinada membrana depende de dois parâmetros: sua seletividade e o fluxo através da membrana (permeabilidade), que é definido como o volume que flui através da membrana por unidade de área e tempo, expressa usualmente como l/hm^2 . Pode ser também diretamente convertido a fluxo de massa (kg/hm^2) e fluxo molar usando a densidade e o peso molecular (mol/hm^2) (Mulder, 1991).

A seletividade de uma membrana pode ser expressa por dois parâmetros, a retenção (R) e o fator de separação (α). É mais conveniente expressar a seletividade em termos de retenção (R) quando se tem um mistura aquosa diluída, contendo solvente (preferencialmente água) e soluto. O valor de R varia de 0 a 100%, ou seja, quando R é igual a 100% significa que houve completa retenção de soluto. A retenção (R) é dada pela Equação 1.1.

$$R = 1 - \frac{c_f}{c_p} \quad (1.1.)$$

onde: c_f é a concentração de soluto na alimentação e c_p é a concentração de soluto no permeado.

A seletividade da membrana através de mistura de gases e de líquidos orgânicos é usualmente expressa em fator de separação. A escolha de (α) deve ser maior que 1 para que ocorra a separação dos componentes. Para uma mistura composta por A e B o fator de seletividade é dado pela equação 1.2. (Mulder, 1991).

$$\alpha_{A/B} = \frac{y_A/y_B}{x_A/x_B} \quad (1.2.)$$

onde: y_A e y_B são as concentrações dos componentes A e B no permeado e x_A e x_B são as concentrações dos componentes na alimentação.

Em se tratando de escala industrial, em que são processados grandes volumes de fluido, a eficiência do processo de separação (volume processado por unidade de

tempo) é importante para a viabilidade do processo, sendo, portanto, preferidas as membranas que apresentam alta taxa de fluxo sem prejuízo de suas propriedades seletivas (Petrus, 1997).

3.2. Configuração do módulo

As configurações de um módulo são as estruturas que dão suporte e acondicionam a membrana. Geralmente, um sistema não consiste de apenas um único módulo, mas de um certo número deles arranjados conjuntamente (Girard e Fukumoto 2000). Para a escolha de um módulo, além da parte econômica alguns aspectos técnicos devem ser considerados, tais como o tipo de dificuldade para separação, a facilidade de operação, a compactação do sistema, a escala, e a possibilidade e facilidade de substituição da membrana.

Existem vários tipos de módulos disponíveis no mercado, entre eles o de quadros e placas, o tubular, o espiral e o de fibras ocas. Cada um deles possui particularidades, vantagens e desvantagens em relação a desempenho, custo de investimento, custo operacional, volume morto e eficiência de limpeza, que foram analisadas por vários autores (Paulson *et al.*, 1984, Dziezak, 1990, Koseglu *et al.*, 1991_a, Maubois, 1991, Maldonado, 1991, Nóbrega, 1995, Bird, 1996, Cheryan, 1998).

A configuração tubular é amplamente utilizada para clarificação de sucos de frutas porque seus canais de diâmetro largo permitem a filtração de solução com elevado teor de solutos, com alto desempenho de processo. Outras configurações, com canais menores, podem ser também consideradas para sucos de frutas, porém uma pré-filtração pode ser necessária.

Todas as configurações de módulos podem ser usadas no processo de osmose inversa para concentração de sucos, pois a alimentação é feita com suco previamente clarificado (Girard e Fukumoto. 2000).

3.3. Problemas potenciais

Durante um processo de separação por membranas, o desempenho do sistema pode mudar muito em função do tempo de processo, ou seja, o fluxo através da membrana diminui em função do tempo. Esse comportamento se deve principalmente aos fenômenos de polarização da concentração, de entupimento e de compactação da membrana (Cheryan, 1998).

Polarização de concentração: é um fenômeno fluido-dinâmico reversível, resultado do acúmulo de solutos retidos pela membrana na sua superfície, onde sua concentração aumenta gradualmente com o tempo de processo. Esses solutos se movem para a superfície da membrana por meio de um transporte convectivo. A concentração de soluto acumulado pode se tornar tão alta que uma camada de gel se forma. Isso acontece principalmente em soluções que contêm proteínas (Dziezak, 1990; Köseoglu *et al.* 1991; Cheryan, 1998; Girard e Fukumoto, 2000). Nos processos de ultrafiltração e microfiltração, esse fenômeno é mais acentuado devido aos altos fluxos e aos baixos coeficientes de transferência de massa, que resultam em um baixo coeficiente de difusão de solutos (Mulder, 1991). A camada de gel só pode ser removida através de uma ação de limpeza.

Entupimento: é resultado da penetração de solutos presentes em solução de macromoléculas ou de suspensões coloidais nos poros da membrana. Também acarreta uma diminuição no fluxo e altera as características de retenção. Está relacionado à polarização por concentração, apesar de ambos serem fenômenos distintos. O entupimento depende de parâmetros físicos e químicos, como concentração, temperatura, pH, força iônica e interações específicas (ponte de hidrogênio, interação dipolo-dipolo) (Dziezak, 1990; Mulder, 1991, Cheryan, 1998; Girard e Fukumoto, 2000).

Ao contrário da polarização de concentração, cujos efeitos podem ser reduzidos ou controlados, os efeitos do entupimento são caracterizados por um declínio irreversível da velocidade de permeação (Chiang e Cheryan, 1987).

Compactação da membrana: é um fenômeno manifestado pela diminuição da espessura da membrana e pela compressão dos poros, com redução da passagem de permeado através da membrana. A perda de elasticidade da membrana, desenvolvida pela pressão hidráulica usada, afeta a separação. Após o 'relaxamento' (efeito da redução da pressão), o fluxo retorna ou não aos valores originais, dependendo se a deformação sofrida pela membrana foi reversível ou irreversível. Este é um fenômeno muito característico de membrana assimétrica de microfiltração (Mulder, 1991).

Para diminuir os efeitos dos fenômenos de polarização, formação de camada de gel e entupimento – e também levando-se em conta o aspecto econômico –, é necessário que se estabeleça um controle das condições operacionais. São elas: a temperatura, a concentração da solução a ser separada e qualquer tipo de promotor de turbulência como a velocidade de circulação e a pressão (Cheryan, 1998).

Altas temperaturas levam a um aumento do fluxo de permeado, tanto na região controlada pela pressão quanto na região controlada pela transferência de massa. Na região controlada pela pressão, o efeito da temperatura sobre o fluxo é devido a seu efeito na densidade e viscosidade do fluido. Altas temperaturas ($> 55^{\circ}\text{C}$) podem também minimizar os problemas de crescimento de microorganismos (Cheryan, 1998).

Nos processos de microfiltração, ultrafiltração, nanofiltração e osmose inversa a força motriz, ou seja, a força que promove a separação dos constituintes do fluido através da membrana é a pressão. Entretanto, pressões elevadas em geral compactam a membrana, e nos processo de microfiltração e ultrafiltração facilitam a formação da camada de gel e modificam a seletividade do sistema, intensificando por vezes o entupimento. Sendo assim, nem sempre o aumento de pressão corresponde a um aumento do fluxo; na realidade, ela pode até mesmo causar danos à integridade física da membrana. Nos processos de evaporação osmótica e pervaporação a força motriz é a diferença de concentração (ΔC).

Além do controle das condições operacionais, o pré-tratamento da solução de alimentação é uma outra alternativa para minimizar o efeito dos fenômenos de polarização, formação da camada de gel e entupimento durante o processo.

Os métodos de pré-tratamento empregados podem ser ajuste de pH, adição de agentes complexantes, adsorção com carvão ativo, clarificação química, pré-microfiltração e pré-ultrafiltração (Mulder, 1991).

As características das membranas (distribuição e tamanho de poros, a hidrofilia ou hidrofobia, estrutura e morfologia) são fatores que podem influenciar na ocorrência destes fenômenos. Nas membranas de microfiltração e ultrafiltração o entupimento é mais intenso se comparadas às de osmose inversa, que são membranas densas. (Mulder, 1991).

A limpeza e sanitização da membrana são feitas para garantir as condições higiênico-sanitárias da membrana e para restabelecer o fluxo. A frequência com que as membranas precisam ser limpas pode ser estimada pela otimização do processo. Porém, é recomendado que isso seja feito a cada início e final de processo, e que seja repetido até que o fluxo original seja alcançado. Três métodos de limpeza podem ser destacados: a hidráulica, a mecânica e a química. A escolha do método de limpeza depende da configuração do módulo, da resistência química da membrana e do tipo de soluto encontrado (Mulder, 1991).

A limpeza hidráulica consiste em inverter a direção do fluxo e na alteração de pressão, em período pré-estabelecido. Esse método é aplicado apenas às membranas de microfiltração e ultrafiltração. O método mecânico pode ser aplicado apenas a sistema tubulares, usando-se uma esponja. Já a limpeza química, em que um número grande de agentes químicos é usado em conjunto ou separadamente, é a mais importante das três. A concentração química e o tempo de limpeza são fatores relativamente importantes para a resistência química da membrana (Mulder, 1991).

3.4. Tipos de processos

Em resumo, os processos de separação e concentração por membranas – microfiltração, ultrafiltração, osmose inversa e nanofiltração – consistem na separação de um componente de uma mistura aquosa ou gasosa através de uma membrana seletiva sob o efeito de um gradiente de pressão (ΔP). Contudo, a própria natureza da membrana controla quais componentes permeiam e quais são retidos pela membrana. Apesar de a força motriz desses processos ser a mesma, ΔP , a OI se diferencia por ser um processo que utiliza membranas densas, sendo considerada como uma técnica essencialmente de remoção da água das soluções (Mulder, 1991).

Nos processos de MF, UF e NF, onde são usadas membranas porosas, os componentes da solução que possuem tamanho inferior aos poros da membrana passam através dela e são chamados de permeado; já as partículas maiores, que são retidas pela membrana, são denominadas de retido (Cheryan, 1998).

Nos processos de pervaporação, diálise e evaporação osmótica a separação de um componente da mistura se dá através de um gradiente de concentração (ΔC), e assim como na osmose inversa, na pervaporação também são utilizadas membranas densas enquanto que nos processos de diálise e evaporação osmótica são usadas membranas porosas. Já a eletrodialise, depende principalmente da diferença de potencial elétrico (ΔV) e membranas seletivas iônicas (porosas) para realizar a separação entre espécies carregadas ionicamente (Cheryan, 1998).

Segundo Nóbrega (1995), os processos de separação por membranas economizam energia, possuem uma certa especificidade, permitem a separação de compostos termossensíveis e são de fácil utilização.

A seguir serão apresentadas algumas informações sobre a microfiltração, a ultrafiltração, a osmose inversa e a evaporação osmótica, processos estudados neste trabalho.

3.4.1. Microfiltração e ultrafiltração

A microfiltração e a ultrafiltração envolvem a separação de um grande número de macromoléculas. A pressão necessária que requerem é inferior às usadas no processo de osmose inversa; mesmo assim, um alto fluxo pode ser alcançado. O que basicamente difere esses dois processos é o tamanho de poro da membrana e, conseqüentemente, a pressão de trabalho, ou seja, na ultrafiltração são usadas membranas com menor de tamanho de poro, com isso, a resistência à permeação aumenta e como conseqüência aumenta a pressão aplicada.

A microfiltração separa macromoléculas e sólidos em suspensão em uma faixa de 0,02 a 2 micron. Partículas maiores podem ser separadas por filtração convencional. Exemplos de material removido por esse método são amido, bactérias, fungos, leveduras e óleos emulsificados.

A ultrafiltração é considerada um processo moderno de separação com membranas semipermeáveis, que foi introduzido nas indústrias de alimentos no final dos anos 70 e mais largamente utilizado a partir da década seguinte. Comparada a outros processos de separação ainda é pouco utilizada, mas tem um potencial enorme e seu crescimento e sua difusão são cada vez maiores. As membranas vêm se tornando cada vez mais baratas e resistentes aos agentes químicos de limpeza e têm uma maior vida útil em relação às primeiras que surgiram no mercado (Petrus, 1997).

No processo de ultrafiltração pode-se obter simultaneamente fracionamento e concentração de componentes da corrente de processo. Esse processo separa solutos ainda menores que os separados pela microfiltração, com peso molecular de corte na faixa de 500 a 300,000 Daltons. A pressão empregada varia de 2 a 10 bar. Proteínas, gordura, vírus, gomas, glicose e pigmentos são exemplos de alguns materiais retidos por esse processo.

As membranas de microfiltração e ultrafiltração são classificadas principalmente de acordo com o tamanho do composto que quer separar. No processo de

microfiltração, o tamanho das partículas é especificado por microns (μm), enquanto que as membranas de ultrafiltração são especificadas pelo peso molecular de corte. O termo peso molecular de corte é usado para descrever a capacidade potencial de separação de uma membrana de ultrafiltração (Cheryan, 1998).

O desempenho dos processos de microfiltração e ultrafiltração é dado pelo fluxo de permeado, que é definido com sendo a quantidade de fluido que passa através da membrana e é usualmente expresso em termos de volume por unidade de tempo por área, (l/hm^2), e é representado pela equação 1.3.

$$J = K (\Delta P) \quad (1.3)$$

onde: K é a constante de permeabilidade (que inclui todos os fatores estruturais como porosidade e tamanho e distribuição de poros), e ΔP , diferencial de pressão (força motriz).

Segundo Petrus (1997), as maiores vantagens do processo de ultrafiltração para clarificação de sucos são a redução do número de operações e da quantidade de mão-de-obra; a obtenção de um suco cristalino estável; a possibilidade de uma estabilização biológica; a preservação do sabor e do aroma; a possibilidade de automatização completa do processo; e o custo do equipamento. As principais desvantagens são o fato de que o processo não é recomendado para todos os tipos de suco; o fluxo de permeado ainda é relativamente baixo; e o tempo requerido para limpeza CIP (*Clean in Place*) é excessivo.

3.4.2. Osmose inversa

A osmose inversa ou hiperfiltração é a mais complexa das técnicas de membranas. Ela retém quase todos os solutos dissolvidos, incluindo sais, açúcares e íons, e permite a passagem de solvente. Esse processo tem sido largamente utilizado no Oriente Médio para dessalinizar água do mar ou recuperar água salobra. Na Arábia Saudita, onde o índice pluviométrico é menor que 4

polegadas por ano, a dessalinização de água gera cerca de um bilhão de galões de água por dia (Haggin, 1988).

A osmose é definida como um processo de permeabilidade do solvente através de uma membrana semipermeável, da região de menor concentração para a região de maior concentração de soluto. É possível reverter o fluxo normal da água através da membrana pela aplicação de uma pressão maior que a pressão osmótica no lado da membrana onde o soluto está em maior concentração. A este fenômeno dá-se o nome de osmose inversa.

A diferença entre a osmose inversa e a ultrafiltração está no tamanho do soluto a ser retido, conseqüentemente são necessárias membranas densas com uma resistência hidrodinâmica muito maior. Devido a sua grande resistência, uma pressão muito maior tem que ser aplicada a membrana para passar uma mesma quantidade de solvente.

Para que a água permeie através da membrana é necessário que a pressão exercida na solução seja maior que a sua pressão osmótica. O fluxo efetivo de água pode ser representado pela Equação 1.4.

$$J = K (\Delta P - \Delta \pi) \quad (1.4)$$

onde: $\Delta \pi$ é diferencial de pressão osmótica.

As vantagens da osmose inversa, segundo Matsuura (1974); Braddock *et al.* (1991) e Silva (1995), são: o produto é de melhor qualidade; não utiliza calor; retém os componentes do aroma e do sabor; não provoca caramelização; é um sistema fechado, o que evita perda de cor e 'escurecimento'; não envolve mudança de fase, o que reduz o gasto de energia, diminuindo o custo do processo; tem alta recuperação de aroma; requer pequeno espaço para instalação; o permeado apresenta pureza maior que o de qualquer outro processo de separação; e o equipamento e sua operação são simples. Porém, em como todo processo com membranas, a polarização da concentração é uma grande desvantagem deste processo requerendo limpeza freqüente do equipamento. A

baixa concentração de sólidos alcançada na concentração e a necessidade de bombas potentes devido à alta pressão utilizada são também desvantagens deste processo (Ramteke *et al.* 1993).

3.4.3. Evaporação osmótica

A evaporação osmótica (EO) é um outro processo de concentração por membranas capaz de remover a água de uma solução a baixa temperatura e pressão, através da diferença de concentração (ΔC) entre a solução a ser concentrada e uma solução concentrada. O processo atinge elevados valores de concentração (60° brix) e produz um concentrado de boa qualidade nutricional e sensorial (Hogan *et al.*, 1998; Courel, 1999). Esse processo pode ser aplicado ao suco integral e ao suco clarificado, sendo que neste seu desempenho é melhor (Gostoli, 1998; Vaillant *et al.*, 2001).

Os diferentes termos empregados na literatura para designar a evaporação osmótica demonstram a juventude dessa técnica: destilação osmótica, concentração osmótica por membrana, evaporação membrânica, destilação membrânica isotérmica, ou ainda extração gasosa por membrana (Courel, 1999 e Vaillant, 2000). Apesar de ser um processo recente, Beaundry e Lampi (1990) e Petrotos e Lazarides (2001) reportaram que seu princípio se baseia numa tecnologia já estudada por Popper e colaboradores em 1966, a osmose direta, da qual difere, a rigor, pelo tipo de membrana que utiliza.

A evaporação osmótica usa uma membrana microporosa hidrofóbica cujos dois lados estão em contato com líquidos de concentrações diferentes, um deles contendo uma solução aquosa diluída (suco) e o outro uma solução concentrada (Sol. Conc.), geralmente salmoura (Figura 1.2). A água do suco atravessa a membrana para o lado da salmoura. A membrana, por suas propriedades, restringe a passagem da salmoura para o suco e de outros constituintes do suco para a salmoura (Beaundry e Lampi, 1990; Hogan *et al.*, 1998).

O mecanismo de extração da água na evaporação osmótica se divide em três etapas: evaporação da água para a interface solução a ser concentrada/membrana, seguida pelo transporte difusivo em fase de vapor através dos poros e, por último, a condensação para a interface membrana/salmoura. A energia restituída da condensação da água na salmoura é transferida através da membrana, que se comporta como um bom trocador de calor, para realizar a evaporação da água da solução a ser concentrada (suco) (Jariel *et al.*, 1996; Hogan *et al.*, 1998; Courel, 1999; Vaillant, 2000).

Nenhum dos líquidos deve molhar a membrana, a fim de que os poros contidos de ar não se encham de líquido sob o efeito da força capilar. Criam-se então interfaces líquido-vapor nas extremidades dos poros e uma transferência de vapor d'água se instala. Os compostos voláteis poderão também se difundir através dos poros, à condição de que seus potenciais químicos sejam diferentes nas duas interfaces (Courel, 1999; Vaillant, 2000).

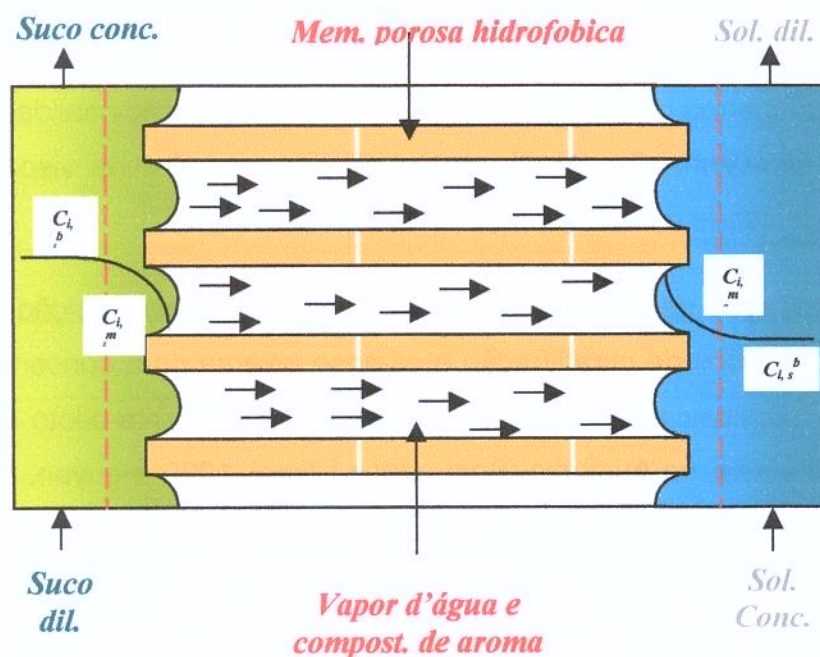


Figura 1.2: Princípio geral da evaporação osmótica

Fonte: Courel, 2000a.

A escolha da solução concentrada é fundamental para o bom desempenho do processo e deve obedecer a três critérios fundamentais: (1) não pode atravessar a membrana; (2) tem que possuir uma pressão osmótica superior à do suco; e (3) não pode ser tóxico ao alimento (Beaundry e Lampi, 1990; Gostoli, 1998).

A quantidade de água removida é proporcional à diferença da pressão osmótica da salmoura e do suco. Conforme o suco vai se concentrando, sua pressão osmótica aumenta e a remoção de água diminui (Beaundry e Lampi, 1990).

A presença de soluto em concentrações elevadas diminui a atividade de água da salmoura (pressão osmótica alta), induzindo um gradiente de pressão parcial, o qual se constitui na força motriz de transferência de água. Dessa forma, o fluxo de vapor d'água (N_w) é proporcional ao gradiente de pressão de vapor de soluto nas interfaces dos líquidos com a membrana (ΔP_w^m), e a constante de proporcionalidade (K_m) é chamada de permeabilidade da membrana (Equação 1.5):

$$N_w = K_m \Delta P_w^m \quad (1.5)$$

Os principais parâmetros que afetam a constante de proporcionalidade são a temperatura e a concentração, devido às influências que têm na viscosidade e difusividade, a velocidade e a espessura.

Atualmente, a avaliação de maior sucesso da aplicação da evaporação osmótica conjugada aos processos de ultrafiltração e osmose inversa para concentração de suco de frutas e vegetais está sendo conduzida em uma planta-piloto localizada em Mildura e Melbourne, na Austrália (Beaundry e Lampi, 1990; Nguyen, 1996).

4. Aplicações da tecnologia de membranas na clarificação e concentração de sucos

A maioria dos trabalhos publicados sobre clarificação de sucos de fruta se refere ao de maçã, para o qual a tecnologia de membranas já está sendo aplicada em escala industrial (Short, 1988). Mas também foram realizados vários estudos para avaliar a eficiência da microfiltração e ultrafiltração na clarificação e esterilização de sucos de outras frutas.

O desempenho do processo de ultrafiltração e a retenção de compostos aromáticos na clarificação de suco de maçã foram os objetivos do trabalho realizado por Rao *et al.* (1987). O desempenho do processo foi avaliado utilizando-se uma unidade-piloto de ultrafiltração, membrana de polissulfona, configuração fibra oca e diâmetro de poro de 50 kDa. A pressão transmembrana variou de 100 a 160 kPa, porém o fluxo máximo foi alcançado entre 140 e 145 kPa. O estudo da retenção dos compostos aromáticos no suco clarificado foi realizado em três processos – filtro de quadros e placas, filtro de tambor a vácuo e ultrafiltração (50 e 30 kDa) –, e os autores observaram que o suco filtrado em quadros e placas foi o que apresentou maior quantidade de compostos aromáticos, seguido pelo permeado da ultrafiltração, que apresentou maior quantidade que o suco filtrado por filtro a vácuo.

Wu *et al.* (1990) compararam e avaliaram os processos de microfiltração e ultrafiltração na clarificação de suco de maçã quanto à qualidade dos produtos obtidos e à eficiência do processo (fluxo e consumo de energia). Os autores notaram uma visível diferença entre os sucos obtidos pelos dois processos em relação à turbidez e à cor, ou seja, o suco permeado da microfiltração apresentou-se mais turvo e com coloração 'marrom', enquanto o permeado ultrafiltrado apresentou menor turbidez e coloração clara. Sensorialmente, não foi evidenciada diferença entre os sucos. Em relação à eficiência dos processos, a microfiltração apresentou uma média de fluxo superior ao da ultrafiltração, 119 l/hm² e 28,5 l/hm², respectivamente, nas mesmas condições de trabalho, não havendo

diferença no consumo de energia entre os processos. Contudo, o processo de microfiltração apresentou maior eficiência em menor tempo.

Constenla e Lozano (1995) compararam a qualidade do suco de maçã clarificado (cor e turbidez) obtido pelo processo convencional de clarificação e pelo processo de ultrafiltração (30, 50 e 100 kDa). Os resultados indicaram que a qualidade do suco obtido pela ultrafiltração foi superior à do clarificado obtido convencionalmente, após trinta semanas de estocagem a 37,5°C. Porém, o uso de enzimas provocou um aumento inicial dos valores de cor, provavelmente em virtude da quebra de substâncias coloridas em moléculas capazes de permear a membrana.

Os objetivos do trabalho realizado por Constenla e Lozano (1997) foram avaliar a influência dos parâmetros de operação e a presença de macromoléculas no fluxo de permeado de suco de maçã, além de estudar modelos matemáticos para a variação de fluxo de permeado em relação ao tempo de processo e o fator de concentração volumétrico. Os ensaios foram conduzidos em um módulo fibra oca, usando-se membranas de diferentes peso molecular de corte (30, 50 e 100 kDa). Os resultados mostraram que a vazão de circulação exerce influência no fluxo de permeado, pois quanto maior é a vazão maior é o fluxo. O peso molecular de corte das membranas não exerce influência no fluxo de permeado devido à característica de rejeição de soluto das membranas de fibra oca, que foi atribuída à formação de uma camada de gel que ocorreu após alguns minutos de processo. A pressão transmembrana tampouco mostrou evidências de influenciar o fluxo de permeado, pois na região de transferência de massa um aumento de 60% da pressão resultou em um crescimento de apenas 5% do fluxo de permeado.

Gao *et al.* (1997) avaliaram o efeito da ultrafiltração e da oxidação na estabilidade de suco de maçã, medido pela formação da turbidez. O processo de ultrafiltração foi conduzido à temperatura ambiente, usando-se membrana de peso molecular de corte de 10 kDa. Uma grande diferença foi observada entre os sucos obtidos pela filtração estéril e pela ultrafiltração, pois o suco clarificado pelo segundo processo não apresentou turbidez e manteve-se estável, sem apresentar-se turvo,

após estocagem por seis meses a 20°C. A eficiência do processo de ultrafiltração deveu-se provavelmente à remoção de polifenoloxidase residual no suco, a qual é responsável pela oxidação lenta durante a estocagem.

O processo de ultrafiltração para clarificação de suco de pêra foi aplicado com sucesso pelos pesquisadores Kirk *et al.* (1983). Eles testaram membranas de diferentes pesos moleculares de corte (10, 30 e 50 kDa), a diferentes temperaturas e pressões transmembranas, e verificaram que o fluxo alcançou um valor máximo a uma pressão de 157 kPa, velocidade de 0,15 m/s, a 50°C. As três membranas testadas produziram um suco límpido, de coloração âmbar, sem diferença visível da cor.

