UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS

UNICAMP

ESTUDO DA ULTRAFILTRAÇÃO POR MEMBRANAS MINERAIS DE LEITE COAGULADO ENZIMATICAMENTE

LEILA PERES

ORIENTADOR : **PROF. DR. SALVADOR MASSAGUER ROIG**

PARECER

Este exemplar corresponde à redação final da tese defendida por LEILA PERES e aprovada pela Comissão Julgadora em 07.04.97.

Campinas, 07 de abril de 1997

Prof.Dr.SALVADOR MASSAGUER ROIG

Presidente da Banca

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

Campinas - 1997

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS

UNICAMP

ESTUDO DA ULTRAFILTRAÇÃO POR MEMBRANAS MINERAIS DE LEITE COAGULADO ENZIMATICAMENTE

LEILA PERES

ORIENTADOR : **PROF. DR. SALVADOR MASSAGUER ROIG**

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

Campinas - 1997

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Salvador Massaguer Roig

(Orientador)

Dra. Ariene Gimenez Fernandes van Dender

(Membro)

Prof. Dr. Carlos Alberto Gasparetto

(Membro)

Prof. Dr. Edison Bittencourt

(Membro)

Dra. Profª Dra. Hilary C. Menezes

(Membro)

Prof. Dr. Ranulfo Monte Alegre

(Membro)

Walkíria H. Viotto

Profª Dra. Walkíria Hanada Viotto

(Membro)

Ao José Luiz e aos nossos filhos Bruno e Laura.

página

IV.3.2. Limpeza e esterilização das membranas.....25

IV.4. Determinações analíticas dos concentrados e permeados.....27

IV.5. Equipamentos usados nas determinações analíticas.....28

IV.6. Métodos Analíticos.....29

IV.6.1. Determinação da porcentagem de proteína.....29

IV.6.2. Determinação da porcentagem de nitrogênio total (%NT).....29

IV.6.3. Determinação da porcentagem de nitrogênio não-protéico (%NNP).....31

IV.6.4. Determinação da porcentagem de nitrogênio não-caséico (%NNC).....32

IV.6.5. Determinação da porcentagem de sólidos totais.....33

IV.6.6. Determinação da porcentagem de lactose.....34

IV.6.7. Determinação das porcentagens de gordura em leite e gordura em creme de leite.....36

IV.6.7.1. Porcentagem de gordura em leite (método utilizado para os concentrados com $F_{cv} < 2$).....36

IV.6.7.2. Porcentagem de gordura em creme (método utilizado para os concentrados com $F_{cv} > 2$).....37

IV.6.8. Determinação da porcentagem de cinzas.....38

IV.7. Cálculo dos parâmetros usados para a análise do desempenho e eficiência do processo de ultrafiltração.....39

IV.7.1. Fluxo de permeado (J_p).....39

IV.7.2. Coeficiente de retenção de proteína (R_p).....39

IV.7.3. Fator de concentração volumétrica (F_{cv}).....40

IV.7.4. Pressão média transmembrana (P).....40

V. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....41

V.1. Processamentos realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37.....42

página

V.1.1. Processamentos de concentração de leite integral.....43

V.1.2. Processamentos de concentração de leite integral coagulado enzimaticamente.....50

V.1.3. Processamentos de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente sem concentração (F_{cv} igual a 1,0).....59

V.1.4. Comparação entre os processamentos de concentração por ultrafiltração em batelada, de leite integral e leite integral coagulado enzimaticamente, realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37.....62

V.2. Processamentos de concentração de leite integral coagulado enzimaticamente realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.....70

VI.CONCLUSÕES.....88

VII. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....95

ANEXO.....101

LISTA DE FIGURAS

página

Figura 1 - Esquema do perfil de concentração na superfície de uma membrana de ultrafiltração mostrando a formação da camada gel-polarizada e a camada limite.....6

Figura 2 - Estruturas de membranas.....7

Figura 3 - Esquema da planta piloto de ultrafiltração CARBOSEP 2S 37.....22

Figura 4 - Esquema da unidade de bancada de UF MICROCARBOSEP 40.....23

Figura 5 - Curvas de fluxo de permeado , $\mathbf{J_p}$, em l/h.m^2, versus tempo , **t** , em minutos, para processamentos de concentração de leite integral , na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 - peso molecular de corte de 20000 Daltons, M6 - diâmetro de poro médio de 0,08 μm].....48