O efeito do pH e do tratamento enzimático na clarificação de suco de tangerina pelos processos de microfiltração e ultrafiltração foi estudado por Chamchong e Noomhorm (1991). O suco foi tratado com enzima poligalacturonase e o pH foi ajustado. Foram usadas cinco membranas com tamanho de poros diferentes (25.000 Da; 50.000 Da; 10.000 Da; 0,1 µm e 0,2 µm), variando-se a pressão transmembrana e a velocidade tangencial. O desempenho do processo foi avaliado em termos de fluxo e de claridade do permeado. O suco pré-tratado com ajuste de pH e tratamento enzimático resultou em um sobrenadante mais límpido do que o apenas tratado enzimaticamente. A membrana com diâmetro de poro de 0,1 µm apresentou maior fluxo de permeado, que cresceu com o aumento da pressão e da velocidade tangencial. Em relação à claridade do suco, os autores observaram que ela é maior quanto maior a pressão e menor a velocidade, devido ao efeito da camada de polarização na superfície da membrana, que age como uma segunda camada 'dinâmica' filtrante.

Mensah e Lozano (1992) estudaram a clarificação de suco de limão pelo processo de microfiltração como alternativa ao método convencional, com a finalidade de solucionar o problema de desestabilização do suco após a diluição do concentrado. Este é um grande problema que ocorre no processo convencional em virtude da presença de pectina e de proteínas, que não são removidas

totalmente. Inicialmente foi usado um sistema de bancada, provido de membranas cerâmicas com tamanho de poro de 0,07 μm , 0,2 μm e 0,5 μm . O suco clarificado obtido, após concentração e rediluição ao valor de brix inicial, não apresentou turvação nem formação de depósitos durante o tempo de armazenamento. Uma segunda etapa desse trabalho foi realizar os experimentos em escala piloto semi-industrial, para verificar a viabilidade da transferência dessa tecnologia para a indústria. O permeado obtido apresentou as mesmas características do suco obtido em escala laboratorial, o que, segundo os autores, significa que é um processo que pode ser aplicado em nível industrial.

O efeito do processo de ultrafiltração no teor de sólidos solúveis, sólidos em suspensão e aroma de suco de laranja foi estudado por Hernandez *et al.* (1992), usando um sistema piloto de ultrafiltração de fibra oca com membranas de polissulfona de 50.000 Daltons. O sistema foi operado a 15 psig de pressão transmembrana e a 25°C. O processo de ultrafiltração removeu totalmente os sólidos em suspensão e o teor de sólidos solúveis manteve-se o mesmo, tanto no permeado quanto no retido, resultando em um soro transparente de cor âmbar. Embora o peso molecular da pectina da laranja seja menor do que 20.000 Daltons, ficou aparente que as membranas foram capazes de retê-la, graças à associação da pectina com a protopectina e o material celulósico do suco. O efeito de polarização da concentração das membranas do sistema de ultrafiltração pode permitir a remoção de sólidos em suspensão de pesos moleculares menores do que o peso molecular de corte da membrana. Comparando-se os compostos aromáticos presentes no suco fresco, permeado e retido, observou-se que os compostos oxigenados como ésteres, aldeídos e álcoois passam pela membrana, enquanto compostos menos polares como limoneno e valenceno tendem a ficar retidos por ela.

Bali e Lozano (1992) compararam a composição aromática de suco de laranja clarificado por microfiltração usando membranas minerais (TiO_2 e ZrO_2) com diâmetro de poro de 0,2 μm . Eles observaram que, no retido, chamado de concentrado de polpa, houve um empobrecimento em compostos oxigenados

(aldeídos, ésteres e álcoois) em relação ao suco inicial. No clarificado, estável biologicamente, houve um enriquecimento dos compostos aromáticos característicos do aroma deste suco (aldeídos e ésteres), que ficaram superiores aos do início, e um empobrecimento em compostos terpenos.

Capannelli *et al.* (1992) estudaram a ultrafiltração de sucos de laranja e de limão objetivando avaliar a influência de diferentes tipos de membranas (cerâmicas e poliméricas) e configurações (tubular, plana e fibra oca) na qualidade do suco. Em geral, o fluxo de permeado manteve-se na faixa de 10 a 60 l/hm² para as condições estudadas, independentemente do tipo de membrana. Polpa, pectina e óleos essenciais foram removidos completamente nos dois sucos estudados. Os autores observaram também que membranas de composição química, peso molecular de corte e porosidade diferentes apresentaram comportamentos similares durante a ultrafiltração de ambos os sucos.

Outro trabalho desenvolvido por Capannelli *et al.* (1994) teve como finalidade estudar a aplicação da tecnologia de membranas na clarificação de sucos de laranja e de limão. Os experimentos foram conduzidos em uma unidade-piloto provida de membrana cerâmica tubular e membrana polimérica de fibra oca. Variaram-se as pressões transmembrana de 0,05-0,5 mPa e as velocidades tangenciais de 0,5-13 m/s, e a temperatura manteve-se constante a 40°C. Os resultados mostraram que o fluxo é fortemente dependente da velocidade tangencial e quase independente de valores médios de pressão superiores a 0,2 mPa. Os autores também observaram um comportamento diferente entre as membranas cerâmicas e poliméricas devido à diferença na formação de depósito na superfície da membrana, o qual exerce um controle efetivo na ultrafiltração. As membranas cerâmicas proporcionam maior fluxo que as membranas poliméricas, a baixo valor de número de Reynolds.

Johnson *et al.* (1996) estudaram as perdas de compostos voláteis em suco de laranja durante o processo de ultrafiltração e subsequente evaporação. Os álcoois e ésteres predominaram no permeado, enquanto terpeno (d-limoneno e valenceno) e aldeídos não-polares (octanal e decanal) foram verificados no

retentado da ultrafiltração. Algumas frações de componentes do aroma foram perdidas durante o processo. As essências aquassolúveis foram recuperadas durante a concentração por evaporação. Quando concentraram o suco integral, verificaram que tanto a fase oleosa quanto a aquosa foram recuperadas. A eficiência da recuperação individual dos componentes de aroma do permeado foi de 3 para 13%, e menor que 5% quando o suco foi concentrado integralmente.

O objetivo do estudo feito por Todisco *et al.* (1996) foi identificar as melhores condições de trabalho para minimizar o efeito do entupimento da membrana e identificar experimentalmente e teoricamente como ele ocorre na clarificação de suco de laranja por microfiltração, já que este é um dos grandes problemas que afetam esse tipo de processo. O trabalho foi realizado em um módulo Tri-cor 2 MFK, da Koch, com membrana de 0,3 μm , variando a velocidade tangencial e a pressão transmembrana, já que estes são os principais fatores que causam entupimento, além da composição do suco. Os autores observaram que a baixos valores de velocidade tangencial e diferença de pressão o mecanismo de entupimento é o chamado 'bolo filtrante'. Nessas condições de operação, o fluxo decai nos primeiros 20 a 30 minutos, até atingir gradualmente um valor limite. Quando trabalharam com velocidade e diferença de pressão altas, o fluxo de permeado limite aumentou a um fator igual a 4, o que significa que, sob essas condições de processo, o mecanismo foi controlado pelo 'poro bloqueado'. Isso quer dizer que a formação da camada de gel é minimizada, apesar de a área filtrante estar reduzida e de o fluxo de permeado se tornar praticamente invariável em função do tempo.

Hart *et al.* (1994) estudaram o efeito das enzimas pectinase e celulase, separadas e em mistura, no processo de microfiltração de purê de damasco. A enzima pectinase foi eficaz no aumento de fluxo de permeado a uma concentração de 75 ppm, tendo o fluxo aumentado com o tempo de processo. Já a enzima celulase acarretou uma diminuição do fluxo de permeado quando usada sozinha ou combinada com a pectinase, mesmo ocorrendo uma alta redução da viscosidade do suco. Ambas as enzimas foram parcialmente retidas pela membrana,

provocando um aumento de sua concentração no retido, significando uma grande vantagem ao processo já que, ao adicionar uma nova batelada do purê no tanque de alimentação, o mesmo pode conter uma concentração menor de enzima.

Um estudo similar ao realizado por Hart *et al.* (1994) foi feito por Vaillant *et al.* (1999). Nele, os autores também estudaram a influência de enzimas no desempenho do processo de microfiltração. Foram testadas as enzimas Cytolase CL, Rapidase Press, Rapidase Polimaq 2 F, Rapidase Liq+, em formulações e concentrações diferentes, e foram determinadas para cada formulação e concentração as mesmas condições, uma hora como tempo de incubação, a 36°C. O processo de microfiltração foi realizado em um módulo tubular provido de membranas cerâmicas com diâmetro de poro de 0,2 μm . Ao contrário do observado por Hart *et al.* (1994), Vaillant *et al.* (1999) observaram que o melhor efeito sobre o fluxo de permeado foi obtido usando-se uma mistura de enzimas, observando-se uma sinergia entre a atividade das enzimas pectinase e celulase. Os autores observaram também que a velocidade influenciou no fluxo de permeado, mas a pressão transmembrana não exerceu influência significativa. O suco permeado obtido apresentou alta qualidade sensorial com uma pequena diminuição da intensidade de aroma, e o retido pela membrana apresentou características similares às do suco original, podendo ser reutilizado devido à atividade enzimática residual.

Yu e Chiang (1986) estudaram a possibilidade de se usar o processo de ultrafiltração conectado a um evaporador para concentração de suco de maracujá. Verificaram que a ultrafiltração teve como vantagem a recuperação dos mais importantes constituintes do aroma característico do suco e a melhoria do processo de evaporação, pela facilidade de transferência de calor devido à ausência de macromoléculas. Sensorialmente, o suco reconstituído (clarificado UF + concentrado Evaporação) apresentou uma perda de aroma, porém esta não foi significativamente diferente na sua aceitação global.

Estratégias para a otimização econômica do processo de clarificação de sucos de frutas usando-se microfiltração foram estudadas mais recentemente por Vaillant *et al.* (2001b). Usando-se membranas tubulares cerâmicas, com diâmetro de poro de 0,2 μm , o processo foi aplicado a seis frutas tropicais (manga, abacaxi, 'naranjilha', amora preta, tangerina e maracujá). Os autores observaram que o custo está diretamente ligado ao fator de redução volumétrico e à quantidade de polpa existente no suco, ou seja, controlando-se o fator de redução volumétrica e o aumento do teor de sólidos solúveis do suco foi possível alcançar o mesmo nível de concentração do suco inicial, obtendo-se um retido muito similar a ele. Esse suco pode ser reintroduzido na linha de produção do suco com polpa. Essa estratégia foi executada com sucos integrais, através de um processo contínuo com alimentação constante e com remoção do retido, a fim de manter o teor de sólidos solúveis constante. Durante o experimento, o fluxo de permeado flutuou em torno de um valor médio, não apresentando sinais de declínio.

A clarificação de suco de acerola por tratamento enzimático (Pectinex Ultra SP-L e Citrozym LS) e microfiltração (0,3 μm) foi o objeto do estudo realizado por Matta *et al.* (2000). O tratamento enzimático foi eficiente na redução da viscosidade do suco, porém uma maior redução foi observada usando-se a enzima Pectinex. A redução da viscosidade foi maior com maior tempo de incubação (40 minutos), porém a concentração de enzimas (0,01 e 0,02 %) não exerceu influência sobre ela. A microfiltração produziu um suco clarificado, com boa qualidade microbiológica e pequena perda de vitamina C (4,4%). O tratamento enzimático resultou em uma melhoria no fluxo de permeado do processo de ultrafiltração em aproximadamente 100%.

A ultrafiltração e a osmose inversa têm sido utilizadas com sucesso para separação e concentração de sucos de frutas e outros produtos fluidos (Merson e Morgan, 1968; Matsuura *et al.*, 1974; Braddock *et al.*, 1991; Chou *et al.*, 1991; Sheu e Wiley, 1983, 1984; Dziezak, 1990). Elas oferecem baixos custos operacionais sem degradação oxidativa ou térmica do produto (Maldonado, 1991). Proporcionam um alto grau de retenção de componentes de aroma quando

comparadas com processos convencionais que utilizam o aquecimento, a exemplo dos concentradores a vácuo. Oferecem também a possibilidade de substituição das etapas de filtração e de decantação do processo convencional, obtendo-se uma produtividade mais alta. Asseguram ainda a esterilidade do produto final e possibilitam a etapa de pasteurização (Tanada, 1996).

Merson e Morgan (1968) concentraram suco de maçã e de laranja pelo processo de osmose inversa com membranas de acetato de celulose modificado, com o objetivo de mostrar as vantagens e limitações desse processo. O desempenho da membrana é dado pelo índice de permeação e por sua seletividade. Os sucos foram concentrados com excelente retenção de açúcar. Os autores também observaram nesse estudo que a retenção de aromas depende da natureza química da molécula.

Sheu e Wiley (1983) realizaram um estudo para avaliar a eficiência do processo de osmose inversa na concentração de suco de maçã e determinar a qualidade do produto concentrado. Nesse estudo, os autores utilizaram suco concentrado a 72°brix, diluído para 10°brix antes do início do processo. Para a execução dos experimentos de osmose inversa foi utilizado um sistema de ultrafiltração/osmose inversa, módulo quadros e placas. Foram avaliados quatro tipos de membranas comerciais, de acetato de celulose (CA-865 e CA-990) e alta resistência (HR-95 e HR98). Para avaliar o efeito da pressão sobre a concentração os experimentos foram conduzidos a 35 bar, 40 bar e 45 bar. A temperatura foi mantida em 20°C.

As membranas HR-95, HR-98 e CA-990 apresentaram características similares de capacidade de processo e de limites de concentração. A recuperação de aroma usando-se membranas CA e HR a baixas pressões de operação foi menor do que a altas pressões. Isso deveu-se ao aumento da pressão osmótica do suco durante o processo de concentração. Assim, a baixas pressões de operação, os aromas voláteis tiveram uma maior oportunidade de se difundir através da membrana para o lado do permeado. Os autores conseguiram a recuperação de 97% de solutos e 87% dos aromas voláteis da maçã usando as membranas HR-95 e HR-98.

Sheu e Wiley (1984) estudaram os efeitos da pressão, da temperatura e dos tipos de membranas na retenção de açúcar no processo de concentração de suco de maçã por osmose inversa. Foi utilizado módulo UF/OI, configuração quadros e placas (DDS), com área efetiva da membrana de $0,36\text{m}^2$. Trinta litros de suco a 10°brix , diluído a partir de suco concentrado a 72°brix e congelado, foram concentrados à 20°brix . Esse estudo mostrou que as membranas de alta resistência (HR) são mais eficientes na retenção dos açúcares do que as membranas de acetato de celulose (CA), e que tanto a temperatura quanto a pressão tiveram um efeito significativo na recuperação desses açúcares. As condições de operação ótimas para as membranas HR foram a 40°C , 40 bar, com 98% de retenção de açúcares e fluxo de $16,7\text{ L/hm}^2$.

Chua *et al.* (1987) estudaram a concentração de suco de maçã em uma unidade em escala piloto de osmose inversa, utilizando módulo espiral provido de membranas de acetato de celulose com 97% (CA - 97) e 99% (CA - 99) de rejeição ao NaCl e uma membrana de poliamida experimental (PA - 99) com 99% de rejeição ao NaCl. O processo foi conduzido a temperatura ambiente, variando de $21,1^\circ\text{C}$ a $26,7^\circ\text{C}$. A pressão média através da membrana variou de 480 kPa. O fluxo de permeado para as membranas de acetato de celulose (CA - 97 e CA - 99) e para a membrana de poliamida (PA - 99) decresceram linearmente com o aumento do teor de sólidos solúveis do concentrado. Quando comparadas as membranas CA - 99 e C - 97 observou-se que esta teve um maior fluxo na concentração. Isso era esperado, já que a CA - 97 tem menor rejeição ao sal o que permite um fluxo maior. A membrana PA - 99 apresentou fluxo e taxa de concentração maiores do que as de acetato de celulose (CA). Foi realizada também uma análise cromatográfica das amostras retiradas da corrente de alimentação, do permeado e do concentrado, e um balanço de massas dos compostos voláteis ativos. A membrana de poliamida PA - 99 reteve 45% do total de voláteis ativos, contra 23% da de acetato de celulose CA - 99.

Chou *et al.* (1991) tiveram como objetivo do seu trabalho de pesquisa estudar os efeitos das configurações e dos tipos de membranas, a pressão e a temperatura

do processo de osmose inversa, na recuperação de compostos do sabor de suco de maçã. Foram utilizadas as configurações quadros e placas da DDS e espiral. As membranas usadas no estudo foram de poliéster e poliamida de filme composto. O estudo foi realizado a pressões de 35, 43 e 50 bar para cada configuração com cada membrana. Cada uma das pressões foi estudada a 20°C, 30°C e 40°C. O suco inicial, a 10°brix, foi concentrado a 20°brix. As condições de baixa temperatura, 20°C, e alta pressão, 50 bar, foram os parâmetros de operação mais efetivos para a recuperação de sabor e aroma. Comparando-se as duas configurações, quadros e placas e espiral, observou-se que a espiral apresentou um fluxo de permeado bem maior para que se atingisse a concentração desejada, 20°brix. O aumento da pressão resultou em um fluxo maior, reduzindo o tempo do processo. A consequência desse aumento do fluxo foi a diminuição das perdas de compostos aromáticos, atribuída à volatilização e à adesão à membrana. Já um aumento da temperatura do processo resultou na diminuição da retenção de aromas.

O objetivo do trabalho realizado por Alvarez *et al.* (2000) foi desenvolver uma tecnologia alternativa para produzir suco de maçã concentrado rico em aromas integrando processos com membranas. O processo envolve as seguintes operações: um reator enzimático de membranas (EMR) para clarificação do suco, osmose inversa para pré-concentração (25°brix), pervaporação para concentrar o aroma e uma etapa final de evaporação para concentrar o suco a 72°brix. O suco clarificado por EMR apresentou-se mais límpido (0,3 NTU) e brilhante que o obtido pelo método convencional (7,8 NTU). A rejeição de compostos voláteis pela osmose inversa foi superior a 90%. O processo integrado com membranas produziu um suco final de qualidade satisfatória, com um capital total investido 14% inferior ao do processo convencional.

O experimento realizado por Medina e Garcia III (1988) teve como finalidade avaliar o potencial e a capacidade da osmose inversa para concentração de suco de laranja. Os resultados apresentados indicam que esse processo produziu um suco concentrado de boa qualidade, no qual a recuperação de voláteis foi maior

que a esperada e a de açúcares superior à de ácidos. Portanto, a relação brix/acidez aumentou durante o processamento, melhorando um dos indicadores de qualidade do produto, que é a maior percepção do sabor doce.

Silva (1995) utilizou os processos combinados de ultrafiltração e de osmose inversa em módulos de placas para concentrar suco de laranja, obtendo fator de concentração de 3.9 à pressão de 60 bar. A etapa de ultrafiltração se mostrou eficiente na retenção de compostos de alto peso molecular e na produção de um permeado clarificado, facilitando o processo de concentração por osmose inversa.

Uma pesquisa realizada por Kane *et al.* (1995) avaliou a eficiência do processo de osmose inversa na concentração de aroma de suco de limão. Uma ótima concentração foi conseguida trabalhando-se a alta pressão e a temperatura média, apresentando-se uma boa retenção de voláteis com índices razoáveis de permeação. A osmose inversa mostrou ter um bom potencial para concentração de aroma de limão, por ser um processo não-térmico que mantém alta qualidade do aroma.

Yildiz *et al.* (1993) realizaram um trabalho de pesquisa no qual compararam concentrados de tomates obtidos por osmose inversa e por evaporação quanto às características químicas, físicas, microbiológicas e sensoriais. Os resultados indicaram que o processo por osmose inversa pode produzir concentrado de tomate similar ou superior ao obtido por evaporação.

Tanada (1996) utilizou, com sucesso, os processos combinados de ultrafiltração e osmose inversa para obtenção de um extrato concentrado de banana isento de enzimas polifenol oxidases. A ultrafiltração foi realizada com membrana de polisulfona com peso molecular de corte de 20 kDa a duas pressões transmembranas, 6 e 8 bar. O processo a 6 bar foi o que apresentou fluxo de permeado mais estável e um menor declínio deste com o tempo de processo e a concentração de soluto. Para a osmose inversa foram utilizadas membranas de filme composto (HR 95). Foram realizados quatro processos, a 40 bar e a 60 bar, dos sucos ultrafiltrados a 6 e 8 bar. Os processos a 60 bar apresentaram melhores

resultados, destacando-se entre eles o suco ultrafiltrado a 6 bar, que foi o que apresentou maior fluxo médio de permeado (27,8 L/hm²) e maior concentração final (31°brix) num menor tempo de processo.

Ollé *et al.* (1997) estudaram o efeito dos processos com membranas de microfiltração e de osmose inversa sobre a composição aromática de purê de manga. Para o processo de microfiltração foi usada membrana cerâmica (0,2 µm) e para o de osmose inversa membrana FILMTEC® RO Elements (SW 30-2540). O suco retido pela membrana de microfiltração apresentou as mesmas características de aroma do suco fresco, no qual foram encontrados hidrocarbonetos, terpenos e terpenos oxigenados. Já o clarificado apresentou apenas um composto, que também foi encontrado no retido. Esse trabalho indica que a microfiltração pode ser por si só um processo de baixo custo para concentração de purê de manga com retenção dos compostos aromáticos, não havendo a necessidade da concentração por osmose inversa.

Muito embora o processo de concentração por osmose inversa tenha tido sucesso, seu uso na indústria é limitado por ser difícil alcançar alto nível de concentração com ele. Por isso, a evaporação osmótica vem sendo estudada como uma alternativa promissora a ela.

Jeanton *et al.* (1999) estudaram a concentração de suco de maracujá pelos processos combinados de microfiltração e evaporação osmótica. O suco alcançou concentração de 60°brix, uma atividade de água de 0,81 e alta pressão osmótica. Combinado com o pH ácido, essas características resultaram em um suco estável microbiologicamente, que pode ser mantido apenas sob refrigeração.

Com a finalidade de comparar processos de concentração, Courel (1999), em seu trabalho, estudou a evaporação osmótica (EO) e o processo de evaporação a vácuo (EV). Os ensaios de concentração foram conduzidos utilizando-se suco de maracujá em uma unidade piloto de EO e um dispositivo de evaporação sob vácuo. O objetivo desse estudo foi comparar o desempenho dos dois processos, bem como o fator de concentração e a qualidade organoléptica do suco. O

processo de EO foi conduzido a uma temperatura média de 30°C, pressão máxima de 2.10^5 Pa, média do fluxo evaporatório de 12 a 40°brix de 5kg/h, e atingiu um fator de concentração (°brix final/°brix inicial) de 3,4 a 3,7. Já o processo EV foi conduzido a uma temperatura média que variou de 36 a 41°C, pressão de 3 a 4.10^3 Pa, fluxo evaporatório de 2,1 kg/h, e atingiu um fator de concentração de 2,8. De acordo com os resultados obtidos, verificou-se que o suco concentrado por EO obteve um grau de concentração maior que o obtido por EV, 49°brix e 41°brix, respectivamente. Outra alteração considerável foi o valor da viscosidade aparente, que foi de 898 mPa.s para o suco concentrado por EO e de 325mPa.s para EV. As demais respostas não mostraram diferenças significativas entre os sucos concentrados obtidos pelos dois processos.

O objetivo do trabalho realizado por Vaillant *et al.* (2001) foi avaliar o potencial do processo de evaporação osmótica na concentração de suco clarificado de maracujá em escala industrial levando em consideração o impacto na qualidade do produto. O equipamento de evaporação osmótica utiliza membranas de fibra oca com diâmetro de poro de 0,2 μm e área de permeação de 10,2 m^2 . Foi utilizado suco clarificado tratado enzimaticamente e clarificado por microfiltração. A velocidade tangencial, a temperatura e a concentração da salmoura exerceram grande influência no fluxo evaporatório. O fluxo evaporatório médio foi de 0,65 kg/hm^2 para suco concentrado até 40°brix, e de 0,50 kg/hm^2 para concentração até 60°brix. O teor de vitamina C foi preservado no suco concentrado.

Shaw *et al.* (2001) estudaram o processo de evaporação osmótica na concentração de suco de maracujá e de laranja (duas amostras) avaliando a qualidade sensorial e nutricional do produto obtido. Os sucos foram inicialmente clarificados por microfiltração. A evaporação osmótica se deu em um módulo provido de membranas de fibra oca com diâmetro de poro de 0,2 μm . O agente osmótico usado foi uma solução de CaCl_2 (4,6M). Os resultados mostram que a média de retenção individual de compostos voláteis para as amostras de suco de laranja foi de 66% e 69%, e do suco de maracujá de 61%, sendo que essa perda foi sentida pelos provadores após a rediluição dos sucos.

O trabalho realizado por Barbe *et al.* (1998) teve como finalidade investigar a existência de uma relação entre a perda de voláteis orgânicos durante o processo de destilação osmótica e o diâmetro de poro na superfície da membrana. Para os experimentos foram utilizadas soluções modelo aromáticas de suco de laranja e de uva, e testadas nove membranas com tamanho de poro diferente. O agente osmótico foi o CaCl_2 . De modo geral, a perda de voláteis orgânicos foi maior quanto menor o diâmetro de poro da membrana. Esse resultado repetiu-se nos dois sucos estudados.

O uso da tecnologia de destilação osmótica foi estudado por Courel *et al.* (2000b) na concentração de uma solução modelo binária água e açúcar. Nesse estudo, os autores verificaram a influência da concentração de soluto (lado salmoura e suco); velocidade tangencial e temperatura no fluxo evaporatório. A concentração de soluto mostrou-se a variável de maior influência, em virtude da atividade de água da salmoura e da viscosidade da solução modelo. O efeito da polarização por concentração no lado da salmoura não é insignificante, e tem que ser levado em consideração na otimização do processo. O fluxo evaporatório pode aumentar significativamente com o aumento da diferença de temperatura e com a diferença de concentração de soluto entre os dois lados da membrana.

5. Referências bibliográficas

1. ALVARADO VERTIZ , M. A . **Posibilidades del cultivo del camu-camu en el Peru , Myrciaria dubia.** Lima ,1969 51p. Monografia graduação – Pontificia Universidad Catolica del Peru .
2. ÁLVAREZ, S.; RIERA, F.A.; *et al.* A new integrated membrane process for producing clarified apple juice and apple juice aroma concentrate. **Journal of Food Engineering.** v. 46, p. 109-125, 2000.
3. ANDRADE, J. de C **Curvas de maturação e características nutricionais do camu-camu (Myrciaria dubia (H. B.K.) Mc.Vaugh) cultivado em terra firme da Amazônia Central.** Tese de Doutorado apresentada na Faculdade de Engenharia de Alimentos/UNICAMP, 1991, 177p.
4. ANDRADE J.S.; ARAGÃO C.G.; GALEAZZI M.A.M.; FERREIRA S.A.N.; Changes in Concentration of Total Vitamin C During Maturation and Ripening of Camu-camu (*Myrciaria dubia* (H.B.K) Mc Vaugh) Fruits Cultivated in the Upland of Brazilian (Central Amazon), **Acta Horticulturae** 370 p. 177-180, 1995.
5. Anônimo. The international retail market for fruit juices. **Fruit Processing.** n.12, p.476-481, 2000.
6. BALI, R.; LOZANO, Y. Comparaison de la composition aromatique des produits nouveaux issus du jus d'orange traité par microfiltration em flux tangentiel sur des membranes minérales de développement récent. **Agrumes.** Numéro Spécial. p.273-274, 1992.
7. BARBE, A.M.; BARTLEY, J.P.; JACOBS, A.L.; JOHNSON, R.A. Retention of volatile organic flavour/fragrance components in the concentration of liquid foods by osmotic distillation. **Journal of Membrane Science.** v. 145, p.67-75, 1998.
8. BRASIL - MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, Lei nº 8.918 de 14 de julho de 1994.
9. BEAUNDRY E.G.; LAMPI K.A. Osmotic concentration of fruit juice. **Flüssiges Obst.** 10 p. 663-6634 e 654-656, 1990.

10. BIRD, J. The application of membrane systems in the dairy industry. **Journal of the Society of Dairy Technology**. v. 49, n. 1, 1996.
11. BRADDOCK, R. J.; SADLER, G. D. ; CHEN, C. S. Reverse osmosis concentration of aqueous-phase citrus juice essence. **Journal of Food Science** v.56, n.4, p.1027-1029, 1991.
12. CAPANNELLI, G. BOTTINO, A.; MUNARI, S; BALLARINO, G.; MIRZAIAN, H.; RISPOLI, G.; LISTER, D.G.; MASCHIO, G. Ultrafiltration of Fresh orange and lemon juices. **Lebensm. Wiss. U.-Technol.** v. 25, p.518-522, 1992.
13. CAPANNELLI, G. BOTTINO, A.; MUNARI, S. The use of membrane processes in the clarification of orange and lemon juices. **Journal of Food Engineering**. v.21, p.473-483, 1994.
14. CARABASA, M.; IBARZ, A.; GARZA, S.; BARBOSA, C.G.V. Removal of dark compounds from clarified juices by adsorption processes. **Journal of Food Engineering**. v.37, n.1, p.25-41, 1998.
15. CARVALHO, M.C. Amazônia busca parceiro para co-produto. **Jornal Folha de São Paulo** – Dinheiro – 10 de maio de 1998.
16. CHAMCHONG, M.; NOOMHORM, A. Effect of pH and enzymatic treatment on microfiltration and ultrafiltration of tangerine juice. **Journal of Food Process Engineering**. v. 14, p. 21-34, 1991.
17. CHIANG, B. H.; CHERYAN, M. Modelling of Hollow Fiber Ultrafiltration of Skim Milk Under Mass - Transfer Conditions. **J. Food Engineering**, v. 6, n.4, p.241-255, 1987.
18. CHERYAN, M. Ultrafiltration and microfiltration Handbook. Lancaster, 1998. Technomic Publishing Company, Inc. 527p.
19. CHOU, F.; WILEY, R. C. SCHILIMME, D. V. Reverse Osmosis and Flavour in Apple Juice Concentration. **Journal of Food Science**. v. 56, n. 2, p.484-487, 1991.

20. CHUA, H. T.; RAO, M. A.; ACRRE, T. E.; CUNNINGHAM, D. G. Reverse Osmosis Concentration of Apple Juice: Flux and Flavor Retention by Cellulose Acetate and Polyamide **Membranes Journal of Food Process Engineering** v.9, p.231-245, 1987.
21. CONSTENLA, D.T.; LOZANO, J.E. Effect of ultrafiltration on concentrated apple juice colour and turbidity. **International Journal of Food Science and Technology**. V.30, p.23-30, 1995.
22. CONSTENLA, D. T.; LOZANO, J.E. Hollow fibre ultrafiltration of apple juice: Macroscopic approach. **Lebensm. Wiss. U.-Technol.** v.30, p.373-378, 1997.
23. COUREL, M. Etude des transferts de matière en évaporation osmotique: Application à la concentration des jus de fruits. **Génie des procédés**. Thèse de Doctorat; Montpellier, Université Montpellier II – Science et technologiques du languedoc: 1999, 260p.
24. COUREL, M; DORNIER, M.; RIOS, G. M.; REYNES, M. Modelling of water transport in osmotic distillation using asymmetric membrane. **Journal of Membrane Science**. V. 173, p.107-122, 2000a.
25. COUREL, M; DORNIER, M.; HERRY, J.M.; RIOS, G. M.; REYNES, M. Effect of operating conditions on water transport during the concentration of sucrose solutions by osmotic distillation. **Journal of Membrane Science**. V. 170, p.281-289, 2000b.
26. DIB TAXI, C.M. A. **Suco de Camu Camu (Myrciaria dúbia) Microencapsulado Obtido Através da Secagem por Atomização**. Tese de Doutorado apresentada na Faculdade de Engenharia de Alimentos/UNICAMP, 2001, 166p.
27. DUCLERT, F. **Étude de divers phenomenes de colmatage limitant l'ecoulement l'eau a travers une membrane minerale microporeuse**. Tese (doutorado em Engenharia Química) - Academie de Montpellier - USTL Montpellier-França, 1990, 170 p.
28. DZIEZAK, J. D. Membrane Separation Technology Offers Processors Unlimited Potential. **Food technology**, v. 44, n. 9, p. 108-113, 1990.

29. FALCÃO, M.A.; FERREIRA, S.A.N; FLORES, W.B.C.; CLEMENT, R.C. Aspectos fenológicos e ecológicos de camu camu (*Myrciaria dúbia* H.B.K. Mc. Vaigh) na terre firme da Amazônia Central, In: X Congresso Brasileiro de Fruticultura, **Anais**. Manaus, 1989.
30. FERRAZ, S. O verão é época de isotônicos. **Superhiper**. p. 84-86, 88,90, 92, dezembro 1998.
31. FERREIRA, S. A. N. Camu-camu . **Informativo da Sociedade Brasileira de Fruticultura**, Campinas , v. 5, n. 2, p.11-12 , 1986 .
32. FERREYRA , H. R. El "camu-camu" nueva fuente natural de vitamina C .**Bol. Exp. Agropecuaria** , Lima , v. 7, n. 4, p.28-31 , 1959.
33. FINNIGAN, T. Membrane processing. **Journal of the Society of Dairy Technology**. v. 41, n. 3, p.65-66, 1988.
34. FRANCO M. R.; SHIMAMOTO, T. Volatiles Composition of some Brazilian fruits: Umbu-caja (*Sondias citherea*), Camu camu (*Myrciaria dubia*), Araçá-boi (*Eugenia stipitala*) and Cupuaçu (*Theobroma grandiflorum*), **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 48, n. 4, p.1263-1265, 2000.
35. FRIEDRICH, C. La stérilisation à froid, c'est pour demain. **Process**. n.1103, p. 29-30, 1995.
36. GAO, L.; BEVERIDGE, T.; REID, C.A. Effects of processing and packaging conditions on haze formation in apple juices. **Lebensm. Wiss u. Technol**. v. 30, p.23-29, 1997.
37. GIRARD, B.; FUKUMOTO, L. R. Membrane Processing of Fruit Juice and Beverages: A Review. **Food Science and Nutrition**, v. 40, n. 2, p. 91-157, 2000.
38. GOLOUBEV, V.N.; SALEN, B. Traitement à électrodialyse du jus d'orange. **Industries Agricoles et Alimentaires**. v.106, n.3, p.175-177, 1989.
39. GOSTOLI, C. Gás membrane extraction: A new technique for the production of high quality juice. **Fruit Processing**. V.10, p. 417-421. 1998

40. HART, M.R.; NG, K.C.; HANNI, P.F.; HUXSOLE, C.C. Effect of enzymes on microfiltration of apricot puree. **Journal of Food Process Engineering**. v.17, p. 19-32, 1994.
41. HAGGIN, J. New Generation of Membranes Develop for Industrial Separation **Chem. Eng. News**, v. 66, n.23, p.7, 1988.
42. 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 of Agriculture and Food Chemistry** v.40, p.968-988, 1992.
43. HOGAN, P.A.; CANNING, R.P.; PETERSON, P.A.; JOHNSON, R.A., MICHAELS, A.S. A new option: Osmotic distillation. **Chemical Engineering Progress**. P. 49-61, julho 1998.
44. JARIEL, O.; REYNES, M.; COUREL, M.; DURAND, N.; DORNIER, M. Comparision de quelques techniques de concentration des jus de fruits. **Fruits**, v. 51, p.437-450, 1996.
45. JEANTON, E.; VAILLANT, F.; DORNIER, M. New concentration methods for passion fruit juice. **Fruitrop**, v.56, p.9, 1999.
46. JOHNSON, J.R.; BRADDOCK, R.J. e CHEN C.S. Flavor Losses in Orange Juice During Ultrafiltration and Subsequent Evaporation. **Journal of Food Science**. V. 61, n. 3, p.540-543, 1996.
47. KANE, L. BRADDOCK, R.J.; SIMS, C.A.; MATTHEWS, R.F. Lemon juice aroma concentration by reverse osmosis. **Journal of Food Science**. v.60, n. 1, 1995.
48. KIRK, D.E.; MONTEGOMERY, M.W.; KORTEKAAS, M.G. Clarification of pear juice by hollow fiber ultrafiltration. **Journal of Food Science**. v.48, p.1663-1666, 1983.
49. KÖSEOĞLU, S. S.; LUSAS, E. W. Aqueous, Membrane and Adsorptive Separation of Vegetable Proteins. **Proceeding of the world congress on vegetable protein utilization in human foods and animal foodstuffs. Conference Singapore**, October, 1985: 528-547, 1989.

50. KÖSEOĞLU, S. S.; RHEE, K. C.; LUSAS, E. W.; Membrane Separation and Applications in Cereal Processing. **Cereal Food World**, v. 36; n. 4, p. 376-383, 1991a.
51. KÖSEOĞLU, S. S.; LAWHON, J. T., LUSAS, E. W. Vegetal juices produced with membrane technology. **Food Technology** p.124-130, 1991b.
52. MALDONADO, J. **Membranas e Processos de Separação**. Instituto Nacional de Tecnologia. Maio 1991.
53. MARTINELLI, S. Fabricantes de sucos têm sede de negócios. **Superhiper**. p.46-48, 50, 52 e 55, dezembro 1998.
54. MATSURA, T.; BAXTER, A.G.; SOURIRAJAN, S. Studies on Reverse Osmosis for Concentration of Fruit Juices. **J. Food. Sci.**, 39: 704, 1974.
55. MATTA, V. M.; CABRAL, L.M.C.; MORETTI, R.H. Clarification of acerola juice by enzymatic treatment and microfiltration. **Alimentaria**. n. 309, p. 127-130, 2000.
56. MAUBOIS, J. L. New Application of Membrane Technology in Dairy Industry. **The Australian Journal of Dairy Technology** v.46, n.2, p.91-95, 1991.
57. MEDINA, B. G.; GARCIA A. III. Concentration of Orange Juice by Reverse Osmosis. **Journal of Food Process Engineering**. v. 10 p. 217-230, 1988.
58. MENSAH, A. e LOZANO, Y. Application de la microfiltration tangentiel dans la fabrication de concentrés citriques. **Agrumes**. Numéro spécial, p. 271-272, 1992.
59. MERSON, R.L.; MORGAN JUNIOR, A.I. Juice Concentration by Reverse Osmosis. **Food Technol.** 22: 631, 1968.
60. MULDER, M. **Basic principles of membrane technology**. sl.: Kluwer Academic Publishers, 1991.
61. NGUYEN, M.H. Australia developments in membrane processing of liquid foods. **Food Australia**. v.48, n.5, p. 232-233, 1996.

62. NOBREGA, R. Processos de Separação por Membranas – Workshop CTAA/EMBRAPA – Rio de Janeiro, dezembro de 1995.
63. OLLÉ, D.; BARON, A.; LOZANO, Y.F.; SZNAPER, C.; BAUMES, R.; BAYONOVE, C. BRILLOUET, J.M. Microfiltration and reverse osmosis affect recovery of mango puree flavor compounds. **Journal of Food Science**. v. 62, n.6, p.1116-1119, 1997.
64. PAULSON, D. J.; WILON, R. L.; DEAN SPATZ, D. Crossflow Membrane Technology and its Application. **Food Technology** v. 38, n. 12, p. 77-87, 1984.
65. PETER C. M.; VASQUEZ A. Estudios ecológicos de camu camu (*Myrciaria dubia*). I. Produccion de frutos em poblaciones naturales. **Acta Amazônica**, v. 16/17, p. 161-174, 1986/1987.
66. PETROTOS, K. B. e LAZARIDES, H.N. Osmotic concentration of liquid foods. **Journal of Food Engineering**. V. 49, p. 201-206, 2001.
67. PETRUS, J. C. C., Preparação, Modificação e Caracterização de membranas Assimétricas Para Clarificação de Suco de Frutas: UNICAMP: Faculdade de Engenharia de Alimentos, 1997. Tese Doutorado.
68. RAMETEKE, R.S.; SINGH, N.I.; REKHA, M.N. EIPESON, W.E. Methods for concentration of fruit juice: A critical evaluation. **Journal of Food Science and Technology**. v. 30, n. 6, p. 391-402, 1993.
69. 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 of Food Science**. v.52, n.2, p. 375-377, 1987.
70. RODRIGUES, R. B., Tecnologia para obtenção de concentrado natural de aroma e sabor de cogumelo shiitake (*Lentinula edodes* Sing.) por processo conjugado de ultrafiltração e osmose inversa: UNICAMP: Faculdade de Engenharia de Alimentos, 1998. Tese de Mestrado.
71. ROSENBERG, M. Current and Future Applications for Membrane Processes in the Dairy Industry. **Trends in Food Science and technology**, v.6, p. 12-19, Janeiro de 1995.

72. SHAW, P.E.; LEBRUN, M.; DORNIER, M. DUCAMP, M.N.; COUREL, M.; REYNES, M. Evaluation of concentrated orange and passionfruit juices prepared by osmotic evaporation. **Lebensm. Wiss u. Technol.** v. 34, p.60-65, 2001.
73. SHEU, M.J.; WILEY, R.C. Preconcentration of Apple Juice by Reverse Osmosis. **J.Food Sci.**, v. 48, p.422-429, 1983.
74. SHEU, M.J.; WILEY, R.C. Influence of Reverse Osmosis on Sugar Retention in Apple Juice Concentration. **J.Food Sci.**, v.49: p.304, 1984.
75. SHORT, J.L. **Desalination**, v.70, p.341-352, 1988.
76. SILVA, F.T. Concentração de Suco de Laranja (*Citrus sinensis*) por Osmose Inversa. Campinas: UNICAMP: Faculdade de Engenharia de Alimentos, 1995. Tese Mestrado.
77. SILVA S.; TASSARA, H. **Frutas no Brasil**, Empresa das Artes, São Paulo, 1996, 230p.
78. SILVA , S. E. L; Souza , A. G. C. de. **Avaliação do desempenho do camu-camu (*Myrciaria dubia* (H. B. K.) Mc.Vaugh) em terra firme na região de Manaus** , AM , Embrapa-CPAA , Manaus, 1996 (Pesquisa em Andamento) , 2p.
79. SOUZA, A. G. C *et al.* **Fruteiras da Amazônia**. Biblioteca Botânica Brasileira, p. 75-77 Brasília – Embrapa/ Serviço de Produção de Informação, 1996.
80. SUTHERLAND, J. ; FREE, M. J. A Method for Monitoring Leakage Through Membranes During Ultrafiltration of Milk. **Austr. J. Dairy Technol.**, v. 46, n. 1, p. 40-2, 1991.
81. TANADA, P. S. **Obtenção de Extrato de Banana (*Musa cavendishii*) Isento de Polifenol Oxidase Por Ultrafiltração e Concentrado por Osmose Inversa** UNICAMP Faculdade de Engenharia de Alimentos 1996, Tese de Mestrado.

82. TODISCO, S.; PEÑA, E.; DRIOLI, E.; TALLARICO, P. Analysis of the fouling mechanism in microfiltration of orange juice. **Journal of Food Processing and Preservation**. v. 20, p.453-466, 1996.
83. VAILLANT, F.; MILLAN, A.; O'BRIEN, G.; DORNIER, M.; DECLOUX, M.; REYNES, M. Crossflow microfiltration of passion fruit juice after partial enzymatic liquefaction. **Journal of Food Engineering**. v. 42, p. 215-224, 1999.
84. VAILLANT, F. **Clarification et concentration de jus de fruits tropicaux pulpeux associant traitements enzymatiques, microfiltration tangentielle et evaporation osmotique**. Docteur Spécialité Génie des Procédés. L'École Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires, 2000. 246p.
85. VAILLANT, F.; MILLAN, A.; DORNIER, M.; DECLOUX, M.; REYNES, M. Strategy for economical optimization of the clarification of pulpy fruit juices using crossflow microfiltration. **Journal of Food Engineering**. v. 48, p. 83-90, 2001.
86. VAILLANT, F.; JEANTON, E.; DORNIER, M.; O'BRIEN, G.M.; REYNES, M.; DECLOUX, M. Concentration of passion fruit juice on an industrial pilot scale using osmotic evaporation. **Journal of Food Engineering**. v. 47, p. 195-202, 2001.
87. VIGLIO, E.B.C.L. Indústria de Alimentos – caracterização e tendências para o ano 2000. **Agroanalysis**. v.16, n.9, p.6-12, 1996.
88. VILLACHICA, L. H. **Frutales y hortalizas promisorios de la Amazônia**. Proyecto FAO/GCP/ RLA/118/NET, Lima Junio, 1996.
89. VILLACHICA, L. H. **El cultivo del camu-camu Myrciaria dubia (H. B. K.) Mc.Vaugh en la Amazônia Peruana**, Lima TRATADO DE COOPERACION AMAZÔNICA, 1996, 95P.
90. WU, M.L.; ZALL, R.R.; TZENG, W.C. Microfiltration and ultrafiltration comparison for apple juice clarification. **Journal of Food Science**. v.55, n.4, p.1162-1163, 1990.

91. YILDIZ, F.; BOZKUT, M. WILEY, R.C. Comparison of reverse osmosis and evaporation processing on the quality characteristics of tomato concentrates. **Food Control**. v.4, n. 3, p. 155-158, 1993.
92. YU, Z.R.; CHIANG, B.H. Passion fruit concentration by ultrafiltration and evaporation. **Journal of Food Science**. v. 51, n. 6, p.1501-1505, 1986.
93. ZANINI, J. M. Reaproveitamento de águas de lavagem das lavadoras de garrafas em indústria de bebidas. **Engarrafador Moderno** v.36, p.8-13, nov/dez 1994.
94. ZAPATA, S. M; DUFOUR, J. B. Camu-camu *Myrciaria dubia* (H. B. K.) Mc.Vaugh: Chemical composition of fruit **Journal Science Food Agricultural** v.61, p.349-351, 1993.

Capítulo II

CLARIFICAÇÃO DE SUCO DE CAMU CAMU POR PROCESSOS COM MEMBRANAS

1. Introdução

O camu camu (*Myrciaria dubia*) é um fruto nativo da Amazônia com alto teor em vitamina C (1500 a 3000 mg/100g de fruto). Como se trata de uma fruta muito ácida, não é consumida na forma *in natura*; ao invés disso, é transformada em refrescos, sorvetes e outros produtos similares na região de cultivo (Andrade, 1991).

O que se pode observar na literatura sobre o camu camu é o aumento considerável do número de trabalhos a respeito do seu aproveitamento tecnológico (Dib Táxi, 2001; Souza *et al.*, 2001; Rodrigues *et al.*, 1999; Campos, 1999) pois o que se tinha anteriormente eram apenas informações sobre seu cultivo e sobre algumas características químicas do fruto. Isso demonstra o interesse em viabilizar tecnologia que permita utilizar o fruto na elaboração de diferentes produtos para consumo, tais como sucos, e com isto disponibilizaria o produto durante o ano todo.

O crescente interesse dos consumidores por bebidas saudáveis e produtos para dietas contribui para o aumento do consumo de suco de frutas.

Pode-se constatar que o mercado de bebidas tornou-se extremamente diversificado nos últimos anos, principalmente devido à internacionalização de estilos de vida. Em meio a essa diversidade encontra-se uma grande variedade de produtos à base de suco de frutas clarificado. Para esses produtos, transparência e homogeneidade são características essenciais, que podem ser obtidas com a remoção completa dos sólidos em suspensão (Vaillant *et al.*, 2001).

Sabe-se que transformações industriais podem levar a perdas de nutrientes e de compostos de aromas. Porém, quando são utilizados processos que não empregam altas temperaturas, obtêm-se produtos de melhor qualidade.

Os processos de separação por membranas na clarificação de suco de frutas vêm sendo uma boa alternativa quando comparados aos métodos tradicionais. Por um lado, eles produzem sucos de melhor qualidade sensorial e nutricional. Por outro, são econômicos, por serem processos não-térmicos, que não envolvem mudança de fase nem requerem a adição de agentes químicos. Além disso, dispensam diversas etapas exigidas pelos métodos convencionais, que são trabalhosos e necessitam grandes tanques de refino, assim como grandes quantidades de enzimas e terra diatomácea. A clarificação de suco de frutas pelo processos de microfiltração e ultrafiltração possui ainda a vantagem de ser um processo de esterilização a frio. Essas características vêm se tornando fatores importantes na produção de novos sucos de frutas com sabor natural fresco e livres de aditivos (Todisco *et al.*, 1996; Fukumoto *et al.*, 1998; Matta, 1999; Vaillant, 2000).

De maneira geral, a ultrafiltração (UF) e a microfiltração (MF) podem ser definidos como processos de separação de uma solução através de uma membrana seletiva, que diferem entre si quanto ao diâmetro de poros da membrana e à pressão aplicada. Esses processos estão substituindo os métodos de filtração tradicionais para clarificação de suco de maçã, produto sobre o qual as pesquisas existem em maior número (Fukumoto *et al.*, 1998).

Fukumoto *et al.* (1998) estudaram a clarificação de suco de maçã pelos processos de microfiltração e de ultrafiltração. Para esse estudo foram usadas membranas cerâmicas com diâmetro de poros de 0,2 μm e 0,02 μm , de microfiltração e ultrafiltração, respectivamente, com a finalidade de comparar o desempenho do processo através do fluxo de permeado e da qualidade do produto final. Foram feitos o controle da despectinização e um tratamento com ácido ascórbico no suco para redução das reações de oxidação. Foram estudados os efeitos da velocidade tangencial (4, 6, 8 e 9 m/s), da pressão transmembrana (69, 138, 207 e 276 kPa) e da temperatura (25, 35 e 50°C) para determinar a melhor condição de trabalho. Quando comparados os diâmetros de poro das membranas, os autores verificaram um fluxo ligeiramente maior para a membrana de 0,02 μm , o que significa que a membrana de 0,2 μm era mais suscetível ao entupimento e este influenciou no comportamento do fluxo. Quanto aos outros fatores estudados, os autores observaram que quanto maior a temperatura e a velocidade tangencial maior o fluxo, e quanto maior a pressão também maior o fluxo, porém até um certo limite.

Vários outros estudos já foram realizados para clarificação de sucos de frutas diversas, tais como maracujá, uva, acerola, manga, pêra, laranja, damasco, abacaxi, limão e tangerina (Gassaye *et al.*, 1991; Chamchong e Noomhorm, 1991; Lozano, 1992; Hart *et al.*, 1994; Todisco, *et al.*, 1996; Ollé *et al.*, 1997; Matta *et al.*, 2000; Vaillant *et al.*, 2001), com ótimos resultados, o que vem tornando essa metodologia muito interessante para a indústria.

O presente trabalho teve como objetivo estudar a clarificação e a esterilização do suco de camu camu por microfiltração e ultrafiltração visando a obtenção de um suco de alta qualidade sensorial e nutricional.

2. Material e métodos

2.1. Material

2.1.1. Matéria-prima

A matéria-prima usada para os testes preliminares de tratamento enzimático e para os ensaios de otimização do processo de clarificação e esterilização a frio de suco de camu camu foram frutas congeladas adquiridas na Ceasa do Rio de Janeiro (RJ). A informação é de que as frutas seriam provenientes de Porto Velho (RO). Eram frutas em estágio de maturação de verde para maduro, apresentando muitas delas coloração ainda verde; o que não impediu que o objetivo proposto fosse alcançado.

2.2. Métodos

Todos os ensaios de testes preliminares e de otimização do processo foram realizados na planta-piloto de operações unitárias da Embrapa Agroindústria de Alimentos, no Rio de Janeiro (RJ).

Para a realização dos experimentos, as frutas foram descongeladas, selecionadas, lavadas e finalmente sanitizadas com solução de hipoclorito de sódio a 0,02% de cloro. O despulpamento foi realizado em um despulpador Bonina 0,25 df, com peneira de 0,6 mm, previamente sanitizada com solução de hipoclorito de sódio a 0,011% de cloro.

2.2.1. Testes preliminares - Tratamento enzimático

Esta etapa foi realizada como um estudo de pré-tratamento para a microfiltração (MF) e a ultrafiltração (UF) com a finalidade de reduzir a viscosidade da polpa e com isso melhorar o desempenho dos processos.

Os ensaios foram realizados em escala laboratorial. Foi realizado um delineamento experimental fatorial simples 2^2 , em duplicata, com duplicata também no ponto central, resultando em um total de 10 ensaios, tendo como variáveis independentes o tempo de incubação e a concentração de enzima e como variável dependente a viscosidade aparente da polpa, conforme a Tabela 2.1. A temperatura durante o tratamento enzimático foi mantida em 35°C, temperatura ótima de atuação da enzima, conforme recomendação do fornecedor. Os tempos de incubação utilizados foram 30 e 60 minutos, e as concentrações enzimáticas foram de 0,01% e 0,02% (v/v). Utilizou-se uma enzima pectinolítica (Pectinex Ultra SP - L) fornecida pela Novo Nordisk.

Para determinar a redução da viscosidade nas diferentes condições dos ensaios, trabalhou-se com uma amostra-controle, à qual não foi adicionada de enzima.

Tabela 2.1: Planejamento experimental do tratamento enzimático da polpa de camu camu.

	-1	0	+1
Tempo de incubação (min)	30	45	60
Concentração de enzima (%)	0,01	0,015	0,02
Temperatura (°C)	35	35	35

A enzima foi adicionada às amostras previamente aquecidas a 35°C e estas foram mantidas a essa temperatura sob agitação constante e controlada de 100 rpm $\pm$ 5 rpm. As amostras foram retiradas no tempo zero (sendo esta sem adição de

enzima) e a cada tempo de incubação estabelecido. Foram realizadas determinações de pH, teor de sólidos solúveis, acidez total titulável, sólidos totais, densidade, teor de ácido ascórbico e viscosidade.

2.2.2. Otimização do processo de clarificação e esterilização a frio do suco de camu camu

Para esta etapa do processo, foram utilizados 359 kg do fruto de camu camu, dos quais foram obtidos, após o despulpamento, 231 kg de polpa. Isso representou um rendimento de 64,30%, considerado bom quando comparado aos valores obtidos por Villachica (1996) e por Rodrigues *et al.* (1999), de 50%. Foram feitas análises físicas, químicas e de nutrientes da polpa obtida.

O tratamento enzimático da polpa foi realizado em um tacho aberto encamisado com capacidade para 300 kg, nas melhores condições determinadas na etapa de testes preliminares - tratamento enzimático. O suco tratado enzimaticamente foi acondicionado em bombonas plásticas com capacidade para 5 kg, que foram congeladas imediatamente para reduzir a atividade enzimática e armazenadas em câmara fria a -18°C . O congelamento rápido foi necessário para minimizar a reação enzimática, mantendo o tempo de incubação dentro do limite previsto estabelecido nos ensaios preliminares. Decidiu-se fazer as etapas de despulpamento e tratamento enzimático com todo o fruto e a polpa de uma só vez, pois com isso se teria um suco tratado enzimaticamente mais homogêneo para todos os ensaios das etapas de MF e de UF.