Figura 6 - Curvas de fluxo de permeado , $\mathbf{J_p}$, em l / h.m^2, versus o fator de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$, para processamentos de concentração de leite integral, na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 - peso molecular de corte de 20000 Daltons, M6 - diâmetro de poro médio de 0,08 μm].....48

Figura 7 - Curvas do fator de concentração volumétrica , $\mathbf{F_{cv}}$, versus tempo, **t** , em minutos, para processamentos de concentração de leite integral, na unidade CARBOSEP 2S 37. [M4 - peso molecular de corte 20000 Daltons, M6 - diâmetro de poro médio de 0,08 μm].....49

Figura 8 - Curvas de fluxo de permeado, $\mathbf{J_p}$, em l/h.m^2, versus tempo , **t** , em minutos, para processamentos de concentração de **leite integral coagulado enzimaticamente**, na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 - peso molecular de corte de 20000 Daltons, M6 - diâmetro de poro médio de 0,08 μm].....54

página

Figura 9 - Curvas de fluxo de permeado, J_p , em l/h.m^2, versus fator de concentração volumétrica , F_{cv} , para processamentos de concentração de **leite integral coagulado enzimaticamente**, na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 - peso molecular de corte de 20000 Daltons, M6 - diâmetro de poro médio de 0,08 μm] 54

Figura 10 - Curvas do fator de concentração volumétrica, F_{cv} , versus tempo, **t** , em minutos, para processamentos de concentração de **leite integral coagulado enzimaticamente**, na unidade piloto CARBOSEP 2S37 [M4 - peso molecular de corte de 20000 Daltons, M6 - diâmetro de poro médio de 0,08 μm] 57

Figura 11 - Curvas de queda de pressão ($\Delta P = P_{entrada} - P_{saída}$), versus fator de concentração volumétrica, F_{cv} ,para processamentos de concentração de **leite integral coagulado enzimaticamente**, na unidade piloto CARBOSEP 2S37. [M4 - peso molecular de corte de 20000 Daltons, M6 - diâmetro de poro médio de 0,08 μm] 57

Figura 12 - Curvas de fluxo de permeado, J_p , versus o tempo de ultrafiltração, **t** , para os processamentos: UPLC4a (3 bar, 35 °C) , UPLC4 b (4 bar, 35 °C) e UPLC4c (5 bar, 35°C), de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente, com F_{cv} igual a 1,0 (sem concentração e sem limpeza intermediária), utilizando membrana M4 (20000 Daltons), na unidade piloto CARBOSEP 2S 37 62

Figura 13 - Curvas de fluxo de permeado, J_p , em l/h.m^2, versus tempo , **t** , em minutos, para os processamentos de concentração em batelada, de **leite** e **leite coagulado** , realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 - 20000 Daltons, M6 - 0,08 μm] 64

Figura 14 - Curvas de fluxo de permeado, J_p , em l/h.m^2, versus fator de concentração volumétrica , F_{cv} , para os processamentos de concentração em batelada, de **leite** e **leite coagulado** , realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 - 20000 Daltons, M6 - 0,08 μm] 64

Figura 15 - Curvas do fator de concentração volumétrica, F_{cv} , versus tempo, **t** , em minutos, para os processamentos de concentração em batelada, de **leite** e **leite coagulado** , realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37.[M4 - peso molecular de corte de 20000 Daltons, M6 - diâmetro de poro médio de 0,08 μm] 65

página

Figura 16 - Curvas de fluxo de permeado, J_p , em l/h.m^2, versus tempo, **t** , em minutos, para os processamentos de concentração em batelada de **leite**: UPL1 e UPL2 e de **leite coagulado**: UPLC1 e UPLC3, realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37.[M4 - 20000 Daltons, M6 - 0,08 μm]....66

Figura 17 - Curvas de fluxo de permeado, J_p , em l/h.m^2 , versus fator de concentração volumétrica, F_{cv} , para os processamentos de concentração em batelada de **leite**: UPL1 e UPL2 e de **leite coagulado**: UPLC1 e UPLC3, realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 -20000 Daltons, M6 - 0,08 μm]....66

Figura 18 - Curvas do fator de concentração volumétrica , F_{cv} , versus tempo, **t** , em minutos, para os processamentos de concentração em batelada de **leite**: UPL1 e UPL2 e de **leite coagulado**: UPLC1 e UPLC3, realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 20000 Daltons, M6 - 0,08 μm]....67