Devido à má qualidade dos frutos, observou-se que após o tratamento enzimático havia muitas partículas em suspensão. Optou-se então por se fazer uma centrifugação (centrífuga de disco da Westfalia Separator, modelo AS – 1-02) para retirar parte dessas partículas, com o objetivo de não prejudicar as etapas de MF e

de UF, tomando-se também cuidado para que essa etapa não fosse de pré-clarificação do suco. Após a centrifugação, o suco foi novamente armazenado em bombonas com capacidade para 5 kg, que foram congeladas e armazenadas em câmara fria a -18C.

A cada processamento de MF ou de UF esse suco foi descongelado na quantidade necessária para o processo, com vistas a evitar ao máximo as perdas de suas qualidades sensoriais e nutricionais.

Antes que os testes de clarificação e esterilização a frio do suco de camu camu tivessem início procedeu-se à lavagem das membranas e à verificação das suas condições de filtração. Para isso, foi determinada a sua permeabilidade hidráulica, que consiste em circular água pura através das membranas e medir o fluxo de permeado sob diferentes pressões de trabalho e a temperatura constante, e assim determinar se elas estão limpas e em condições de funcionamento de acordo com dados fornecidos pelo fabricante. O fluxo de permeado foi determinado por meio da Equação 2.1.

$$J_p = V_p / A T \quad (2.1)$$

Onde:

V_p é o volume de permeado coletado, A é a área da membrana e T é o tempo o qual o volume foi coletado.

Caso os valores de fluxo obtidos estivessem abaixo dos fornecidos pelo fabricante, era necessário refazer a operação de limpeza e sanitização.

Os testes de clarificação e esterilização a frio do suco de camu camu foram realizados em repetição, utilizando-se dois sistemas de filtração diferentes: uma unidade de ultrafiltração/microfiltração PROTOSEP IV da Koch Membrane System, módulo tubular, área de permeação de 0,05 m² (Figura 2.1), e uma unidade-piloto

MF/UF/OI LAB UNIT M 20 - DSS módulo quadro e placas e área de permeação de $0,72 \text{ m}^2$ (Figura 2.2). Foram testadas cinco membranas de seletividades diferentes, sendo duas de MF, com tamanho de poro de $0,3 \text{ }\mu\text{m}$ para o módulo tubular (polietersulfona) e outra de $0,1 \text{ }\mu\text{m}$ para o módulo quadros e placas, e três de UF, das quais uma de tamanho de poro entre 30 e 80 kDa para o módulo tubular (fluoreto de polivinilideno), e outras duas com tamanhos de poro de 50 KDa e 100 kDa para o módulo quadros e placas (polisulfona). A Tabela 2.2 apresenta o resumo das características e condições dos ensaios.

Os processos de MF e UF realizados no sistema Koch foram feitos a uma pressão de 2 bar, pressão mínima com que é possível trabalhar com esse equipamento. Já os processos de MF e UF realizados no sistema DSS foram realizados a uma pressão de 3 bar.



Figura 2.1: Módulo de ultrafiltração/microfiltração PROTOSEP IV da Koch Membrane System.



Figura 2.2: Módulo de ultrafiltração/microfiltração/osmose inversa LAB UNIT M 20 – DSS

Tabela 2.2: Sistemas de membranas, suas características e as condições operacionais dos ensaios para clarificação e esterilização do suco de camu camu.

Ensaios	Sistema	Módulo	Área de permeação (m ²)	Processo	Tamanho do poro	Pressão (bar)
KMF	Koch	Tubular	0,05	MF	0,3µm	2
KUF	Koch	Tubular	0,05	UF	30-80 kDa	2
DMF	DSS	Quadros e placas	0,72	MF	0,1µm	3
DUF(50)	DSS	Quadros e placas	0,72	UF	50 kDa	3
DUF(100)	DSS	Quadros e placas	0,72	UF	100kDa	3

Durante os processos, o permeado foi coletado continuamente e o retido recirculado ao tanque de alimentação. Foram coletadas amostras das correntes de alimentação, do permeado e do retido para as determinações de pH, sólidos solúveis, sólidos totais, acidez total titulável, densidade, viscosidade e ácido ascórbico. As análises microbiológicas e de cor e turbidez foram realizadas apenas nas amostras da corrente de alimentação e do permeado. Foi determinado o fluxo no início e a cada 3 minutos, até que se completasse 30 minutos de processo para o sistema da DSS, e a cada 30 minutos, até o total de 4 horas de processo, para o sistema da Koch.

2.2.3. Limpeza das membranas

Usada para o Sistema da Koch Membrane System:

enxágüe com água corrente por 30 minutos;

circulação de solução de hidróxido de sódio a 1% , pH 9,0, a temperatura de 45°C, por 20 minutos;

enxágüe com água corrente por 30 minutos;

circulação de solução de hidróxido de sódio a 1%, pH 10,0, juntamente com cloro a uma concentração de 0,02 % (v/v), a temperatura de 45°C, por 20 minutos;

enxágüe com água corrente por 30 minutos;

lavagem com ácido fosfórico, pH 2,5, a 45°C, por 20 minutos;

enxágüe com água corrente por 30 minutos;

Usada para a unidade piloto LAB UNIT M 20 da DSS:

enxágüe com água corrente por 30 minutos;

circulação de solução de hidróxido de sódio a 1% por 20 minutos;

enxágüe com água corrente por 20 minutos;

circulação de solução de ácido fosfórico a 1% por 20 minutos;

enxágüe com água corrente por 30 minutos.

Para armazenar, usa-se uma solução de ácido propiônico a 5%.

Os processos de limpeza devem ser feitos antes e após cada processamento e, caso necessário, devem ser refeitos até a restauração das condições de permeação da membrana.

2.2.4. Análises físicas, químicas e físico-químicas

- pH: leitura direta em pHmêtro Metronal modelo E120, calibrado, com solução tampão Merck, pH 4,0 e 7,0; segundo método nº 13.010 da A.O.A.C. (1984).
- Sólidos solúveis: medido por meio da leitura direta em refratômetro modelo Bellinghan + Stanley Limited; escala em °Brix (A.O.A.C., 1997 - 932,12).
- Sólidos totais: secagem em estufa a vácuo a 70°C (Instituto Adolfo Lutz, 1985).
- Acidez total titulável: determinada por titulação utilizando-se solução de hidróxido de sódio e como indicador fenolftaleína (Instituto Adolfo Lutz, 1985).
- Densidade: leitura direta em densímetro digital AP Paar.
- Viscosidade: as determinações foram realizadas em reômetro de cilindro coaxiais CONTRAVES Rheomat 30. Foram utilizados dois sistemas de medidas: o DIN 45 para fluidos pseudoplásticos e o MSO para fluidos newtonianos.
- Luminosidade, turbidez e cor: análise instrumental realizada por transmitância no S&M Colour Computer modelo SM-4-CM da Suga, no Sistema Hunter, com abertura de 30 mm de diâmetro. Foram medidos: a luminosidade (0 – preto; 100 – branco); as cores a_{Hunter} e b_{Hunter} ; o ΔE (diferença total de cor e o Haze (turbidez).
- Teor de ácido ascórbico: foi determinado por meio de volumetria de oxirredução, utilizando-se 2,6 – diclorofenol indofenol sódico na titulação das amostras, segundo método nº43.056 da A.O.A.C. (1984), modificado por Benassi (1990) e Silva (1999).

2.2.5. Análises microbiológicas

Foram realizadas as análises de contagem padrão em placas, coliformes fecais, fungos filamentosos e leveduras e presença de *Salmonella*, de acordo com Siqueira, (1995).

2.2.6. Forma de análise dos resultados

Os testes de clarificação e esterilização a frio do suco de camu camu foram feitos em duplicata e as análises físicas, químicas e físico-químicas em triplicata. Para definição das melhores condições do processo, os parâmetros utilizados foram a perda de ácido ascórbico e a turbidez do suco após, como também o desempenho de processo, dado pelo fluxo de permeado. Foram feitas análises de fatores por meio da análise de variância com nível de significância de 5% utilizando-se o programa Mini Tab.

3. Resultados e discussão

3.1. Análises físicas, químicas e físico-químicas da polpa de camu camu

A Tabela 2.3 apresenta os resultados das análises físicas, químicas e físico-químicas realizadas nas polpas de camu camu adquiridas no CEASA – RJ.

Tabela 2.3: Resultados das análises físicas, químicas e físico-químicas realizadas nas polpas de camu camu adquiridas no CEASA – RJ

	Valor	Cv
Proteínas (% p/p)	0,45	
Cinzas (% p/p)	0,39	
Umidade (% p/p)	93,95	
Açúcares não-redutores (% p/p)	0,6	
Açúcares redutores (% p/p)	2,31	
Extrato etéreo (% p/p)	0,07	
Sólidos solúveis (°Brix)	7,2	0,0080
Sólidos totais (%)	9,11	0,0055
pH	2,80	0,0000
Densidade (g/cm ³)	1,0319	0,0033
Acidez total titulável (g ac. cítrico./ 100g)	2,31	0,0025
Ácido ascórbico (mg/100 g)	1690,50	0,0015

Cv – coeficiente de variação

Pode-se verificar também que alguns dos resultados obtidos, tais como o teor de proteína, cinzas e umidade, são muitos semelhantes aos valores obtidos por Villachica (1996) e Souza *et al.* (2001), que são 0,5 g; 0,2 g e 94,4 g em 100 gramas, respectivamente.

Pode-se verificar que entre as análises realizadas para a caracterização física, química e físico-química da polpa de camu camu, o teor de sólidos solúveis foi o que apresentou a maior variação entre as triplicatas.

3.2. Testes preliminares - Tratamento enzimático

A Tabela 2.4 mostra o resultado dos valores médios de viscosidade obtidos no ensaio do planejamento experimental.

Tabela 2.4: Resultado dos valores médios de viscosidade no ensaio do planejamento experimental:

Tempo (min)	Concentração de enzima (%)	Viscosidade (mPas)
30	0,02	58,58
60	0,02	52,92
30	0,01	57,91
60	0,01	54,04
45	0,015	48,99

Os valores médios de viscosidade aparente para as amostras controle foram de 102,345 mPa.s. A média de valor da viscosidade dos ensaios nos quais utilizou-se a maior concentração de enzima e o maior tempo de incubação foi de 52,92 mPa.s, havendo uma redução de 48% da viscosidade, enquanto a média dos ensaios que utilizaram a menor concentração enzimática e o menor tempo de incubação foi de 57,91 mPa.s, resultando numa redução de 44%.

Pelos resultados obtidos no delineamento experimental, observou-se que não houve diferença significativa, com nível de significância de 5%, entre os ensaios realizados, ou seja, nem a concentração de enzima, nem o tempo de incubação na faixa estudada e nem a interação entre estes fatores tiveram influência na redução da viscosidade (Tabela 2.5; Figura 2.3).

Tabela 2.5: Análise de variância para a resposta diminuição da viscosidade:

Fator	SQ	gl	MQ	F	P
Tempo	25,4016	1	25,4016	0,665541	0,500317
Conc. enz.	0,0289	1	0,0289	0,000757	0,980546
1 por 2	0,2304	1	0,2304	0,006037	0,945143
Erro	76,3336	2	38,16682	----	----
Total	101,9945	5	----	----	----

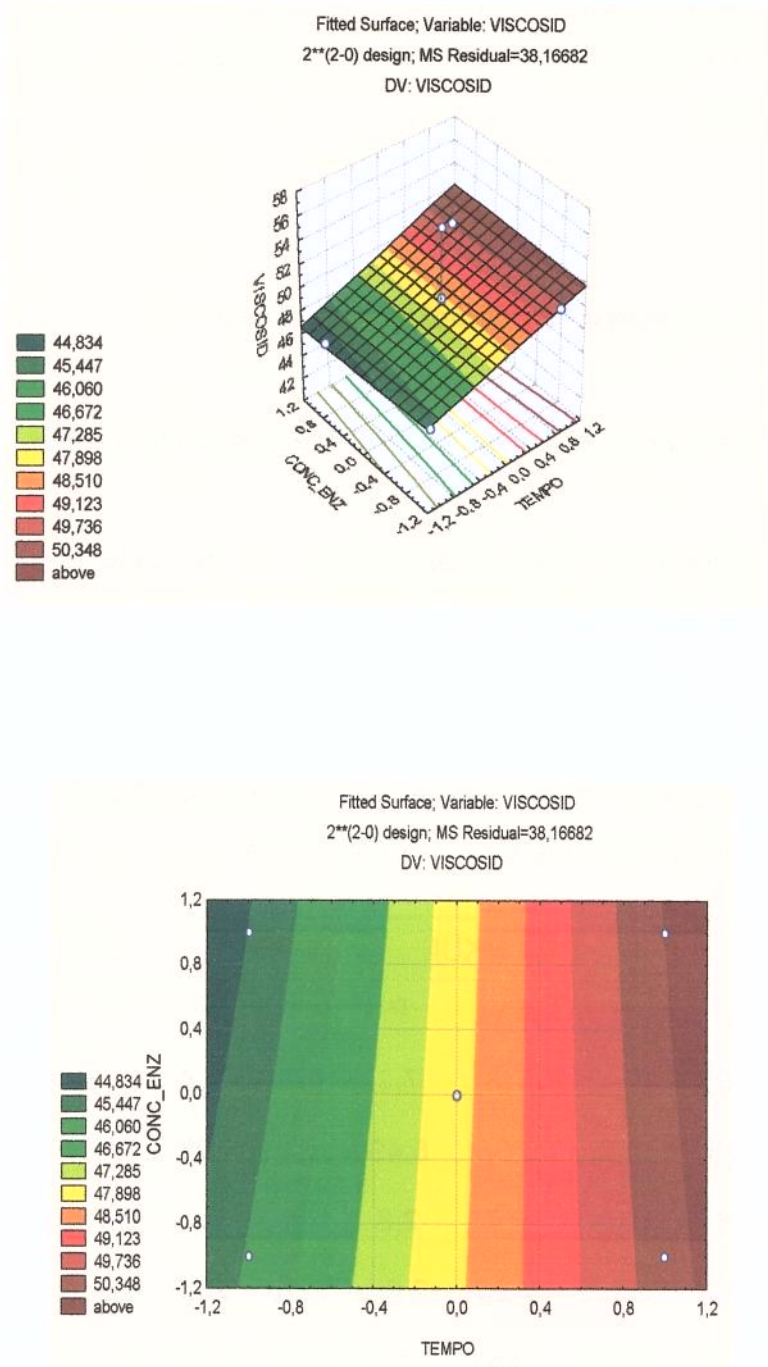


Figura 2.3: Gráfico da superfície de resposta para o planejamento experimental do tratamento enzimático da polpa de camu camu

Como não houve diferença significativa entre os ensaios realizados, optou-se pelas condições do ensaio em que foi utilizado o menor tempo de incubação (30') e a menor concentração de enzima; obtendo-se com isso uma redução média da viscosidade de 44%.

3.3. Otimização do processo de clarificação e esterilização

3.3.1. Caracterização física, química e físico-química do suco de camu camu

Foram determinadas as características do suco de camu camu da alimentação e do permeado dos processos de MF e UF nos dois sistemas estudados, que constam da Tabela 2.6.

Tabela 2.6: Características do suco de camu camu: alimentação e permeado dos processos de MF e UF nos dois sistemas estudados.

	KMF		KUF		DMF		DUF(50)		DUF(100)	
	A	P	A	P	A	P	A	P	A	P
S.S (°Brix)	7,0	7,0	7,3	7,1	7,4	7,4	7,3	7,2	7,8	7,1
S.T(p/p)	6,23	5,23	6,38	5,49	5,27	5,05	6,49	6,07	5,27	5,05
pH	2,6	2,6	2,7	2,8	2,7	2,7	2,72	2,72	2,65	2,65
A.T.T	2,18	2,10	2,25	2,04	2,18	2,23	2,25	2,20	2,35	2,15
A.A. (mg/100g)	1397	1389	1453	1400	1587	1574	1459	1441	1669	1537

S.S. = sólidos solúveis; S.T. = sólidos totais; A.T.T. = acidez total titulável (g ácido cítrico/100g amostra); A.A. = ácido ascórbico; A = alimentação; P = permeado.

Pelos resultados de sólidos solúveis e pH obtidos, pode-se dizer que não existe diferença significativa entre os ensaios e que a redução é significativamente igual a zero, ou seja, não houve redução desses valores em nenhum dos ensaios realizados. Em relação aos valores de sólidos totais e acidez total titulável tampouco existe diferença significativa entre os ensaios, porém a redução média dos valores para os ensaios foi diferente de zero.

As perdas de ácido ascórbico para os dois sistemas estudados e as cinco membranas testadas estão apresentadas na Tabela 2.7.

Tabela 2.7: Perda de ácido ascórbico nos processos de MF e UF do sistema Koch e DSS após a filtração.

	Perda de ácido ascórbico (%)
KMF	1,1
KUF	1,9
DMF	1,6
DUF(50)	<1
DUF(100)	<1

De acordo com os resultados do teor e da perda de ácido ascórbico apresentados nas Tabelas 2.6 e 2.7, pode-se dizer que não existe diferença significativa entre a redução dos valores nos ensaios realizados e que essa redução dos valores é significativamente igual a zero.

3.3.2. Análises microbiológicas

As amostras submetidas à análise microbiológica, tanto do processo de MF quanto do de UF, encontram-se em conformidade com os padrões estabelecidos pela legislação vigente, estando, portanto, aptas para o consumo. Em todos os testes realizados, as amostras apresentaram ausência de *Salmonella* em 25 g e número mais provável de coliformes fecais por grama menor que 3. Os resultados das análises microbiológicas de contagem de bolores e leveduras e a contagem total são apresentados na Tabela 2.8.

Tabela 2.8: Resultados das análises microbiológicas de bolores e leveduras e contagem total dos testes de clarificação e esterilização a frio de suco de camu camu:

Testes	Bolores e leveduras (UFC/g)		Contagem total (UFC/g)	
	Alimentação	Permeado	Alimentação	Permeado
KMF1	$3,8 \times 10^2$	$3,0 \times 10$	$4,2 \times 10^2$	$<1,0 \times 10$
KMF2	$<1,0 \times 10$	$<1,0 \times 10$	$<1,0 \times 10$	$<1,0 \times 10$
KUF1	$3,0 \times 10$	$1,0 \times 10$	$2,5 \times 10$	$<1,0 \times 10$
KUF2	$<1,0 \times 10$	$<1,0 \times 10$	$1,0 \times 10$	$<1,0 \times 10$
DMF1	$8,2 \times 10^3$	$<1,0 \times 10$	$6,0 \times 10^3$	$<1,0 \times 10$
DMF2	$<1,0 \times 10$	$<1,0 \times 10$	$1,0 \times 10$	$<1,0 \times 10$
DUF(50)1	$<1,0 \times 10$	$<1,0 \times 10$	$3,0 \times 10^2$	$<1,0 \times 10$
DUF(50)2	$<1,0 \times 10$	$<1,0 \times 10$	$2,5 \times 10$	$<1,0 \times 10$
DUF(100)1	$5,0 \times 10$	$<1,0 \times 10$	$<1,0 \times 10$	$<1,0 \times 10$
DUF(100)2	$<1,0 \times 10$	$<1,0 \times 10$	$<1,0 \times 10$	$<1,0 \times 10$

É importante lembrar que nenhum dos dois sistemas de filtração é provido de câmara estéril para coleta do permeado, então, o permeado foi recolhido próximo a chama do bico de Bünsen, para evitar ao máximo possíveis contaminações cruzadas.

Como mostram os resultados da Tabela 2.8, os valores da contagem de bolores e leveduras e de contagem total foram $<1.0 \times 10$, com exceção apenas dos ensaios KMF1 e KUF1 para bolores e leveduras. Os valores encontrados para *Salmonella* e coliformes fecais estão dentro dos padrões estabelecidos pela legislação vigente. Os resultados obtidos, portanto, mostram que o suco clarificado apresentou uma característica de esterilidade comercial, o que também foi verificado por Matta (1999), quando obteve suco de acerola estéril comercialmente trabalhando com as mesmas membranas e no mesmo sistema Koch.

3.3.3. Luminosidade, turbidez e cor

Os resultados de luminosidade, turbidez e cor (parâmetro a e b_{Hunter}) de cada ensaio realizado são apresentados na Tabela 2.9.

O aumento dos valores de luminosidade no permeado em todos os ensaios realizados mostra que houve um clareamento do suco permeado em relação ao hidrolisado, que também pode ser comprovado pela diminuição dos valores de turbidez.

Observou-se também que, de modo geral, houve um pequeno aumento na intensidade da cor vermelha, verificado não só pelo aspecto visual, mas também através de determinação do parâmetro a_{Hunter} , e um grande aumento na intensidade da cor amarela, através de determinação do parâmetro b_{Hunter} no suco permeado.

Tabela 2.9: Valores de luminosidade, turbidez e cor dos ensaios de MF e UF do suco de camu camu.

Ensaio	Luminosidade		a		b		Turbidez	
	A	P	A	P	A	P	A	P
KMF1	14,01	81,43	5,61	7,27	9,47	44,22	98,6	34,88
KMF2	11,73	83,03	6,73	5,72	7,51	42,92	97,60	30,70
KUF1	10,59	77,31	7,35	11,4	6,42	45,22	97,8	38,65
KUF2	12,07	77,98	5,24	10,19	7,89	45,08	98,00	38,50
DMF1	15,23	83,00	6,43	4,95	10,44	41,84	98,88	38,53
DMF2	15,52	73,68	5,64	15,88	10,55	44,83	98,9	52,08
DUF(50)1	11,56	76,05	5,85	11,7	7,5	44,36	97,93	43,45
DUF(50)2	9,01	71,79	9,4	17,01	5,35	43,92	97,13	45,00
DUF(100)1	12,84	76,44	6,1	12,88	8,47	45,40	98,2	44,68
DUF(100)2	11,74	80,11	6,69	9,18	7,31	44,81	98,19	37,68

Não existe diferença significativa para as análises instrumentais de luminosidade, cor e turbidez nos ensaios realizados, e o aumento médio da luminosidade e da intensidade das cores vermelha e amarela e a redução média da turbidez foram significativamente diferentes de zero.

3.3.4. Viscosidade

A Tabela 2.10 apresenta os valores de viscosidade aparente do suco clarificado de camu camu para todos os ensaios realizados, a uma temperatura de 20°C e taxa de deformação de 245,3 s⁻¹.

Tabela 2.10: Viscosidade do suco de camu camu

Ensaio	$\eta_a(\text{mPa.s})$	n
KMF1	1,10	1,096
KMF2	1,04	1,094
KUF1	1,09	1,086
KUF2	1,24	1,089
DMF1	1,04	1,089
DMF2	1,08	1,060
DUF(50)1	1,18	1,063
DUF(50)2	1,09	1,065
DUF(100)1	1,03	1,071
DUF(100)2	1,03	1,061

Como apresentado na Tabela 2.10, os sucos clarificados sofreram uma diminuição da viscosidade se comparados à viscosidade inicial da polpa, devido, inicialmente, ao tratamento enzimático e, em seguida, à remoção da polpa e das macromoléculas durante a microfiltração e ultrafiltração. Porém estes valores não são conclusivos para determinar o comportamento reológico do suco. Alguns trabalhos de pesquisa reportam que os sucos clarificados de pêssego (Ibarz, 1992), groselha (Ibarz *et al.*, 1992) e acerola (Matta, 1999) apresentam comportamento de fluido newtoniano.

3.3.5. Desempenho do processo

3.3.5.1. Fluxo de permeado do suco de camu camu para o sistema de membranas tubulares

A Figura 2.4 apresenta o comportamento do fluxo de permeado dos processos de microfiltração e de ultrafiltração para o sistema de membranas tubulares em função do tempo de processo

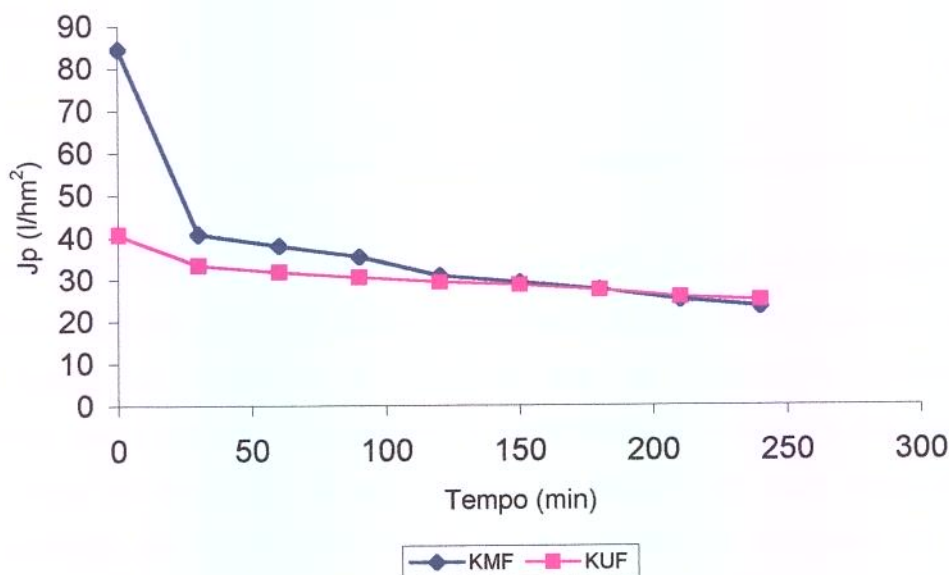


Figura 2.4: Comportamento do fluxo de permeado dos processos de MF e de UF para o sistema de membranas tubulares em função do tempo de processo

Observou-se que o fluxo médio inicial na MF foi superior ao da UF, 84,6 l/hm² e 40,8 l/h m², respectivamente. Após 30 minutos de processo o fluxo de permeado da MF foi reduzido em aproximadamente 48%, atingindo em média 40,9l/hm². Essa redução não foi observada na UF, pois nesse caso, após 30 minutos de processo, a redução foi de 18%, obtendo-se um fluxo médio de 33,39 l/hm². Após 4 horas de processo, os fluxos da MF e da UF atingiram valores médios de 23,3 e 24,6 l/hm², respectivamente.

As curvas apresentadas na Figura 2.4 mostraram que houve uma redução do fluxo de permeado durante o processamento, mesmo apresentando comportamentos diferentes, ou seja, o processo KMF, que possui uma membrana com maior diâmetro de poro, apresentou um fluxo médio inicial maior que a membrana do processo KUF, porém com uma redução acentuada do fluxo nos primeiros 30 minutos de processo, o que, segundo Cheryan (1998), é um comportamento especialmente acentuado no processo de microfiltração. Uma possível explicação para isto é que se o tamanho das partículas presentes na solução a ser separada está na mesma faixa de tamanho que os poros da membrana, alguns solutos menores da corrente de alimentação podem fixar-se ao poro da membrana sem necessariamente atravessá-los. Este bloqueio físico dos poros é que pode causar o declínio acentuado do fluxo no início do processo, mostrando o efeito do tamanho dos poros da membrana e do tamanho do soluto da alimentação no entupimento da membrana.

O comportamento do fluxo do ensaio KUF apresentou um declínio gradual durante todo o processamento.

Todisco *et al.* (1996) avaliaram o efeito do entupimento no fluxo de permeado na clarificação de suco de laranja por microfiltração e verificaram um comportamento similar ao apresentado na Figura 2.4 para o processo DMF, ou seja, um declínio rápido no fluxo de permeado nos primeiros 20 a 30 minutos de processo seguidos por um gradual declínio até atingir um valor limite. A explicação para este comportamento do fluxo foi: sólidos presentes na alimentação são trazidos à superfície da membrana através do transporte convectivo, induzindo a uma difusão contrária do material retido e levando à formação de uma “torta” na superfície da membrana.

3.3.5.2. Fluxo de permeado do suco de camu camu para o sistema de membranas planas (quadros e placas)

A Figura 2.5 mostra o comportamento do fluxo de permeado para os processos de MF e de UF para o sistema quadros e placas (membranas planas) em função do tempo de processo.

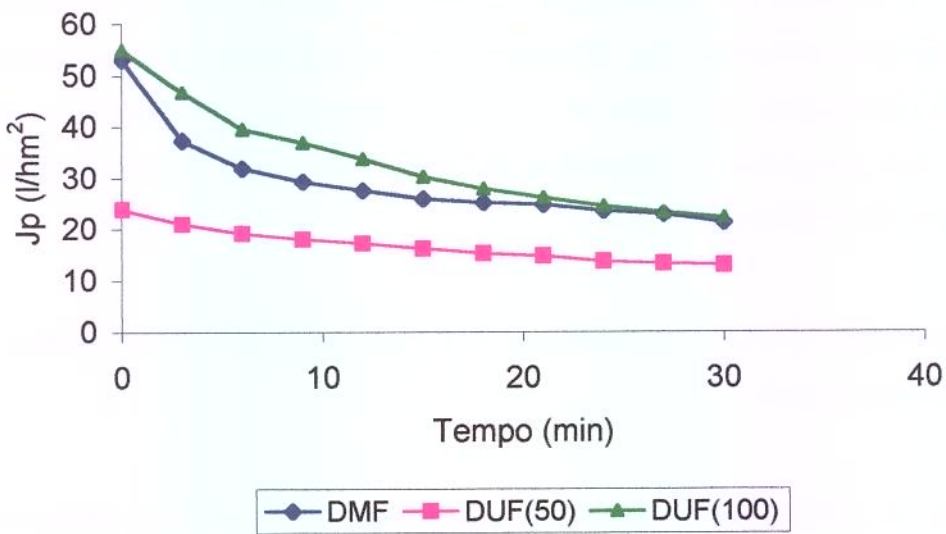


Figura 2.5: Comportamento do fluxo de permeado para os processos de MF e de UF para o sistema de membranas planas (quadros e placas) em função do tempo de processo

Para o sistema de filtração DSS com membranas planas, as médias de fluxo observadas para cada um dos ensaios foram 29 l/hm² para DMF, 33 l/hm² para DUF (100) e 17 l/hm² para DUF(50).

O comportamento de fluxo observado no ensaio DMF, é provavelmente devido ao bloqueio físico dos poros da membrana, causado por alguns solutos menores da

corrente de alimentação que podem fixar-se ao poro da membrana sem necessariamente atravessá-la, e que causam um declínio acentuado do fluxo nos primeiros minutos de processo, como discutido no sub-item 3.3.5.1 deste capítulo.

Chamchong e Noomhorm (1991); Fukumoto *et al.* (1998), quando compararam diferentes diâmetros de poro das membranas, também observaram que o fluxo de permeado de algumas membranas de UF ou mesmo de MF com menor diâmetro de poro que outras de MF apresentam um fluxo maior. Tal fenômeno foi justificado pela maior suscetibilidade dessas membranas (de maior diâmetro de poro) ao entupimento, o que tem influência no comportamento de fluxo, como observado no gráfico da Figura 2.5.

Os processos DUF(50) e DUF(100) apresentaram um comportamento do fluxo em função do tempo de processo similar, onde se observou um declínio gradual do fluxo de permeado do início ao fim do processo, comportamento este similar ao observado pelo processo KUF.

Analizando estatisticamente os resultados dos cinco ensaios realizados verificou-se que existe diferença significativa em pelo menos uma das médias, em nível de significância de 0%. A média do fluxo de permeado do ensaio KMF foi maior do que a dos outros ensaios. Portanto, quando comparados os dois sistemas, pode-se verificar que o ensaio que resultou no melhor desempenho, ou seja, um maior fluxo médio de permeado durante o processo, foi o ensaio KMF, mesmo apresentando uma redução acentuada durante os 30 minutos iniciais e resultando num fluxo médio final igual ao do processo KUF. Por isso, suas condições operacionais foram escolhidas para a validação do processo, descrita no Capítulo IV deste trabalho.

Nos dois sistemas de filtração estudados tanto o processo de MF quanto o de UF foram eficientes na clarificação e esterilização do suco de camu camu, sem apresentar perda estatisticamente significativa, com nível de significância de 5%, do teor de ácido ascórbico. Quando comparados entre si os processos e os diferentes sistemas de filtração, observa-se que o KMF oferece a vantagem de apresentar um melhor desempenho que os demais ensaios realizados. Por isso, foi o escolhido como o que apresentou as melhores condições para se obter um suco de camu camu clarificado e estéril.

4. Conclusões

Pelos resultados obtidos neste trabalho de otimização do processo de clarificação e esterilização a frio de suco de camu camu por processos com membranas pode-se concluir que:

utilizando-se 0,01% (v/v) de uma enzima pectinolítica comercial por 30 minutos, foi possível reduzir a viscosidade do suco de camu camu em %, facilitando os processos subsequentes de microfiltração e de ultrafiltração;

a clarificação do suco por microfiltração e por ultrafiltração produziu um suco límpido, isento de polpa;

os processos de microfiltração e de ultrafiltração foram eficientes na obtenção de um suco com qualidade microbiológica compatível com o grau de esterilidade comercial, mantidas suas características iniciais, tais como a cor, e o teor de ácido ascórbico;

as membranas de microfiltração têm vantagens sobre as de ultrafiltração na clarificação e esterilização do suco de camu camu por apresentarem um fluxo maior, o que se reflete em um processo economicamente mais proveitoso.

5. Referências bibliográficas

1. ANDRADE, J. C **Curvas de maturação e características nutricionais do camu camu (Myrciaria dubia (H. B.K.) Mc.Vaugh) cultivado em terra firme da Amazônia Central.** Tese de Doutorado apresentada na Faculdade de Engenharia de Alimentos/UNICAMP, 1991, 177p.
2. A.O.A.C. (Association of Official Analytical Chemists). **Official methods of analysis**; edited by Sidney Williams. 14^o ed. Arlington, 1984.1141p.
3. A.O.A.C. (Association of Official Analytical Chemists) . **Official methods of analysis** ; edited by Patricia Cunniff . 16^oed. Gaithersburg ,Maryland , 1997.
4. BENASSI, M. T. **Análise dos Efeitos dos Diferentes Parâmetros na Estabilidade de Vitamina C em Vegetais Processado.** Campinas, 1990 150p. Tese de mestrado. Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP.
5. CAMPOS F. P., **Otimização da Extração e Avaliação da Vida de Prateleira do Suco Integral de Camu camu (Myrciaria dubia),** Relatório final do projeto de iniciação científica desenvolvido com apoio financeiro, FAPESP, Brasil, 1999.
6. CHAMCHONG, M.; NOOMHORM, A. Effect of pH and enzymatic treatment on microfiltration and ultrafiltration of tangerine juice. **Journal of Food Process Engineering.** v. 14, p. 21-34, 1991.
7. CHERYAN, M. **Ultrafiltration and Microfiltration Handbook.** Lancaster, 1998. Technomic Publishing Company, Inc. 527p.
8. DIB TAXI, C.M. A. **Suco de Camu Camu (Myrciaria dúbia) Microencapsulado Obtido Através da Secagem por Atomização.** Tese de Doutorado apresentada na Faculdade de Engenharia de Alimentos/UNICAMP, 2001, 166p.
9. FUKUMOTO, L.R.; DELAQUIS, P. e GIRARD, B. Microfiltration and ultrafiltration ceramic membranes for Apple juice clarification. **Journal of Food Science.** v.63, n.5, 1998.

10. GASSAYE, S.I.; DAVIN, A.; PEUCHOT, M.M.; AIM, R.B. Intérêt des techniques à membrane dans la production des jus de fruits tropicaux (cas des jus clarifié d'ananas). **Fruits**. v.46, n.3, p. 251-258, 1991.
11. HART, M.R.; NG, K.C.; HANNI, P.F.; HUXSOLE, C.C. Effect of enzymes on microfiltration of apricot puree. **Journal of Food Process Engineering**. v.17, p. 19-32, 1994.
12. IBARZ, A. Rheology of Clarified Fruit Juices. I: Peach Juices. **Journal of Food Engineering**. v.15, p. 49-61, 1992.
13. IBARZ, A.; PAGÁN, J.; MIGUELSANZ, R. Rheology of Clarified Fruit Juices. II: Blackcurrant Juices. **Journal of Food Engineering**. v.15, p. 63-73, 1992.
14. INSTITUTO ADOLF LUTZ. **Normas Analíticas: Métodos Químicos e Físicos para Análise de Alimentos**. São Paulo, 1985.
15. LOZANO, Y. Applications des techniques séparatives membranaires aux jus de fruits tropicaux. **Agrumes**. Numéro Spécial, p.268-270, 1992.
16. MATTA, V. M. da. **Estudo da Utilização dos Processos de Separação por Membranas para Obtenção de Suco de Acerola Clarificado e Concentrado**. Campinas, 1999. 181p. Tese de Doutorado. Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP.
17. MATTA, V. M.; CABRAL, L.M.C.; MORETTI, R.H. Clarification of acerola juice by enzymatic treatment and microfiltration. **Alimentaria**. n. 309, p. 127-130, 2000.
18. OLLÉ, D.; BARON, A.; LOZANO, Y.F.; SZNAPER, C.; BAUMES, R.; BAYONOVE, C. BRILLOUET, J.M. Microfiltration and reverse osmosis affect recovery of mango puree flavor compounds. **Journal of Food Science**. v. 62, n.6, p. 1116-1119, 1997.
19. RODRIGUES, R.B., DIB TAXI, C.M. A.; CAMPOS, F.P.; MENEZES, H.C. Whole camu camu (*Myrciaria dubia*) juice: extraction, optimisation and sensory evaluation, 10th **World Cong. Food Sci. Technol.**, Sydney, Australia, 3-8 Outubro 1999.

20. SILVA, M. F. V. **Efeito de Diferentes Tratamentos e Embalagens nas Características da Polpa e na Determinação dos Teores de Ácido Ascórbico e das Antocianinas Durante o Armazenamento.** Campinas, 1999. 224p. Tese Doutorado. Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP.
21. SIQUEIRA, R. S. **Manual de Microbiologia de Alimentos.** Rio de Janeiro. EMBRAPA, 159p. 1995.
22. SOUZA, E. B., AMARAL, A S.M.; SANTOS, M. F. G. e FERREIRA, R. N. C. S. Características físico-químicas e microbiológicas da polpa de camu camu (*Myrciaria dubia* (H.B.K) Mc Vaugh) encontrada na reserva de desenvolvimento sustentável do Amapá – **Livro de resumos 4º Simpósio Latino Americano de Ciência de Alimentos** – Novembro de 2001.p.168.
23. TODISCO, S.; PEÑA, E.; DRIOLI, E.; TALLARICO, P. Analysis of the fouling mechanism in microfiltration of orange juice. **Journal of Food Processing and Preservation.** v. 20, p.453-466, 1996.
24. VAILLANT, F. **Clarification et concentration de jus de fruits tropicaux pulpeux associant traitements enzymatiques, microfiltration tangentielle et evaporation osmotique.** Docteur Spécialité Génie des Procédés. L'École Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires, 2000. 246p.
25. VAILLANT, F.; MILLAN, P.; DORNIER, M.; DECLOUX, M. e REYNES, M. Strategy for Economical Optimization of the Clarification of Pulpy Fruit Juices using Crossflow Microfiltration. **Journal of Food Engineering**, 48: p. 83-90, 2001.
26. VILLACHICA, L. H. **El cultivo del camu-camu *Myrciaria dubia* (H. B. K.) Mc.Vaugh en la Amazonia Peruana,** Lima **TRATADO DE COOPERACION AMAZÔNICA**, 1996, 95P.

Capítulo III

CONCENTRAÇÃO DO SUCO DE CAMU CAMU POR PROCESSOS COM MEMBRANAS

1. Introdução

Conforme já foi visto na Introdução e no Capítulo I, o camu camu é uma fruta nativa da Amazônia, com elevado teor de vitamina C, entre 1000 a 3000 mg/100g de polpa (Ferreira *et al.*, 1987; Andrade, 1991). Para se ter um parâmetro de comparação, a laranja, fruta também associada à vitamina C, apresenta em torno de 92 mg/100g de polpa; o limão, 44 mg/100g; e a acerola, aproximadamente 1300 mg/100g de polpa (Villachica, 1996). A exploração comercial do camu camu é ainda incipiente, mas o potencial econômico que apresenta é muito grande, por se tratar de uma excelente alternativa não apenas para a produção de sucos, iogurtes e outros itens alimentícios, mas também para enriquecer produtos similares mais pobres em vitaminas.

Devido à sua alta perecibilidade, os sucos de frutas devem ser comercializados após alguma transformação industrial, para assegurar a sua qualidade ao consumidor, para reduzir seu volume, aumentando assim sua vida útil, e para permitir sua comercialização em regiões distantes das áreas de produção.

Contudo, durante o processamento térmico de sucos pode ocorrer perda de aromas e de vitaminas. Outros métodos vêm sendo estudados como alternativas

aos processos térmicos, tais como os processos de separação por membranas (Ramteke *et al.*, 1993; Jariel *et al.*, 1996; Petrotos e Lazarides, 2001).

Os processo de separação por membranas são baseados nos princípios da permeabilidade e seletividade de um ou mais componentes de uma mistura através de uma membrana. Neles, a corrente de alimentação é separada em duas outras correntes, o permeado e o retido ou concentrado (Mulder, 1991).

Os processos com membranas apresentam como vantagem a possibilidade de operação sobre condições amenas, que não afetam substâncias termossensíveis, como vitaminas e compostos voláteis. Além disso, os processos a temperatura ambiente consomem menos energia.

A osmose inversa (OI) e a evaporação osmótica (EO) são exemplos de processos de concentração, com membranas, que podem ser aplicados no processamento de suco de frutas (Jariel *et al.*, 1996).

O suco de fruta obtido pelo processo de osmose inversa apresenta melhor qualidade sensorial e nutricional quando comparado ao suco concentrado obtido pelo processo térmico convencional de evaporação. Na osmose inversa, a força motriz para a remoção da água é a diferença entre a pressão aplicada e a pressão osmótica do suco entre os dois lados da membrana. A principal desvantagem desse processo é o fator de concentração alcançado, que é inferior ao da evaporação. Essa limitação é resultado do aumento da pressão osmótica causada pela maior concentração do produto, que diminui a força motriz. Outro problema desse processo é o declínio de fluxo causado pelos fenômenos de compactação da membrana causada pelas altas pressões utilizadas no processo já que são usadas membranas densas para o processo (Medina e Garcia III, 1988; Mulder, 1991; Curcio *et al.*, 2001).

Vários autores estudaram a concentração de suco por osmose inversa, a grande maioria usando suco de maçã. Entretanto, foram realizados também trabalhos com sucos de laranja, limão, tomate e acerola (Silva, 1995; Kane *et al.*, 1995; Yildiz *et al.*, 1993; Matta, 1999).

Já a evaporação osmótica é um novo processo de concentração por membranas, no qual duas soluções a diferentes concentrações são separadas por uma membrana porosa hidrofóbica. A natureza hidrofóbica da membrana previne a penetração da água no interior dos poros pela solução aquosa. Esse processo também pode ser conduzido à temperatura e pressão ambientes, o que permite a extração seletiva da água de uma solução aquosa, concentrando-a e evitando sua degradação térmica. Nesse caso, a força motriz para a transferência de massa através da membrana é a diferença de concentração de soluto entre a solução concentrada e a solução a ser concentrada. Para a concentração de suco de frutas é usada salmoura como solução concentrada (Hogan *et al.*, 1998; Gostoli, 1998).

A diferença na atividade de água entre os dois lados da membrana induz a um gradiente parcial de pressão na fase de vapor. O vapor é transferido através dos poros da membrana da fase de maior pressão de vapor para a fase de menor pressão de vapor. Esta é uma transferência que pode ocorrer a baixas temperaturas sem a necessidade de um diferencial de pressão, preservando os compostos voláteis do suco (Barbe, *et al.* 1998).

O objetivo do presente trabalho foi avaliar as duas tecnologias de concentração por membranas – osmose inversa e evaporação osmótica – para a produção de suco concentrado de camu camu com alta qualidade sensorial e nutricional.

2. Material e métodos

2.1. Material

2.1.1. Matéria-prima

O suco clarificado de camu camu foi usado como matéria-prima para ambos os processos de concentração.

A polpa de camu camu foi obtida usando-se frutas congeladas adquiridas na Ceasa do Rio de Janeiro (RJ) (osmose inversa) e na Cooperativa Agrícola de Tomé Açu (PA) (evaporação osmótica). A polpa foi obtida usando-se uma despulpadeira Bonina DF, provida de peneira de 0,6 mm de diâmetro. A polpa foi armazenada a -18°C até o momento da sua utilização.

O suco foi clarificado associando-se um tratamento enzimático a uma microfiltração. O tratamento enzimático teve como objetivo a redução da viscosidade para facilitar o subsequente processo de microfiltração. Foram usados 0,01% (v/v) da enzima Pectinex Ultra SP-L da Novo Nordisk a uma temperatura de 35°C por 30 minutos, conforme resultados obtidos no Capítulo II deste trabalho.

A microfiltração foi realizada em uma unidade-piloto provida de um cartucho contendo uma membrana tubular de polisulfona de $0,3\ \mu\text{m}$ de diâmetro de poro e $0,05\ \text{m}^2$ de área de permeação. A pressão transmembrana utilizada foi de 2 bar, condições estas definidas no Capítulo II deste trabalho. Durante o processo, o permeado foi coletado continuamente e o retido mantido sob circulação. O suco clarificado de camu camu também foi congelado a -18°C e mantido sob essa condição até ser utilizado nos processos de concentração.

2.2. Métodos

2.2.1. Concentração do suco de camu camu

O suco clarificado de camu camu foi concentrado por dois processos diferentes, a osmose inversa e a evaporação osmótica. Foi avaliado o desempenho dos processos (fator de concentração), bem como as características sensoriais (cor) e nutricionais (teor de ácido ascórbico) do suco.

O suco utilizado no processo de evaporação osmótica foi transportado via aérea ao laboratório geral do CIRAD – França. O suco congelado foi embalado em caixas térmicas “isopor”, contendo gelo seco no seu interior, e mantido nessas condições até a chegada em Montpellier, onde foi armazenado em câmara fria, (-18°C). O suco não sofreu descongelamento durante o transporte

2.2.1.1. Concentração por osmose inversa

Os experimentos de osmose inversa foram realizados na planta-piloto de operações unitárias da Embrapa Agroindústria de Alimentos, no Rio de Janeiro (RJ).

Os testes de concentração por osmose inversa foram conduzidos em um módulo de configuração quadros e placas (DSS) com área de permeação de 0,72m², utilizando-se membranas de filme composto (95% de rejeição ao NaCl) (Figura 2.2 presente no Capítulo II deste trabalho). Os experimentos foram realizados às pressões de 20, 40 e 60 bar, com o objetivo de avaliar a influência da pressão transmembrana no fluxo de permeado (produtividade) e na qualidade final do produto obtido. Todos os processos foram executados em duplicata, e os resultados aqui mostrados são a média entre eles. Para a finalização do processo

de concentração usou-se como parâmetro o fluxo de permeado, ou seja, trabalhou-se até que se atingisse o menor fluxo possível, e com isso fosse atingida a concentração máxima permitida, partindo-se de um mesmo volume inicial.

2.2.1.2. Concentração por evaporação osmótica

O processo de concentração por evaporação osmótica foi realizado no laboratório geral do CIRAD-Fhlor, em Montpellier – França. Os testes foram conduzidos em um módulo-piloto EO MC3. Esse equipamento permite que se trabalhe em batelada e com alimentação contínua. O módulo é composto por dois circuitos independentes. Duas bombas positivas com capacidade de 500 l/h (MICROPUMP série221 da Micropump Corp., EUA), uma de cada lado, que permitindo a circulação do suco e da salmoura através do módulo (Figura 3.1). Um modulador de frequência FMV 1108 (Leroy Somer, França) foi acoplado a cada uma das bombas. A temperatura foi controlada por meio de termostatos nos dois lados (suco e salmoura). O processo foi conduzido de modo contínuo, para reduzir o tempo de processamento e com isso obter um suco concentrado de melhor qualidade sensorial e nutricional. O tanque de alimentação (2 litros) foi colocado sob uma balança e a perda de massa durante o processo foi registrada por um computador. Para que fosse determinado o fluxo evaporatório usou-se o software Corel-Pro.

Foi usada uma membrana de PTFE com 60% de porosidade, diâmetro de poro de 0,2 μm e 78 μm de espessura, da Pall-Gelman. A área de permeação da membrana era de 40 cm^2 . O sal usado para a preparação da salmoura foi CaCl 96% a uma concentração de 5.5 M (Courel, 1999).

Durante o processamento de evaporação osmótica é muito importante se ter o controle permanente da pressão nos dois lados do sistema, pois isso impossibilita

a passagem da salmoura para o lado do suco, o que é um problema do processo. Um outro problema que se observa durante a concentração por evaporação osmótica é a diluição constante da salmoura, já que esta recebe toda água que está sendo removida do suco. Para contornar este problema, a fim de manter um ΔC entre os dois lados do sistema, é necessária a remoção da água que entra na salmoura, o que é feito com o aquecimento desta. No caso deste trabalho, não houve necessidade de aquecer o sistema (salmoura), pois os volumes usados nos ensaios eram pequenos e não foram suficientes para uma diluição representativa da salmoura, ou seja, foi mantido um ΔC significativo durante todo o processamento.



Figura 3.1: Módulo EO MC3 de evaporação osmótica.

Alguns testes preliminares foram realizados antes do processamento com o suco de camu camu clarificado, para otimizar o processo de concentração e verificar se os cálculos teóricos de previsão de fluxo poderiam ser aplicados. Para os testes preliminares foi usada uma solução-modelo contendo sacarose e ácido ascórbico nas mesmas proporções encontrada no suco clarificado. No total, foram realizados dez testes (Tabela 3.1). Os testes EO5, EO6 e EO7 foram realizados em duplicata. O parâmetro usado para otimizar o processo foi a temperatura.

Tabela 3.1: Parâmetros usados no processo de evaporação osmótica usando solução-modelo.

Ensaio	Concentração da salmoura (M)			Temperatura (°C)		Pressão (Bar)		Tempo (h)
	TI	TF	M	SU	SA	SU	SA	
EO1	3,7	3,7	3,7	30	30	2,4	2,4	3
EO2	3,7	3,7	3,7	30	30	2,5	2,5	7
EO3	4,0	4,0	4,0	30	30	3,5/2,5	3,5/2,5	7
EO4	4,0	4,0	4,0	30	30	2,8	2,8	5
EO5	4,0	3,9	3,95	30	30	2,8	2,8	6
EO6	5,4	5,0	5,2	30	20	2,5	2,5	8
EO7	5,4	5,0	5,2	35	20	2,1	2,1	9

TI: tempo inicial; TF: tempo final; M : média; SU: suco; SA: salmoura

A concentração do suco clarificado foi feita em duas etapas, na condição de trabalho determinada pelos testes preliminares. Na primeira etapa (EOA), ele foi concentrado de 6°Brix a 25°Brix; na segunda (EOB), partiu-se de um suco a 25°Brix. Como o volume de suco obtido na primeira etapa não foi suficiente para

os experimentos da segunda (65 ml a cada concentração), outra batelada de suco clarificado foi concentrada a 25°Brix por evaporação a vácuo para ser utilizado posteriormente na etapa EOB. As condições de trabalho estão apresentadas na Tabela 3.2.

Tabela 3.2: Condições de trabalho usadas no processo de evaporação osmótica do suco de camu camu clarificado.

Ensaio	Concentração da			Temperatura		Pressão		Tempo
	salmoura (M)			(°C)		(Bar)		
	TI	TF	M	SU	SA	SU	SA	
EOA	5,4	5,0	5,2	35	20	2,3	2,3	9
EOB	5,4	5,0	5,2	35	20	2,3	2,3	8

TI: tempo inicial; TF: tempo final; M : média; SU: suco; SA: salmoura

Amostras da corrente de alimentação e do concentrado foram coletadas para as análises físicas e químicas (pH, sólidos totais, sólidos solúveis, acidez total titulável, teor de ácido ascórbico, cor e turbidez). O fluxo evaporatório foi determinado pela diferença entre os pesos final e inicial do produto com uma balança acoplada a um computador.

2.2.2. Análises físicas, químicas e físico-químicas

- pH: leitura direta em pHmêtro Jenco pH - viion 6071 e pHmetro Metronal E - 120; (A.O.A.C., 1984 - 13.010);
- acidez total titulável: determinada por titulação utilizando-se solução de hidróxido de sódio e como indicador a fenolftaleína (Instituto Adolfo Lutz, 1985);
- sólidos totais: o material foi seco em estufa a vácuo a 60°C (Instituto Adolfo Lutz, 1985);
- sólidos solúveis: medido por meio da leitura direta em refratômetro Bellingham + Stanley Limited Refractometer em escala °Brix (A.O.A.C., 1997 - 932,12);
- ácido ascórbico: volumetria de oxi-redução, titulando-se as amostras com solução 2,6 diclorofenol indofenol-sódico, segundo método 43.056 A.O.A.C. (1984), modificada por Benassi (1990) e Silva (1999);
- cor e turbidez: análise instrumental realizada por transmitância no S&M Colour Computer modelo SM-4-CM da Suga e Cromometro CR 3000 Minolta e S&M Color Computer modelo SM - 4 - CH da Suga, ambos em sistema Hunter. Para a análise de cor no processo de evaporação osmótica foi feita uma diluição do suco concentrado, adicionando-se água destilada, para valores iguais aos do suco alimentado no processo;
- viscosidade: as análises foram realizadas em reômetro de cilindro co axiais CONTRAVES Rheomat 30. Foram utilizados dois sistemas de medidas, o DIN 45, para fluidos pseudoplásticos, e o MSO, para fluidos newtonianos.

3. Resultados e discussão

3.1. Concentração por osmose inversa

A Tabela 3.3 apresenta as características do suco clarificado (alimentação) e concentrado obtido nas três diferentes pressões transmembrana. Os teores de sólidos totais e sólidos solúveis, que são os indicadores do nível de concentração em escala industrial, aumentaram com o aumento da pressão aplicada, embora não houvesse diferença, em nível de significância de 5%, para as pressões de 40 e 60 bar. Foi verificado também um aumento da acidez e conseqüente diminuição do valor de pH do suco concentrado, para todas as pressões estudadas.

Tabela 3.3: Caracterização do suco de camu camu antes e depois do processo de osmose inversa em cada uma das pressões estudadas (20, 40 e 60 bar).

	20 bar		40 bar		60 bar	
	Alim.	Conc.	Alim.	Conc.	Alim.	Conc.
Sólidos solúveis (°Brix)	6,1	14.8	6.4	23.8	6.4	25.5
pH	2,7	2.6	2.7	2.5	2.7	2.5
Acidez (g ac. cítrico/100g)	2,3	5.5	2.5	8.8	2.3	9.5
Sólidos totais (%p/p)	5,1	12.8	6.2	20.2	5.7	23.1
Viscosidade (mPas)	0,8	1.4	0.8	1.8	0.7	2.2
Luminosidade	81,3	55.8	77.7	47.9	78.1	37.2
a _{Hunter}	3,3	31.8	10.3	40.8	9.7	36.4
b _{Hunter}	43,5	37.9	44.9	33.0	44.8	25.6
Turbidez	33,6	68,4	40,7	83,9	40,5	84,1
Ácido ascórbico (mg/100)	1097,2	2171,1	1155,8	3343,6	1097,1	4039,5

A Tabela 3.3 mostra que quanto maior a pressão utilizada maior a concentração de suco e maior o teor de ácido ascórbico. Contudo, é importante saber se houve ou não perda dessa vitamina durante o processo de concentração, e também se a pressão aplicada teve alguma influência nessa resposta. Foi feito um balanço de massa simples para o cálculo da perda de ácido ascórbico para cada processo (Tabela 3.4).

Tabela 3.4: Perda média de ácido ascórbico após a concentração do suco por osmose inversa em cada uma das pressões estudadas.

Pressão (bar)	Perda de ácido ascórbico (%)
20	34.66
40	31.34
60	13.01

O melhor resultado em relação ao ácido ascórbico foi obtido a 60 bar de pressão, talvez devido à bomba de alimentação do suco, que provavelmente incorpora ar no sistema, causando uma oxidação do ácido ascórbico. Como o fluxo de permeado à pressão de 60 bar foi maior em relação às pressões de 20 e 40 bar, o tempo de processo foi menor, havendo menor incorporação de ar e, conseqüentemente, menor perda.

A luminosidade do suco concentrado diminuiu quando comparada à do suco clarificado da alimentação. Essa diminuição foi tanto mais acentuada quanto maior a pressão aplicada. A turbidez do suco concentrado, por sua vez, apresentou comportamento oposto. Observou-se também um aumento da intensidade de cor vermelha (a_{Hunter}) e uma diminuição da intensidade de cor amarela (b_{Hunter}) no suco concentrado, em todas as pressões estudadas.

A Figura 3.2 apresenta a curva de declínio do fluxo de permeado com o tempo de processo. Pode-se verificar uma curva com comportamento típico dos processos de separação e concentração por membranas. Esse comportamento se deve a vários fatores como: estar usando membranas de filme composto (pele densa), que nos segundos iniciais do processo sofrem compactação; à retenção de material pela membrana causando um aumento da resistência à transferência de massa através dela, e ao aumento da pressão osmótica da alimentação com o tempo de processo, pelo aumento da viscosidade do suco, ou seja, o fluxo diminui pelo aumento da resistência global ($R_{\text{membrana}} + R_C$).

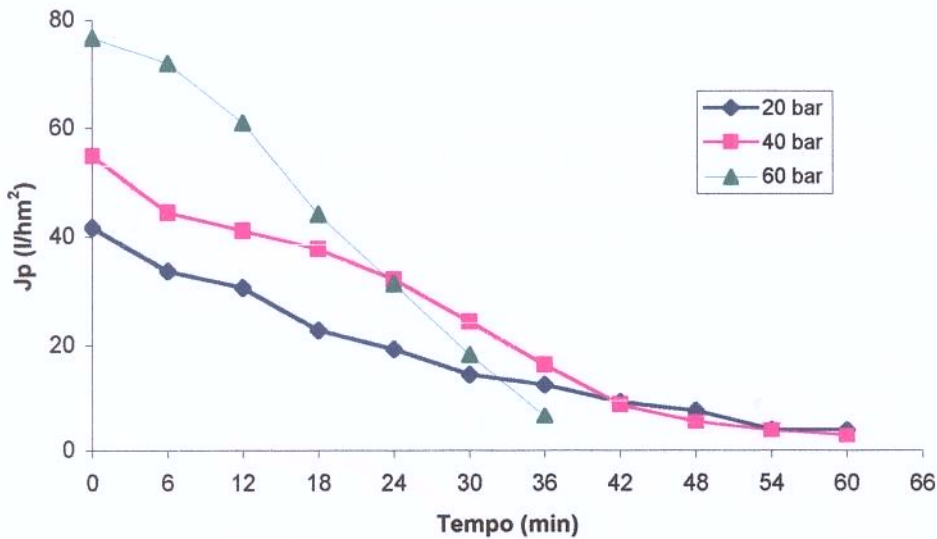


Figura 3.2 Variação do fluxo de permeado durante a concentração do suco de camu camu clarificado por osmose inversa nas três pressões estudadas em função do tempo de processo.

As figuras 3.3 e 3.4 apresentam as variações da concentração (°Brix) e do fator de concentração durante os processos para as três pressões estudadas, de 20, 40 e 60 bar. O fator de concentração cresceu durante o processo e com o aumento da pressão transmembrana. Como o suco está sendo concentrado, sua pressão osmótica aumenta, resultando em diminuição da força motriz que remove a água, o que limita o fator de concentração durante o processo de osmose inversa.

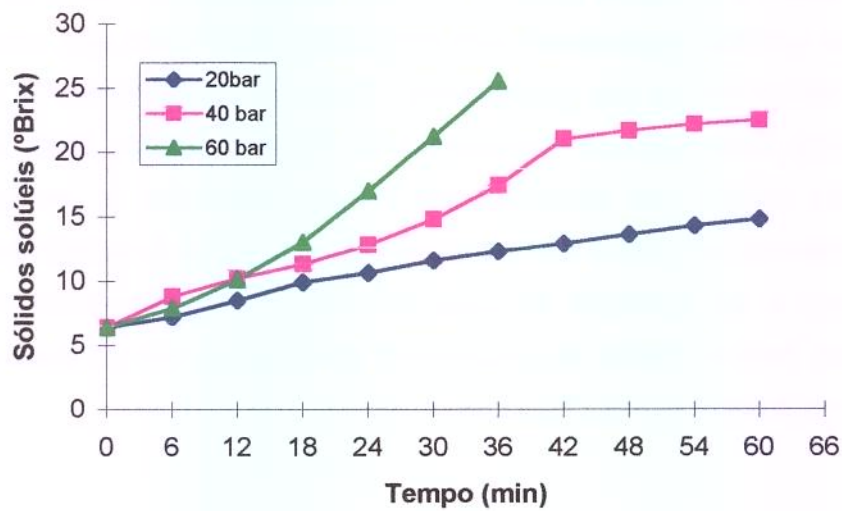


Figura 3.3: Evolução do teor de sólidos solúveis durante os processos de concentração por osmose inversa nas três pressões estudadas.

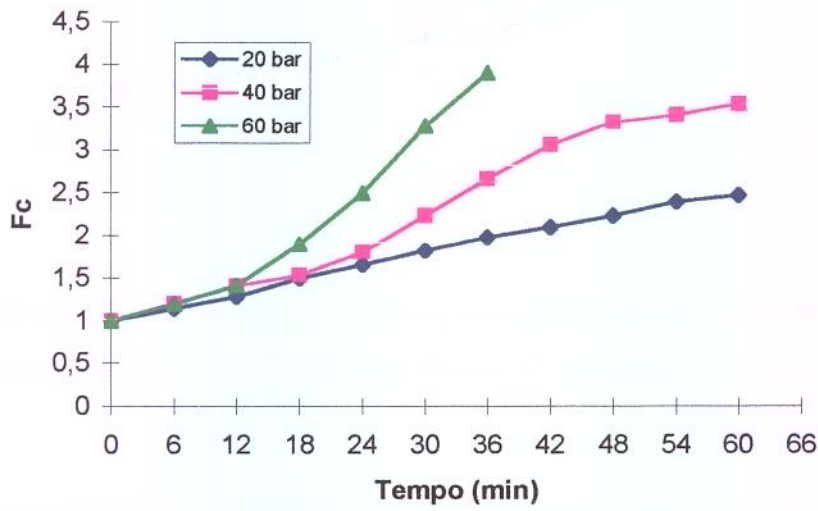


Figura 3.4: Evolução do fator de concentração durante os processos de concentração por osmose inversa nas três pressões estudadas.

3.2. Concentração por evaporação osmótica

Os primeiros cinco testes (EO1-EO5) foram realizados com a finalidade de conhecer o equipamento e determinar se os cálculos teóricos do fluxo estavam sendo confirmados na prática.

O estudo da influência da temperatura no desempenho do processo e no teor de ácido ascórbico do suco, testes EO6 e EO7, mostrou, por outro lado, que esse parâmetro exerce um importante papel no processo. O aumento do gradiente de temperatura causou uma melhora no fluxo evaporatório (Tabela 3.5). Porém, é importante ressaltar que a matéria-prima é composta por substâncias termossensíveis, o que limita o valor desse parâmetro apenas a níveis que não prejudiquem a qualidade do suco.

Tabela 3.5: Resultados dos testes de EO usando solução-modelo.

Testes	ΔT^* (°C)	Teor de sólidos solúveis (°Brix)		Fluxo evaporatório (kg/hm ²)	Perda de ácido ascórbico (%)
		TI	TF		
EO1	0	6,6	8,2	5,2	-----
EO2	0	8,2	13	4,8	-----
EO3	0	6,8	13,4	3,2	-----
EO4	0	7,0	10,0	7,4 4,7 4,2	8,5
EO5	0	6,7	14	6,1	4,1
EO6	10	6,3	16,7	8,0	6,5
EO7	15	6,4	24,7	12,5	5,0

TI: tempo inicial; TF: tempo final; $\Delta T = (T_{\text{suco}} - T_{\text{salmoura}})$; -----: não realizada

O suco de camu camu clarificado foi concentrado nas condições de trabalho do ensaio EO7, consideradas as melhores (Tabela 3.5) quanto ao desempenho do processo e à não degradação do teor de ácido ascórbico. Pode-se verificar na Tabela 3.5 que a diferença entre as temperaturas do suco e da salmoura (ΔT) teve grande influência no fluxo evaporatório. Esse comportamento também foi observado por Courel *et al.* (2000) e Vaillant *et al.* (2001), que estudaram a concentração de suco de maracujá pela mesma técnica. O aumento do ΔT resulta em aumento da transferência de massa do suco para a salmoura; conseqüentemente, o processo se torna mais rápido e economicamente mais interessante. Porém, deve-se enfatizar que o aumento do ΔT pode também interferir na qualidade sensorial (cor) e nutricional (teor vitamínico) do suco. A Tabela 3.6 apresenta os principais resultados da concentração do suco clarificado de camu camu por evaporação osmótica.

Tabela 3.6: Caracterização do suco de camu camu antes e depois do processo de concentração por evaporação osmótica, do suco de camu camu nas duas etapas do processo.

	EOA		EOB	
	TI	TF	TI	TF
Sólidos solúveis (°Brix)	6,6	24,7	24,7	63,4
pH	2,5	2,2	2,4	2,1
Acidez (g ac. cítrico/100g)	2,1	8,5	9,3	22,2
Sólidos totais (%p/p)	5,3	21,5	20,5	57,20
Luminosidade	29,50	29,50	27,10	27,36
a Hunter	1,77	1,79	1,39	0,9
b Hunter	4,20	3,43	0,26	0,7
Teor de ácido ascórbico (mg/100g)	1143,0	4170,2	4347,6	10810,9
Perda de ácido ascórbico (%)	4,4		5,5	
Fluxo evaporatório (kg/hm ²)	11,75		8,40	

TI: tempo inicial; TF: tempo final;

A Tabela 3.6 mostra que a melhor condição de trabalho, escolhida a partir dos resultados com a solução-modelo, também foi ótima para a concentração do suco de camu camu clarificado. A perda de ácido ascórbico foi inferior a 10% em ambos os testes, o que indica a eficiência do processo quanto à manutenção da qualidade nutricional do suco.

Pode-se observar que no ensaio EOA, quando o suco foi concentrado de 6 para 25°Brix, não houve diferença na cor do suco concentrado diluído comparado ao suco clarificado. Porém, para o ensaio EOB, verificou-se que, partindo-se de um suco a 25°Brix obtido por concentração a vácuo, os parâmetros a_{Hunter} e b_{Hunter} apresentaram algumas variações. Nesse caso, pode-se considerar que o suco a 25°Brix obtido por evaporação a vácuo a 60 °C tenha sofrido algum tipo de reação de degradação.

Assim como na osmose inversa, na evaporação osmótica também se pode observar a diminuição do pH devido a um aumento da acidez e do grau de concentração.

As figuras 3.5 e 3.6 apresentam o desempenho do processo dado pelo fluxo evaporatório e pela perda de massa, respectivamente, em função do tempo de processo.

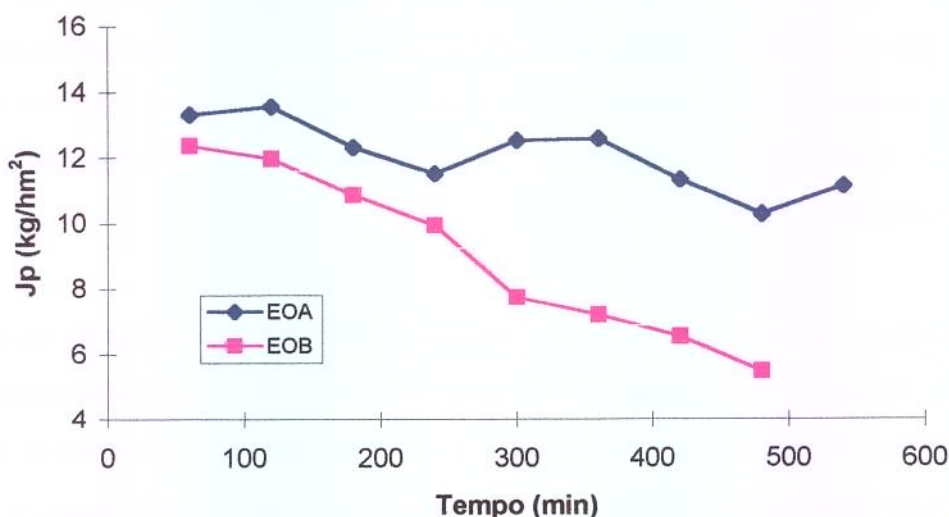


Figura 3.5: Variação do fluxo evaporatório dos processos EOA e EOB em função do tempo.

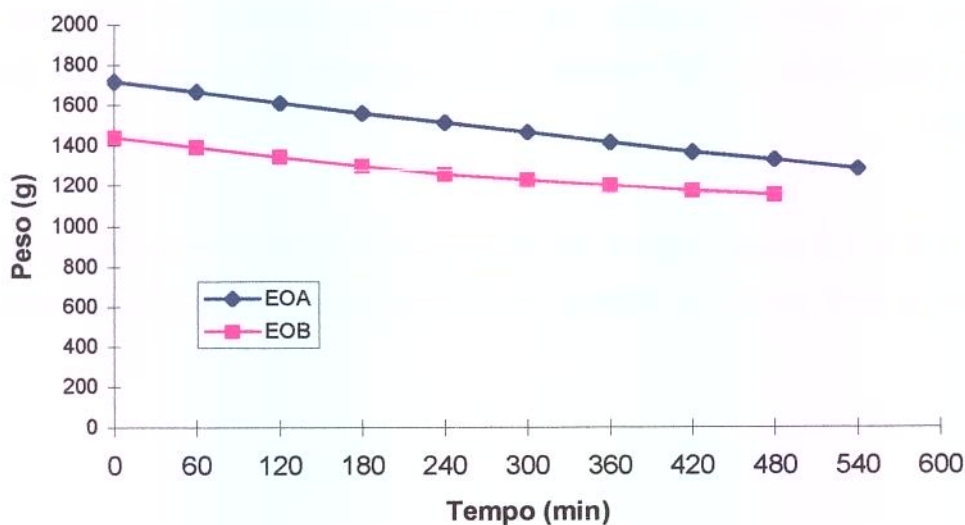


Figura 3.6: Perda de peso do suco durante os processos EOA e EOB.

Pode-se verificar uma curva típica de processos de separação por membranas, nos quais o fluxo evaporatório diminui com o tempo de processo. É possível observar também que a média de fluxo evaporatório obtido no EOA é superior à obtida no EOB, consequência da alta concentração de sólidos no segundo ensaio.

4. Conclusões

Os processos de osmose inversa e evaporação osmótica, ambos por membrana, foram eficazes na concentração de suco de camu camu clarificado.

O processo de osmose inversa apresentou máxima concentração quando se trabalhou com pressão transmembrana de 60 bar e temperatura de 22°C. O fluxo médio de permeado nessa condição foi de 50 l/hm² e a perda de ácido ascórbico foi de aproximadamente 13%. Por meio desse processo obteve-se um suco de alta qualidade nutricional. Apesar da limitação em se atingir níveis altos de concentração (24,5°Brix), esse processo pode ser considerado uma boa alternativa como etapa de pré-concentração para outros processos de concentração, como a evaporação, permitindo que as características nutricionais e sensoriais do suco sejam melhor conservadas.

O suco concentrado obtido pelo processo de evaporação osmótica apresentou qualidade nutricional (alto teor de ácido ascórbico) e sensorial (cor) similar ao do suco original. Neste trabalho, o suco de camu camu clarificado, quando concentrado por evaporação osmótica, alcançou concentração de 63,7°Brix em duas etapas, com fluxo evaporatório médio de 11,8 kg/hm² e 8,4 kg/hm², respectivamente. As perdas de ácido ascórbico foram inferiores a 10%.

Pode-se concluir que ambos os processos de concentração por membrana produziram sucos de alta qualidade nutricional e sem degradação da cor do suco inicial, mas que o processo de evaporação osmótica possui a vantagem de alcançar níveis mais altos de concentração que a osmose inversa.

5. Referências bibliográficas

1. ANDRADE, J. de C **Curvas de maturação e características nutricionais do camu-camu (Myrciaria dubia (H. B.K.) Mc.Vaugh) cultivado em terra firme da Amazônia Central.** Tese de Doutorado apresentada na Faculdade de Engenharia de Alimentos/UNICAMP, 1991, 177p.
2. A.O.A.C. (Association of Official Analytical Chemists) . **Official methods of analysis** ; edited by Sidney Willians. 14^oed. Arlington, 1984.
3. A.O.A.C. (Association of Official Analytical Chemists) . **Official methods of analysis** ; edited by Patricia Cunniff . 16^oed. Gaithersburg ,Maryland , 1997.
4. BARBE, A.M.; BARTLEY, J.P.; JACOBS, A.L.; JOHNSON, R.A. Retention of volatile organic flavour/fragrance components in the concentration of liquifoods by osmotic distillation. **Journal of Membrane Science.** v. 145, p.67-75, 1998.
5. BENASSI, M.T. **Análise dos efeitos dos diferentes parâmetros na estabilidade da vitamina C em vegetais processados.** Campinas,,UNICAMP/FEA. Tese de Mestrado. 150p., 1990.
6. COUREL, M.; **Etude des transferts de matière en évaporation osmotique: Application à la concentration des jus de fruits.** Montpellier – França. Université de Montpellier II. Tese de Doutorado. 260p., 1999.
7. COUREL, M; DORNIER, M.; HERRY, J.M.; RIOS, G. M.; REYNES, M. Effect of operating conditions on water transport during the concentration of sucrose solutions by osmotic distillation. **Journal of Membrane Science.** v. 170, p.281-289, 2000.

8. CURCIO, S.; CALABRÓ, V.; IORIO, G.; CINDIO, B. Fruit juice concentration by membranes: effects of rheological properties on concentration polarization phenomena. **Journal of Food Engineering**. v. 48, p. 235-241, 2001.
9. FERREIRA F.R., FERREIRA S.A.N., CARVALHO F.E.U., Espécies frutíferas pouco exploradas com potencial econômico e social para o Brasil, **Revista Brasileira de Fruticultura** 9 p.11-12, 1987.
10. GOSTOLI C. Gás membrane extraction: A new technique for the production of high quality juice. **Fruit Processing**. v.10, p. 417-421. 1998.
11. HOGAN, P.A.; CANNING, R.P.; PETERSON, P.A.; JOHNSON, R.A., MICHAELS, A.S. A new option: Osmotic distillation. **Chemical Engineering Progress**. p.49-61, julho 1998.
12. INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas: Métodos Químicos e Físicos para Análise de Alimentos**. São Paulo, 1985.
13. JARIEL, O., REYNES, M. COUREL, M. DURAND, M. N., DORNIER, M., DEBLAY, P.. "Comparison de quelques techniques de concetration de jus de fruits." **Fruits** 51 (6): p. 437-450, 1996.
14. KANE, L. BRADDOCK, R.J.; SIMS, C.A.; MATTHEWS, R.F. Lemon juice aroma concentration by reverse osmosis. **Journal of Food Science**. v.60, n. 1, 1995.

15. MATTA, V. M. da. **Estudo da Utilização dos Processos de Separação por Membranas para Obtenção de Suco de Acerola Clarificado e Concentrado**. Campinas, 1999. 181p. Tese de Doutorado. Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP.
16. MEDINA, B. G.; GARCIA III, A. Concentration of Orange Juice by Reverse Osmosis. **Journal of Food Process Engineering** 10: p.217-230, 1988
17. MULDER, M. **Basic Principles of Membrane Technology**. s.l.: Kluwer Academic Publishers, 1991.
18. PETROTOS, K. B.; LAZARIDES, H.N. Osmotic concentration of liquid foods. **Journal of Food Engineering**. V. 49, p. 201-206, 2001.
19. RAMTEKE, R.S.; SINGH, N.I.; REKHA, M.N. EIPESON, W.E. Methods for concentration of fruit juice: A critical evaluation. **Journal of Food Science and Technology**. v. 30, n. 6, p. 391-402, 1993.
20. SILVA, F.T. **Concentração de Suco de Laranja (*Citrus sinensis*) por Osmose Inversa**. Campinas: UNICAMP: Faculdade de Engenharia de Alimentos, 1995. Tese Mestrado.
21. SILVA, M.F.V. **Efeito de diferentes tratamentos e embalagens nas características da polpa e na determinação dos teores de ácido ascórbico e das antocianinas durante o armazenamento**. Campinas, UNICAMP/FEA. Tese de doutorado, 224p., 1999.

22. VAILLANT, F.; JEATON, E.; DORNIER, M.; O'BRIEN, G. M.; REYNES, M.; DECLOUX, M. Concentration of passion fruit on an industrial pilot scale using osmotic evaporation. **Journal of Food Engineering**, (47), p;195-202 ; 2001.
23. VILLACHICA L.H., El cultivo del camu-camu *Myrciaria dubia* (H.B.K.) Mc.Vaugh en la Amazônia Peruana, **Tratado de Cooperacion Amazonica**, Lima, 1996.
24. YILDIZ, F.; BOZKUT, M. WILEY, R.C. Comparison of reverse osmosis and evaporation processing on the quality characteristics of tomato concentrates. **Food Control**. v.4, n. 3, p. 155-158, 1993.

Capítulo IV

VALIDAÇÃO DOS PROCESSOS DE CLARIFICAÇÃO E CONCENTRAÇÃO DO SUCO DE CAMU CAMU

1. Introdução

Como já foi mencionado anteriormente, o camu camu, cujo fruto é o objeto do presente estudo, é uma das inúmeras espécies frutíferas exóticas encontradas em estado silvestre na Amazônia, a região mais rica em recursos naturais do planeta. Também como já foi previamente dito, o interesse por seu cultivo vem crescendo tanto no Brasil quanto no Peru, por ser o fruto do camu camu uma excelente fonte de vitamina C. E, ainda, como visto na introdução deste trabalho, o mercado de sucos límpidos está em forte expansão nos últimos anos. Dessa expansão vêm surgindo muitos trabalhos que objetivam otimizar os processos de clarificação de suco de frutas no sentido de preservar as características sensoriais e nutricionais do suco, considerando sempre o aspecto econômico do processo.

A clarificação de suco de frutas pelo método convencional apresenta a grande desvantagem de ter de ser feita em várias etapas e de utilizar vários agentes filtrantes, produzindo um resíduo, de descarte complicado. Por isso, a microfiltração tangencial vem sendo aplicada com muito sucesso nessa área, pois ao mesmo tempo em que produz um suco clarificado é um processo de esterilização a frio.

Mensah e Lozano (1992) estudaram a clarificação de suco de limão pelo processo de microfiltração como alternativa ao processo convencional, com a finalidade de

solucionar o problema de desestabilização do suco após a diluição do concentrado. O suco clarificado obtido, após concentração e rediluição ao Brix inicial, não apresentou turvação nem formação de depósitos durante o tempo de armazenamento.

A concentração é considerada uma forma de conservação, por reduzir a atividade de água do alimento. Esse processo também leva a uma redução de peso e de volume, o que resulta em imediata vantagem econômica. Porém, processos convencionais de concentração como a evaporação, em que são usadas altas temperaturas, podem acarretar mudanças significativas na qualidade sensorial e nutricional dos alimentos.

A tecnologia de separação e concentração por membranas envolve a separação de componentes de um fluído por meio de membranas especiais, permitindo a concentração, o fracionamento e a purificação desses compostos com base no peso e tamanho molecular, na forma dos compostos e nas interações com a superfície da membrana e com os outros componentes da mistura (Silva, 1995).

Osmose inversa (OI), ultrafiltração (UF) e microfiltração (MF) são os mais promissores processos de separação usados na indústria de alimentos. A ultrafiltração e a microfiltração são processos de clarificação e fracionamento. A microfiltração está sendo muito utilizada em substituição à ultrafiltração por ter a vantagem de possuir maior diâmetro de poro – o que resulta em maior fluxo, ou seja, melhor desempenho do processo –, ao passo que a osmose inversa é um processo essencialmente de concentração. (Ramteke *et al.*, 1993).

O sucesso da tecnologia de membrana na concentração de suco de frutas depende do desenvolvimento de membranas adequadas, capazes de reter compostos de aroma. A grande desvantagem desses processos, por sua vez, é a limitação da concentração alcançada (Mulder, 1991).

O objetivo desta etapa foi estudar a validação do processo de clarificação e concentração, ou seja, realizar o processo, partindo da fruta até chegar ao suco

clarificado concentrado, da mesma forma como aconteceria no processamento em nível industrial, através da microfiltração e da osmose inversa.

2. Material e métodos

2.1. Material

2.1.1. Matéria-prima

As frutas usadas para a validação do processo foram provenientes de um produtor conveniado à Cooperativa Agrícola de Tomé Açu, município de Tomé Açu (PA). Elas foram congeladas, armazenadas em recipientes térmicos e transportadas sob condições de refrigeração até Guarulhos (SP), de onde foram levadas, ainda congeladas, à Embrapa Agroindústria de Alimentos, no Rio de Janeiro (RJ), onde o processo foi realizado.

2.2. Métodos

2.2.1. Validação do processo de clarificação e concentração por membranas

Definidas as melhores condições para obtenção de suco de camu camu clarificado e as melhores condições de concentração por osmose inversa, foi realizado um experimento que objetivou validar o processo. Na verdade, essa validação consistiu em realizar o processo como ele se daria em nível industrial, partindo-se da fruta *in natura* até se obter o suco clarificado e concentrado.

A validação dos processos de clarificação e concentração do suco de camu camu foi realizada na planta piloto de engenharia da Embrapa Agroindústria de Alimentos, Rio de Janeiro - RJ.

Para essa etapa foram utilizados 125 kg de camu camu, que foram submetidos aos mesmos processos de seleção, lavagem e sanitização descritos no Capítulo II

deste trabalho. O despulpamento e o tratamento enzimático também se deram sob as mesmas condições anteriormente definidas no Capítulo II; o tratamento enzimático, porém, foi realizado em um vaso multipropósito Armfield com capacidade de 20 litros. Com o despulpamento foram obtidos 73 kg de polpa, com um rendimento de extração em suco de 58,40%. Foram retiradas amostras para realização das análises físicas, químicas e físico-químicas da polpa obtida.

Após o tratamento enzimático procedeu-se à clarificação e esterilização a frio do suco. Em função dos resultados obtidos no Capítulo II deste trabalho, de definição das melhores condições para se obter um suco de camu camu clarificado e estéril comercialmente, escolheu-se como melhor ensaio o KMF, que utilizou sistema Koch, módulo tubular, membrana de MF (0,3 μm), área filtrante de 0,05 m^2 a uma pressão transmembrana de 2 bar, e que apresentou o melhor desempenho do processo e uma mais das menores perda de ácido ascórbico, dentre os testes realizados.

Imediatamente após a clarificação, o suco foi concentrado pelo processo de osmose inversa, nas melhores condições de concentração obtidas no Capítulo III deste trabalho, ou seja, sistema DSS Lab Unit – 20, módulo quadros e placas, membranas de filme composto com rejeição de 95% ao NaCl e pressão transmembrana de 60 bar. Antes das etapas de clarificação e concentração por OI foi feita a lavagem das membranas e foram determinadas as suas permeabilidades hidráulicas, de acordo com as condições citadas nos Capítulos II e III deste trabalho, para cada sistema de filtração.

Foram coletadas amostras para as análises de caracterização e do comportamento reológico da polpa integral, do suco tratado enzimaticamente, do suco clarificado e do suco concentrado.

A Figura 4.1 apresenta o fluxograma qualitativo das operações unitárias básicas para obtenção do suco de camu camu clarificado e concentrado.

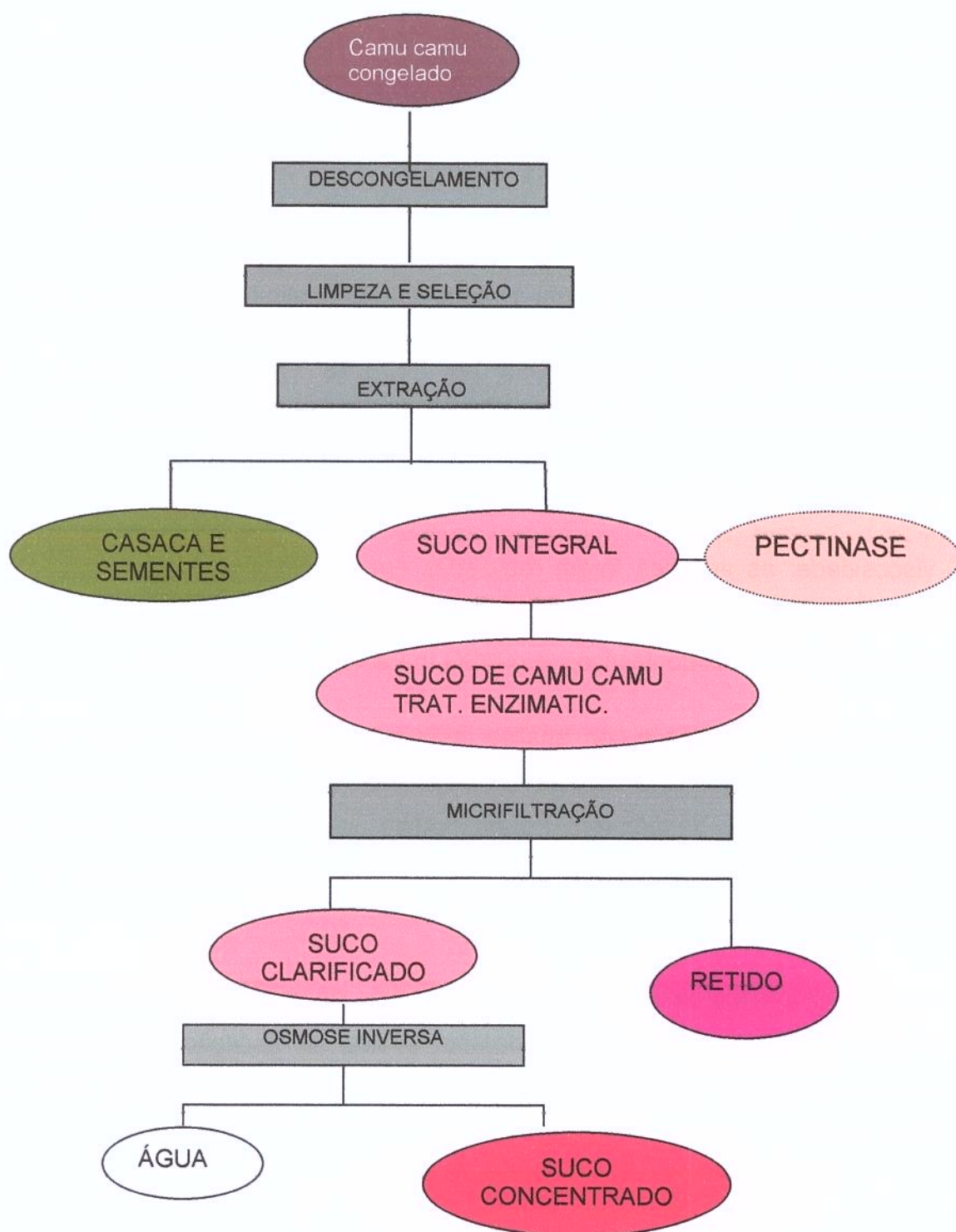


Figura 4.1: Fluxograma das operações unitárias básicas para obtenção do suco de camu camu clarificado e concentrado.

2.2.2. Análises físicas, químicas e físico-químicas

- pH: leitura direta em pHmêtro Metronal modelo E120, calibrado, com solução tampão Merck, pH 4,0 e 7,0; segundo método nº 13.010 da A.O.A.C. (1984);
- Sólidos solúveis: medido através da leitura direta em refratômetro modelo Bellinghan + Stanley Limited; escala em °Brix. (A.O.A.C., 1997 - 932,12);
- sólidos totais: secagem em estufa a vácuo a 60°C (Instituto Adolfo Lutz, 1985);
- acidez total titulável: determinada por titulação utilizando-se solução de hidróxido de sódio e como indicador fenolftaleína (Instituto Adolfo Lutz, 1985);
- densidade: leitura direta em densímetro digital AP Paar;
- viscosidade: as análises foram realizadas em reômetro de cilindro co axiais CONTRAVES Rheomat 30. Foram utilizados dois sistemas de medidas, o DIN 45, para fluidos pseudoplásticos, e o MSO, para fluidos newtonianos;
- luminosidade, turbidez e cor: análise instrumental realizada por transmitância no S&M Colour Computer modelo SM-4-CM da Suga, no Sistema Hunter, com abertura de 30 mm de diâmetro. Foram medidos: a luminosidade (0 – preto; 100 – branco); as intensidades de cores a_{Hunter} e b_{Hunter} ; o ΔE (diferença total de cor e o Haze (turbidez);
- teor de ácido ascórbico: foi determinado através de volumetria de oxi-redução, utilizando-se 2,6 – diclorofenol indofenol sódico na titulação das amostras, segundo método nº43.056 da A.O.A.C. (1984), modificado por Benassi (1990) e Silva (1999).

2.2.3. Análises microbiológicas

Foram realizadas as análises de contagem padrão em placas, coliformes fecais, fungos filamentosos e leveduras e presença de *Salmonella*, de acordo com Siqueira, (1995).

2.2.4. Avaliação sensorial

A avaliação sensorial consistiu na formulação de um refresco e de um iogurte a partir do suco clarificado de camu camu, que foram submetidos a testes de aceitação e intenção de compra. O refresco e o iogurte foram formulados na proporção de uma parte de suco para uma e meia partes de água (para o refresco) e iogurte natural comercial (para o iogurte); ambos foram adoçados na mesma proporção. Para os testes de aceitação foi usada uma escala hedônica de nove pontos, variando de *Gostei extremamente* a *Desgostei extremamente*. Para o teste de intenção de compra, a escala utilizada foi de cinco pontos e variou de *Certamente compraria* a *Certamente não compraria*. Nos testes foram utilizados cinquenta provadores não-treinados e os atributos analisados foram aroma e sabor. A ficha da avaliação sensorial utilizada pelos provadores consta do anexo 1

Foram apresentadas, a cada provador, amostras com aproximadamente 15 ml de refresco e de iogurte. Estas foram servidas em copos plásticos, tipo “cafezinho”, codificados com números aleatórios de três dígitos, a uma temperatura de aproximadamente 15°C (Stone e Sidel, 1985).

Os dados foram analisados por um teste de comparação de média simples utilizando-se o programa Mini Tab.

2.2.5. Caracterização reológica do suco de camu camu

A caracterização reológica do suco foi realizada utilizando-se reômetro de cilindro coaxiais CONTRAVES Rheomat 30. Foram utilizados dois sistemas de medidas, o DIN 45 para fluidos pseudoplásticos e o MSO para fluidos newtonianos. Foram analisados a polpa integral, o suco tratado enzimaticamente, o suco clarificado e o suco concentrado a três temperaturas diferentes, 5°C, 20°C e 30°C.

3. Resultados e discussão

3.1. Validação do processo de clarificação e concentração do suco de camu camu

3.1.1. Caracterização física, química e físico-química da polpa de camu camu, do suco tratado enzimaticamente, do suco clarificado e do suco concentrado

A Tabela 4.1 mostra as características físicas, químicas e físico-químicas da polpa de camu camu e do suco tratado enzimaticamente, do suco clarificado e do suco concentrado.

O pH aumentou e a acidez diminuiu com a concentração do suco, como foi observado também nos testes de concentração por OI no Capítulo III deste trabalho.

O teor de ácido ascórbico não apresentou diferença significativa nos três primeiros sucos, ou seja, não houve perda desse composto durante as etapas de tratamento enzimático e de clarificação do suco. Na etapa de concentração verificou-se um aumento da quantidade desse ácido no mesmo nível de concentração do suco, o que significa que tampouco houve perdas após a concentração.

Tabela 4.1: Características físicas, químicas e físico-químicas da polpa integral de camu camu, do suco tratado enzimaticamente, do suco clarificado e do suco concentrado.

	PI	STE	SCL	SCO
Fibra alimentar (g/100g)	1,18	nr	nr	nr
Proteínas (g/100g)	0,49	nr	nr	nr
Cinzas (g/100g)	0,24	nr	nr	nr
Umidade (g/100g)	93,28	nr	nr	nr
Açúcares não-redutores	0,54	nr	nr	nr
Açúcares redutores	3,33	nr	nr	nr
Extrato etéreo (g/100g)	0,34	nr	nr	nr
Carboidratos totais (g/100g)	5,65	nr	nr	nr
Sólidos solúveis (Brix)	6,9	6,7	6,9	26,5
Sólidos totais (p/p)	6,7	7,0	6,1	nr
pH	2,89	2,50	2,47	2,32
Acidez (g ác.cítrico/100g)	1,8	2,3	2,1	8,6
Ácido ascórbico (mg/100g)	1355,05	1435,63	1463,45	5261,01
Densidade (g/cm ³)	1,0202	1,0287	1,0277	1,1149
L	2,43	1,86	75,95	43,82
a _{Hunter}	19,96	38,13	35,97	70,84
b _{Hunter}	-4,73	-6,89	14,64	28,96
Turbidez	101,15	88,9	53,7	82,2

PI - polpa integral; STE - suco tratado enzimaticamente; SCL - suco clarificado; SCO - suco concentrado; nr – não-realizado.

O aumento dos valores de luminosidade no permeado mostra que houve um clareamento do suco permeado em relação ao suco alimentado e da polpa integral, que pode também ser comprovado pela diminuição dos valores de turbidez do suco permeado. Na concentração, porém, observou-se uma sensível redução da luminosidade e um aumento considerável da turbidez.

Observou-se também, de modo geral, um leve aumento na intensidade da cor vermelha, que ficou ainda mais forte com a concentração do suco, assim como da cor amarela na clarificação e concentração do suco.

3.1.2. Desempenho dos processos de clarificação e concentração do suco de camu camu

As figuras 4.2 e 4.3 apresentam os gráficos de fluxo de permeado em função do tempo de processo para clarificação e concentração, respectivamente, no processo de validação.

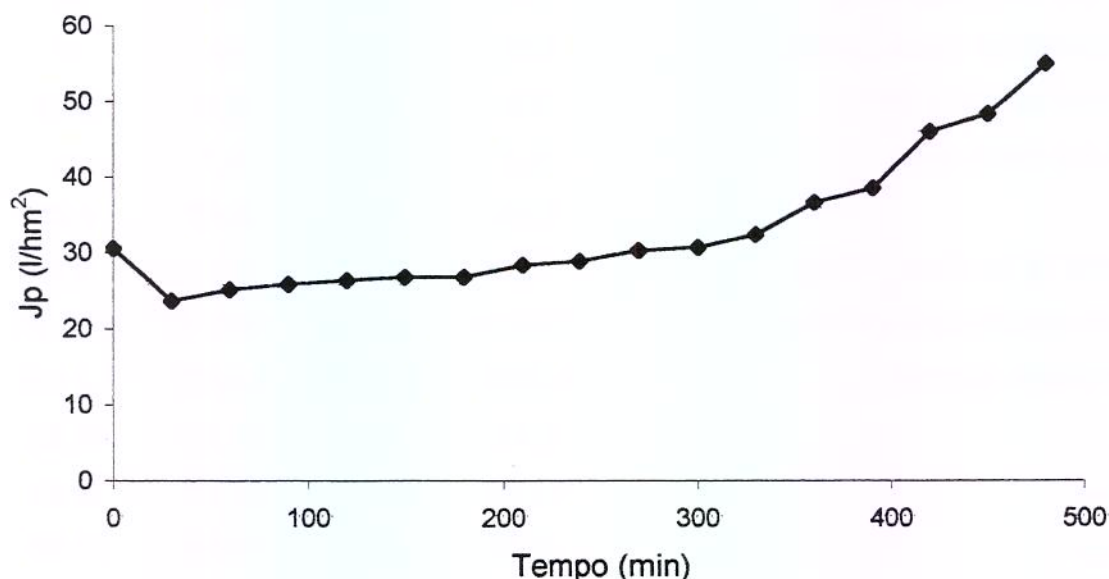


Figura 4.2: Fluxo de permeado em função do tempo de processamento para clarificação de suco de camu camu.

Inicialmente observou-se uma diminuição no fluxo de permeado, que, no entanto, após uma hora de processo, começou a aumentar. Isso pode se dever a um aumento da temperatura durante o processamento que levou à ativação da enzima e, conseqüentemente, a uma diminuição da viscosidade durante o processamento. Matta (1999) obteve o mesmo comportamento de fluxo de

permeado em seu trabalho de clarificação de suco de acerola, porém este aumento de fluxo se deu após 30 minutos, sendo mais acentuado nos últimos 30 minutos finais do processo (4 horas). Esse comportamento não foi observado nos testes do Capítulo II deste trabalho, por causa da menor temperatura inicial e por ter havido um controle maior da temperatura durante os processamentos.

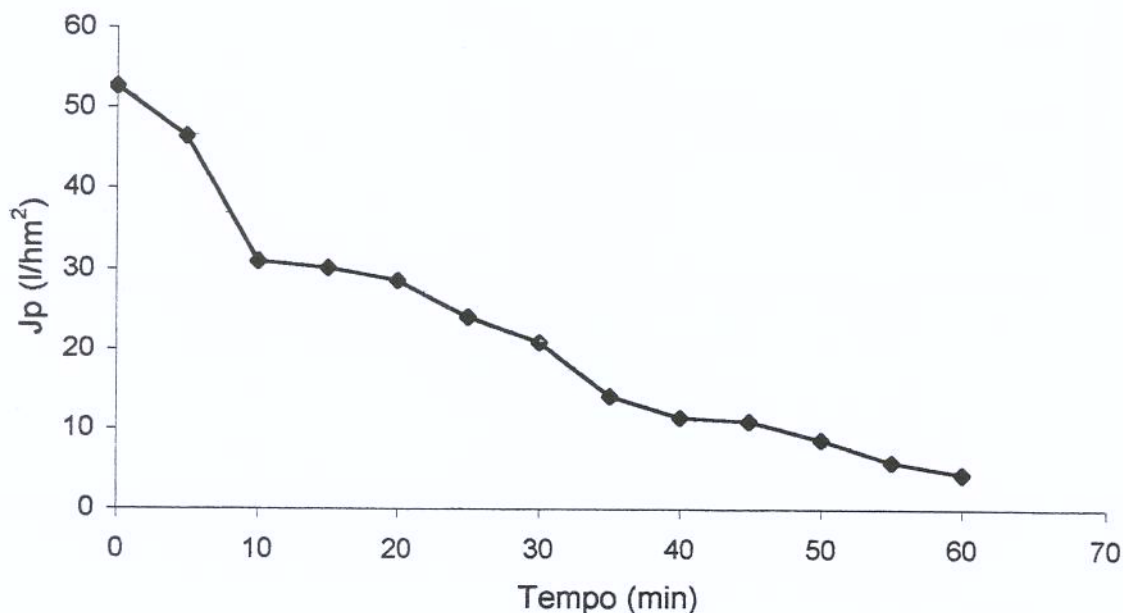


Figura 4.3: Fluxo de permeado em função do tempo de processamento para concentração de suco de camu camu.

Para o processo de concentração por osmose inversa observa-se uma diminuição característica da curva do fluxo de permeado em função do tempo de processo, que se deve ao aumento da resistência global, como discutido anteriormente no capítulo III deste trabalho.

A Figura 4.4 apresenta o aumento de sólidos solúveis ($^{\circ}$ Brix) em função do tempo de processo, e a Figura 4.5 o gráfico do fator de concentração em função do tempo de processo.

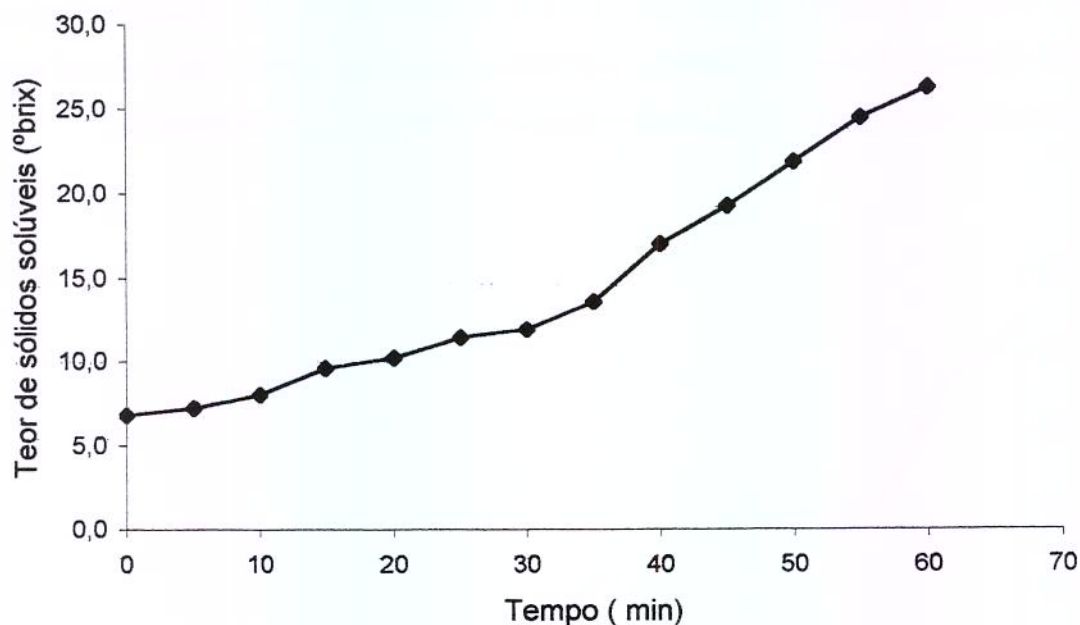


Figura 4.4: Aumento de sólidos solúveis (°Brix) em função do tempo de processo.

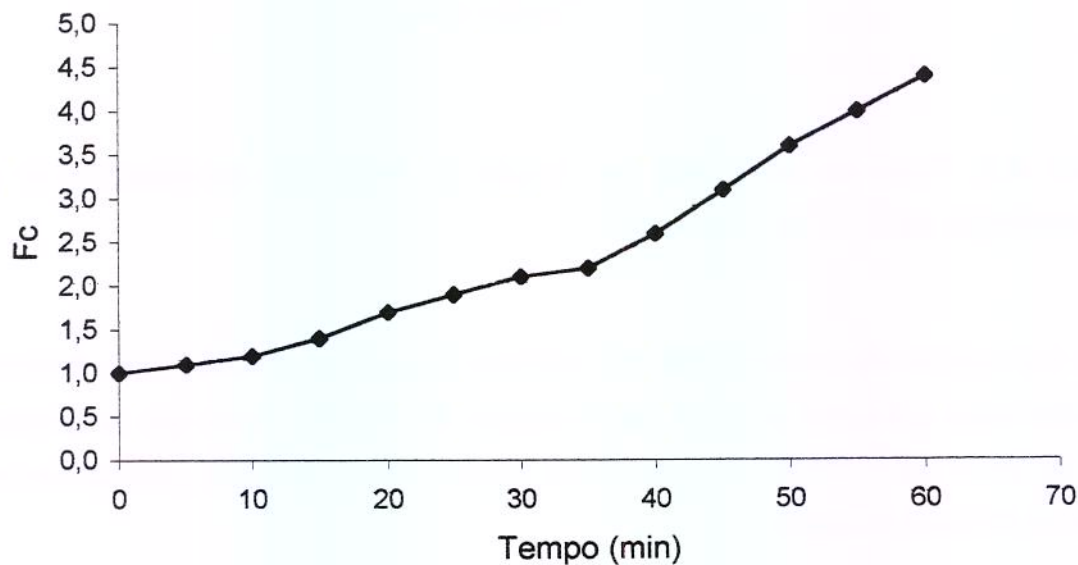


Figura 4.5: Fator de concentração em função do tempo de processo.

Os gráficos apresentados nas figuras 4.4 e 4.5 mostram o aumento do Brix e, conseqüentemente, um aumento no fator de concentração volumétrica do suco. Após uma hora de processo, foi obtidos um suco com teor de sólidos solúveis de 26,5°Brix e o fator de concentração volumétrica foi de 4,4.

3.1.3. Análises microbiológicas do suco de camu camu

A Tabela 4.2 apresenta os resultados das análises microbiológicas realizadas com suco integral, suco tratado enzimaticamente, suco clarificado e suco concentrado.

Tabela 4.2 Análises microbiológicas do suco de camu camu em todas as etapas do processo de validação

	PI	STE	SCL	SCO
Bolores e leveduras (UFC/g)	1,0x10 ¹	1,0x10 ¹	<1,0x10 ¹	<1,0x10 ¹
Contagem padrão (UFC/g)	8,0x10 ¹	8,0x10 ¹	<1,0x10 ¹	<1,0x10 ¹
<i>Salmonella</i> (em 25g)	aus	aus	aus	aus
Coliformes fecais (NMP/g)	<3	<3	<3	<3

Como mostrado no Capítulo II deste trabalho e comprovado nesta etapa, o suco microfiltrado pode ser considerado estéril, o que também comprovou-se em relação ao suco concentrado. No entanto, não se pode garantir a estabilidade microbiológica do produto durante o armazenamento, pois, como foi dito anteriormente, nem o suco clarificado nem o concentrado foram coletados em um ambiente estéril.

3.1.4. Avaliação sensorial do suco de camu camu

As Figuras 4.6 e 4.7 apresentam os resultados referentes à avaliação sensorial, aceitabilidade e intenção de compra para os atributos aroma e sabor de um refresco e um iogurte, formulados a partir do suco clarificado de camu camu. Esses resultados estão expressos em mediana, em intervalo de confiança de 95%, e estão resumidos na Tabela 4.3.

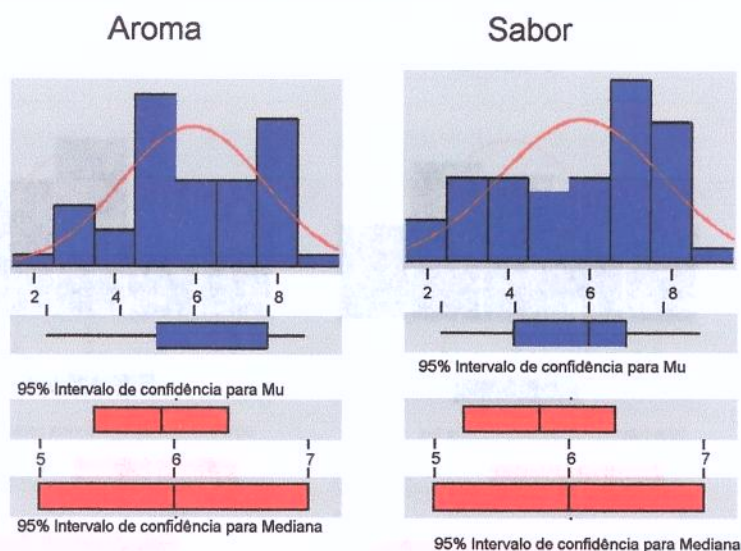
Tabela 4.3: Resultados da análise sensorial de suco e iogurte de camu camu

	Suco de camu camu		iogurte de camu camu	
	Aroma	Sabor	Aroma	Sabor
Aceitação	6	6	8	8
Intenção de compra	3	3	4	4

De acordo com os resultados apresentados na Tabela 4.3 e nas Figuras 4.6 e 4.7, observou-se que o refresco formulado teve a mediana das notas igual a 6 ou seja, “gostei ligeiramente”, para os dois atributos analisados. O iogurte formulado obteve a mediana das notas igual a 8, ou seja, “gostei muito”, também para os dois atributos analisados. A avaliação da intenção de compra apresentou o mesmo comportamento que o da aceitabilidade, ou seja, o iogurte foi preferido pelos provadores. A mediana das notas para o iogurte foi de 4 (provavelmente compraria) enquanto que a mediana das notas atribuídas pelos consumidores para o refresco foi de 3 (tenho dúvidas se compraria), também para os dois atributos analisados. A diferença foi significativa tanto para o teste de aceitabilidade quanto para o teste de intenção de compra.

Através dos resultados analisados pode-se dizer que o iogurte foi mais bem aceito que o refresco nos dois atributos analisados. O mesmo aconteceu com relação à intenção de compra, em que o iogurte foi preferido ao refresco, pelos provadores.

Aceitabilidade do refresco de camu camu



Aceitabilidade do iogurte de camu camu

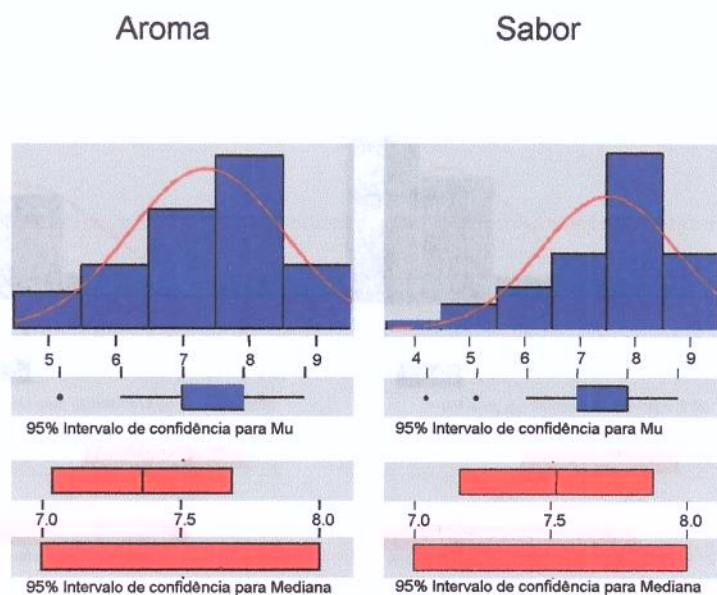
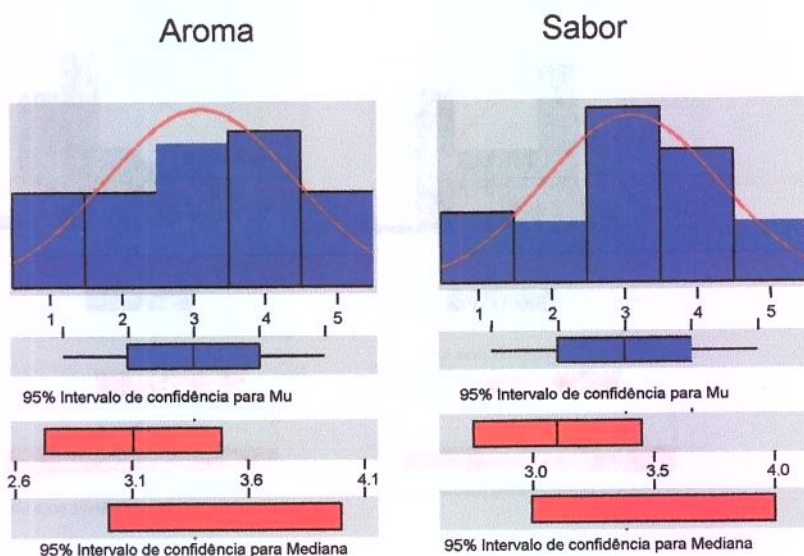


Figura 4.6: Gráficos dos resultados de aceitabilidade do refresco e do iogurte de camu camu

Intenção de compra para o refresco de camu camu



Intenção de compra para o iogurte de camu camu

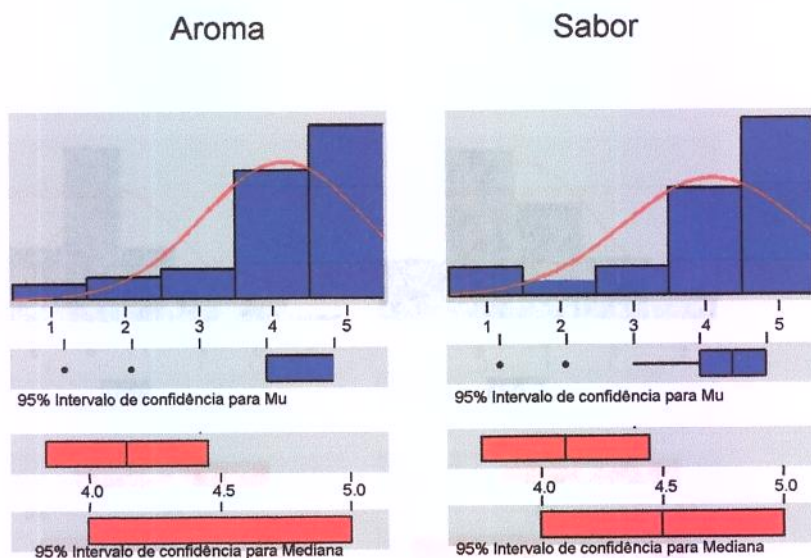


Figura 4.7: Gráficos dos resultados de intenção de compra para o refresco e o iogurte de camu camu.

3.1.5. Caracterização reológica do suco de camu camu

A Tabela 4.4 apresenta o efeito da temperatura no comportamento reológico do suco de camu camu. Foram usadas as temperaturas de 5°C, 20° C e 30°C.

Tabela 4.4: Efeito da temperatura no comportamento reológico do suco de camu camu

	5°C		20°C		30°C	
	η_a	n	η_a	n	η_a	n
	(mPa.s)		(mPa.s)		(mPa.s)	
Polpa integral	61,35	0,363	50,61	0,362	39,58	0,332
Alimentação MF	17,38	0,437	11,02	0,580	10,91	0,441
Permeado MF	1,58	1,078	1,07	1,018	0,83	1,008
Concentrado OI	3,64	0,987	2,21	0,991	1,66	1,023

Como mostra a Tabela 4.4, e as figuras 4.8 e 4.9 a polpa integral de camu camu apresentou um comportamento reológico de fluido pseudoplástico para as três temperaturas estudadas caracterizado pela diminuição da viscosidade aparente com o aumento da taxa de deformação, apresentando índice de comportamento (n) menor que 1.

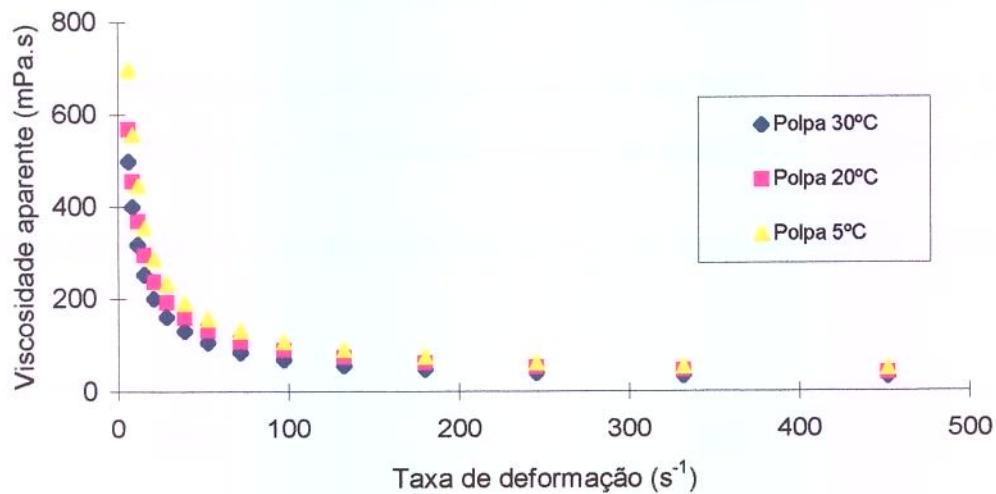


Figura 4.8:Viscosidade aparente da polpa de camu camu nas três temperaturas analisadas.

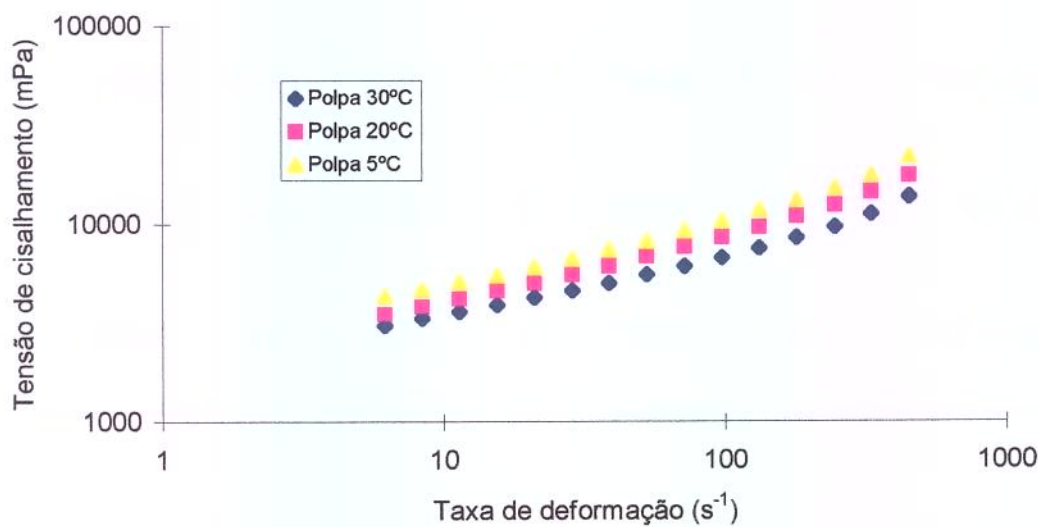


Figura 4.9:Comportamento reológico da polpa de camu camu nas três temperaturas analisadas.

Após o tratamento enzimático da polpa, (alimentação MF), observou-se, por um lado, a redução da viscosidade aparente do suco e, por outro, o mesmo comportamento reológico da polpa (pseudoplástico), apresentando índice de comportamento (n) menor que 1, (Figuras 4.10 e 4.11).

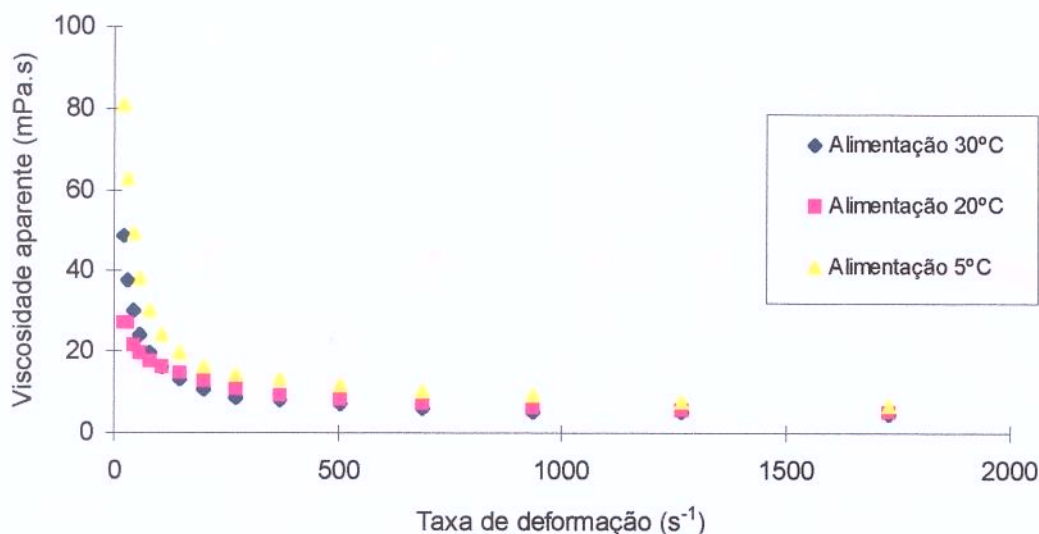


Figura 4.10: Viscosidade aparente do suco de camu camu da alimentação nas três temperaturas analisadas.

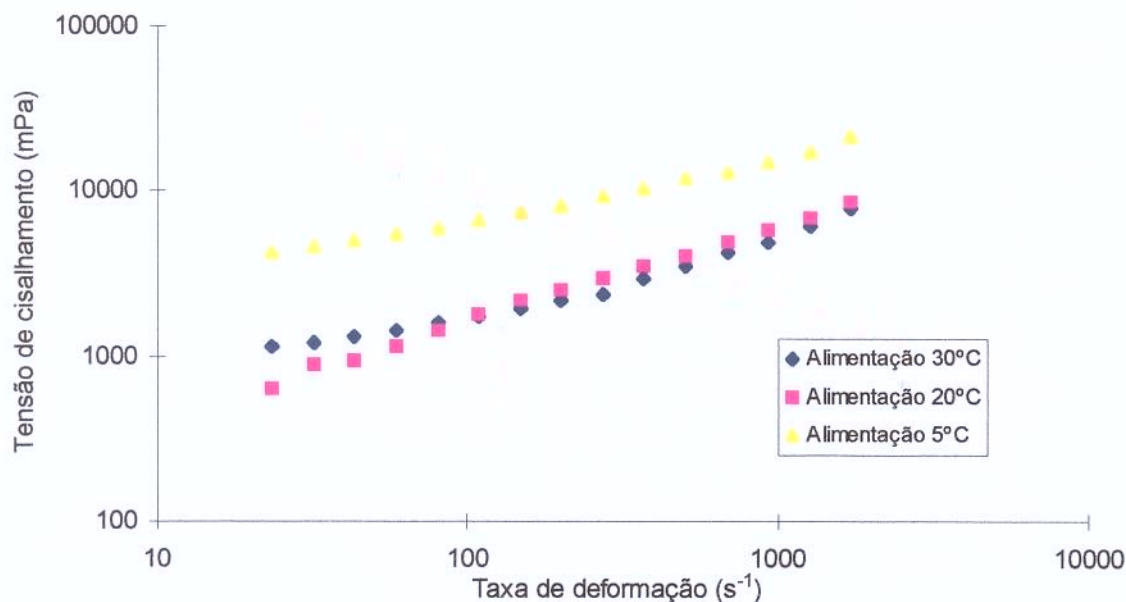


Figura 4.11: Comportamento reológico do suco de camu camu da alimentação nas três temperaturas analisadas.

Os sucos permeado MF e concentrado OI mostraram uma redução ainda maior da viscosidade em relação à alimentação MF, nas três temperaturas estudadas, devido à remoção de sólidos insolúveis pelo processo, apresentando um comportamento reológico de fluido newtoniano (Figuras 4.12; 4.13; 4.14 e 4.15).

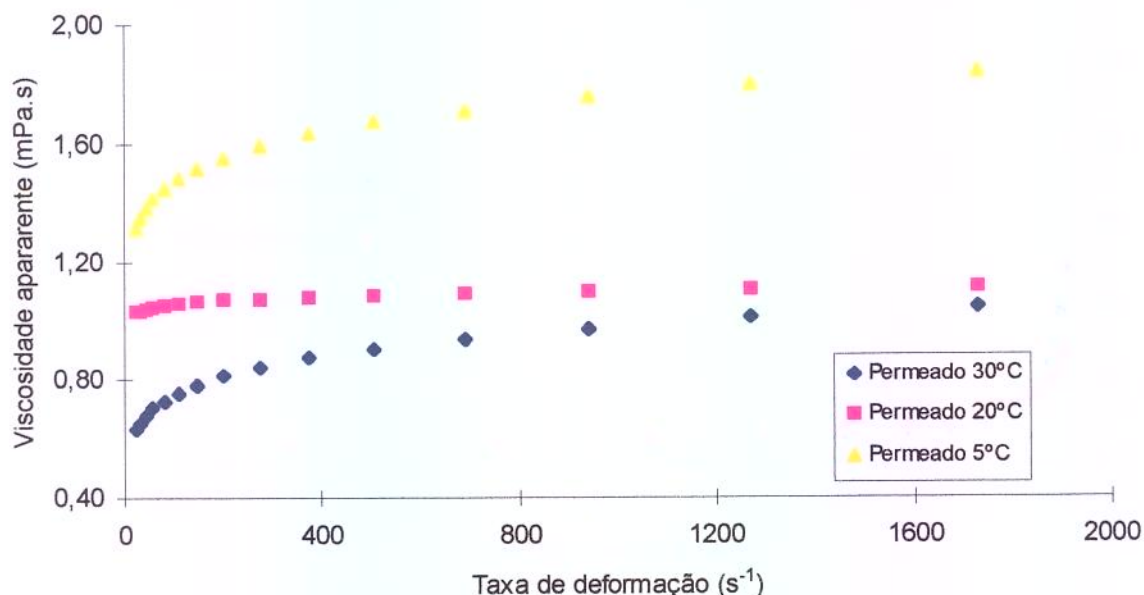


Figura 4.12: Viscosidade aparente do suco de camu camu permeado da MF nas três temperaturas analisadas.

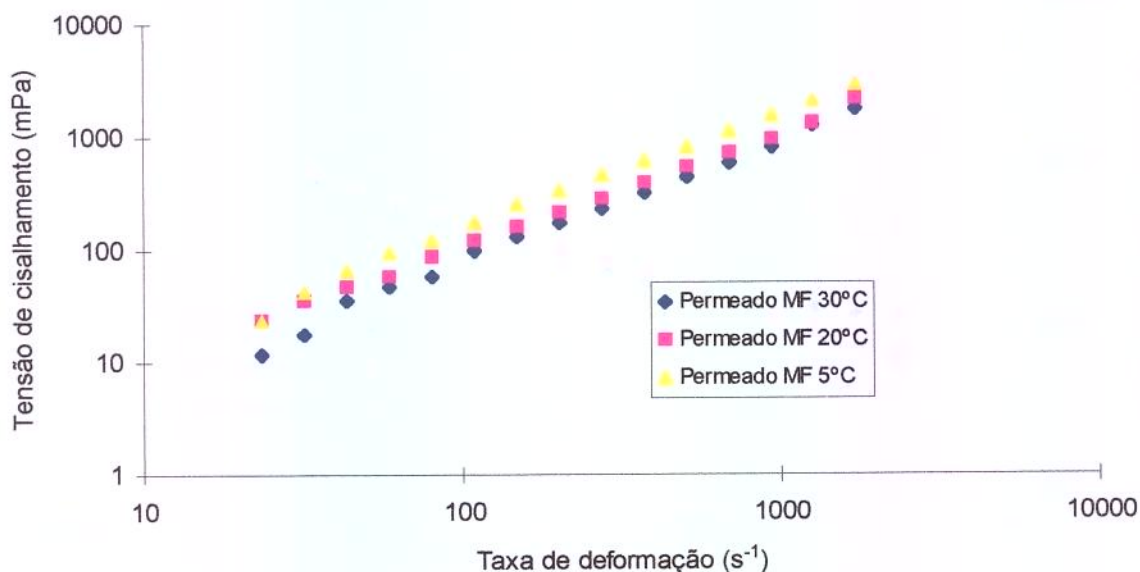


Figura 4.13: Comportamento reológico do suco de camu camu permeado da MF nas três temperaturas analisadas.

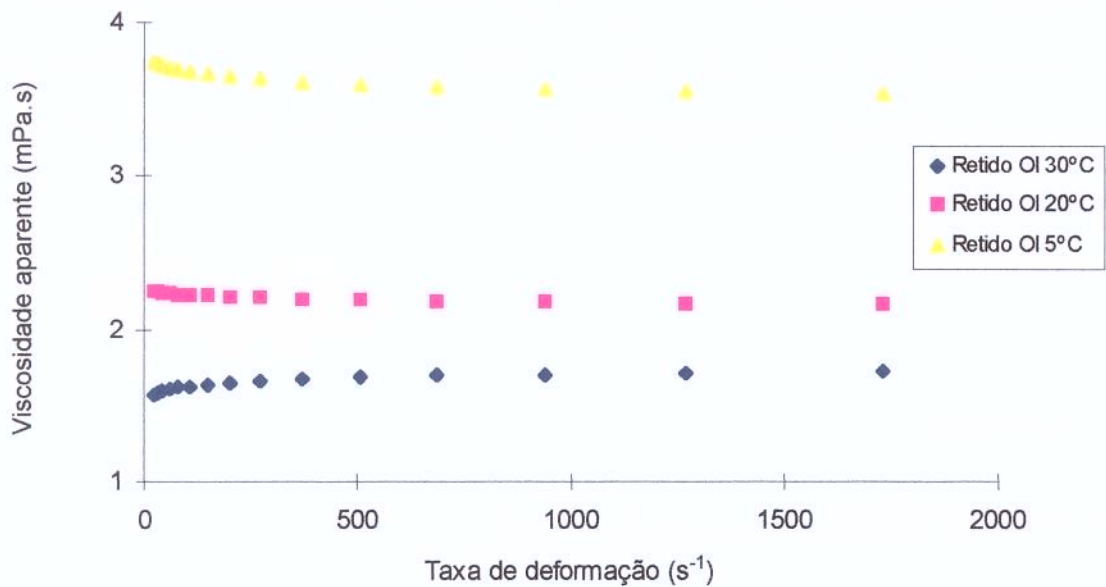


Figura 4.14:Viscosidade aparente do suco de camu camu retido da OI nas três temperaturas analisadas.

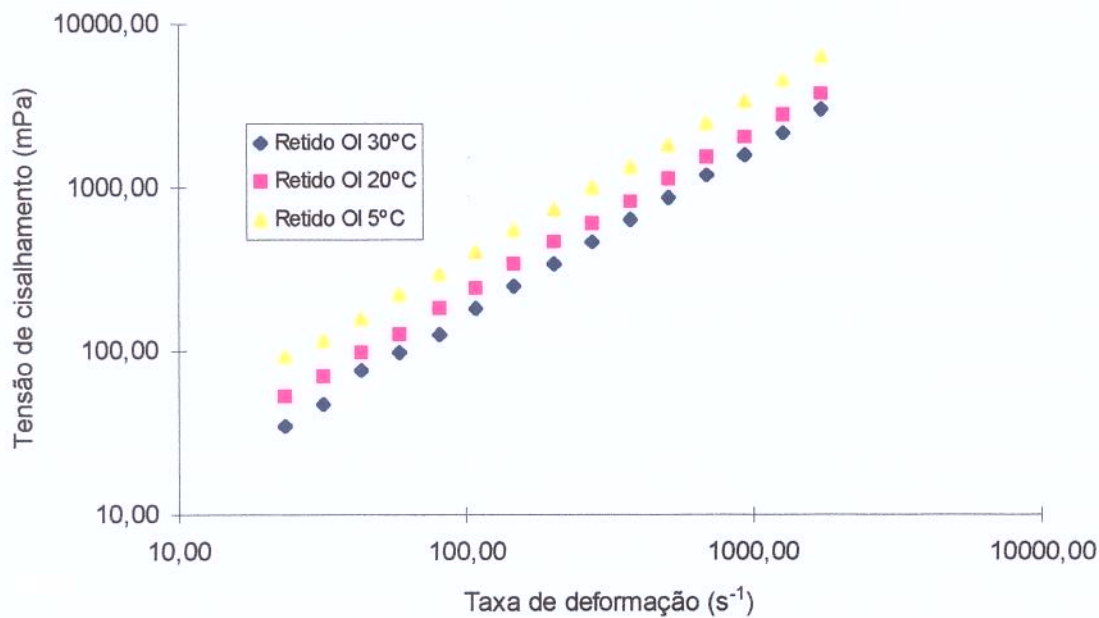


Figura 4.15:Comportamento reológico do suco de camu camu retido da OI nas três temperaturas analisadas.

Em relação à influência da temperatura no comportamento do suco, observou-se uma diminuição da viscosidade aparente com o aumento da temperatura sem alteração do índice de comportamento, o que também foi observado por Rao e Cooley, (1983).

4. Conclusões

O processo de validação permite concluir que:

o objetivo principal do trabalho foi cumprido, ou seja, foi possível conduzir as etapas de clarificação e concentração, já que não se produz suco clarificado e concentrado de camu camu, com bons resultados;

o suco clarificado apresentou alta qualidade microbiológica, sensorial e nutricional, sendo a microfiltração uma ótima alternativa para a clarificação de suco de frutas;

o refresco formulado a partir do suco clarificado tem boa aceitabilidade e intenção de compra. Porém, quando adicionado a algum outro produto, como no caso da formulação do iogurte, sua aceitabilidade e intenção de compra aumentam. Isso indica que, quando mascarada sua acidez natural, ao adicioná-lo a um outro produto, ou mesmo em *blends* de suco de frutas, o camu camu é mais bem aceito pelos provadores;

o suco clarificado e concentrado alcançando um teor de sólidos solúveis de 26,5°Brix e um fator de concentração volumétrica de 4,4;

o suco clarificado e o suco clarificado e concentrado apresentaram comportamento reológico de fluido newtoniano;

5. Referências bibliográficas

1. AOAC (Association of Official Analytical Chemists). **Official methods of analysis**; edited by Sidney Williams. 14^o ed. Arlington, 1984.1141p.
2. A.O.A.C. (Association of Official Analytical Chemists) . **Official methods of analysis** ; edited by Patricia Cunniff . 16^oed. Gaithersburg ,Maryland , 1997.
3. BENASSI, M. T. **Análise dos Efeitos dos Diferentes Parâmetros na Estabilidade de Vitamina C em Vegetais Processado**. Campinas, 1990 150p. Tese de mestrado. Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP.
4. INSTITUTO ADOLF LUTZ. **Normas Analíticas: Métodos Químicos e Físicos para Análise de Alimentos**. São Paulo, 1985.
5. MATTA, V. M. da. **Estudo da Utilização dos Processos de Separação por Membranas para Obtenção de Suco de Acerola Clarificado e Concentrado**. Campinas, 1999. 181p. Tese de Doutorado. Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP.
6. MENSAH, A. e LOZANO, Y. Application de la microfiltration tangentiel dans la fabrication de concentrés citriques. **Agrumes**. Numéro spécial, p. 271-272, 1992.
7. MULDER, M. **Basic Principles of Membrane Technology**. s.l.: Kluwer Academic Publishers, 1991.
8. RAMTEKE, R.S.; SINGH, N.I.; REKHA, M.N. EIPESON, W.E. Methods for concentration of fruit juice: A critical evaluation. **Journal of Food Science and Technology**. v. 30, n. 6, p. 391-402, 1993.
9. RAO, M.A. e COOLEY, H.J. Applicability of flow models with yeld for tomato concentrates. **Journal of Food Process Engineering**. v. 6, n.3, p.159-173, 1983.

10. SILVA, F.T. **Concentração de Suco de Laranja (*Citrus sinensis*) por Osmose Inversa**. Campinas: UNICAMP: Faculdade de Engenharia de Alimentos, 1995. Tese Mestrado.
11. SILVA, M. F. V. **Efeito de Diferentes Tratamentos e Embalagens nas Características da Polpa e na Determinação dos Teores de Ácido Ascórbico e das Antocianinas Durante o Armazenamento**. Campinas, 1999. 224p. Tese Doutorado. Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP.
12. SIQUEIRA, R. S. **Manual de Microbiologia de Alimentos**. Rio de Janeiro. EMBRAPA, 159p. 1995.

ANEXO

TESTE DE ACEITABILIDADE ESCALA HEDÔNICA (SUCO DE CAMU CAMU)

Por favor, prove a amostra de SUCO DE CAMU CAMU e classifique-a de acordo com a escala abaixo, segundo cada um dos atributos indicados (aroma e sabor).

9. Gostei extremamente
8. Gostei muito
7. Gostei moderadamente
6. Gostei ligeiramente
5. Não gostei nem desgostei
4. Desgostei ligeiramente
3. Desgostei moderadamente
2. Desgostei muito
1. Desgostei extremante

[] AROMA [] SABOR

Descreva o que você mais gostou e o que menos gostou em relação ao aroma e sabor da amostra:

Mais gostou

Menos gostou

AROMA _____

SABOR _____

Qual seria sua atitude quanto a compra do SUCO DE CAMU CAMU. Se encontrasse este produto a venda, eu:

1. Certamente não compraria
2. Provavelmente não compraria
3. Tenho dúvidas se compraria
4. Provavelmente compraria
5. Certamente compraria

[] AROMA [] SABOR

TESTE DE ACEITABILIDADE ESCALA HEDÔNICA (YOGURTE DE CAMU CAMU)

Por favor, prove a amostra de YOGURTE DE CAMU CAMU e classifique-a de acordo com a escala abaixo, segundo cada um dos atributos indicados (aroma e sabor).

9. Gostei extremamente
8. Gostei muito
7. Gostei moderadamente
6. Gostei ligeiramente
5. Não gostei nem desgostei
4. Desgostei ligeiramente
3. Desgostei moderadamente
2. Desgostei muito
1. Desgostei extremante

[] AROMA [] SABOR

Descreva o que você mais gostou e o que menos gostou em relação ao aroma e sabor da amostra:

Mais gostou

Menos gostou

AROMA _____

SABOR _____

Qual seria sua atitude quanto a compra do YOGURTE DE CAMU CAMU. Se encontrasse este produto a venda, eu:

1. Certamente não compraria
2. Provavelmente não compraria
3. Tenho dúvidas se compraria
4. Provavelmente compraria
5. Certamente compraria

[] AROMA [] SABOR