Figura 19 - Curvas do coeficiente de retenção de proteína, R_p , versus o fator de concentração volumétrica F_{cv} , para os processamentos de concentração em batelada: UPL1(**leite**), UPLC1 e UPLC3 (**leite coagulado**), realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37, com a membrana M4 de 20000 Daltons....69

Figura 20 - Curvas de porcentagem de sólidos totais, no permeado , versus fator de concentração volumétrica, F_{cv} ,para os processamentos de concentração em batelada de **leite**: UPL1 e UPL2 e de **leite coagulado**: UPLC1 e UPLC3, realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 - 20000 Daltons, M6 - 0,08 μm]....69

Figura 21 - Curvas de variação do fluxo de permeado, J_p , com o tempo de ultrafiltração, **t** , para processamentos de concentração em batelada, realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40, com leite coagulado e as membranas CARBOSEP M8, M3 e M9, respectivamente com pesos moleculares médios de corte de 50000, 150000 e 300000 Daltons e CARBOSEP M6, M14 e M45, respectivamente com diâmetro médio de poro de 0,08 μm, 0,14 μm e 0,45 μm. **P** = 3 bar e **T** = 35 °C. **V** é o volume inicial de leite....76

página

Figura 22 - Curvas de variação do fluxo de permeado, $\mathbf{J_p}$, com o fator de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$, para os processamentos de concentração em batelada, realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40, com leite coagulado e as membranas CARBOSEP M8, M3 e M9, respectivamente com pesos moleculares médios de corte de 50000, 150000 e 300000 Daltons e CARBOSEP M6, M14 e M45, respectivamente com diâmetro médio de poro de 0,08 μm, 0,14 μm e 0,45 μm **P** = 3 bar e **T** = 35 °C. **V** é o volumeinicial de leite.....77

Figura 23 - Curvas de variação do fator de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$, com o tempo de ultrafiltração, **t** , para processamentos de concentração em batelada, realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40, com leite coagulado e as membranas: CARBOSEP M8, M3 e M9, respectivamente com pesos moleculares médios de corte de 50000, 150000 e 300000 Daltons e CARBOSEP M6, M14 e M45, respectivamente com diâmetro médio de poro de 0,08 μm, 0,14 μm e 0,45 μm **P** = 3 bar e **T** = 35 °C. **V** é o volume inicial de leite.....78

Figura 24 - Curvas do coeficiente de retenção de proteína, $\mathbf{R_p}$, versus o fator de concentração volumétrica , $\mathbf{F_{cv}}$, para os processamentos de concentração em batelada, realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40 com leite coagulado, à temperatura de 35 °C e pressão de 3 bar, utilizando-se as membranas : CARBOSEP M8, M3, M9, M6, M14 e M45. **V** é o volume inicial de leite.....82

Figura 25 - Curvas de variação do coeficiente de retenção de proteína, $\mathbf{R_p}$, com o tempo de ultrafiltração, t, para os processamentos de concentração em batelada, realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40 com leite coagulado, à temperatura de 35 °C e pressão de 3 bar, utilizando-se as membranas : CARBOSEP M8, M3, M9, M6, M14 e M45. **V** é o volume inicial de leite.....83

Figura 26 - Curvas de variação do fluxo de permeado, $\mathbf{J_p}$, com o tempo de ultrafiltração, **t** , para os processamentos UBLC3, UBLC6, UBLC7 e UBLC8, realizados na unidade MICROCARBOSEP 40, com leite integral coagulado enzimaticamente e as membranas: M6 (0,08 μm) e M8 (50000 Daltons), à temperatura de 35 °C e às pressões de 3 e 5 bar.....85

Figura 27 - Curvas de variação do coeficiente de retenção de proteína, **Rp** , com o tempo de ultrafiltração, **t** , para processamentos UBLC3, UBLC6, UBLC7 e UBLC8, realizados na unidade MICROCARBOSEP 40, com leite integral coagulado enzimaticamente e as membranas: M6 (0,08 μm) e M8 (50000 Daltons), à temperatura de 35 °C e às pressões de 3 e 5 bar.....86

LISTA DE TABELAS

página

Tabela 1 - Processos de separação por membranas, baseados em um diferencial de pressão.....5

Tabela 2 - Características dos processamentos UPL1, UPL2, UPL3 e UPL4, realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37, para concentração em batelada de leite integral.....44

Tabela 3 - Resumo dos resultados dos Processamentos UPL1, UPL2, UPL3 e UPL4 de concentração por ultrafiltração em batelada , de leite integral na unidade CARBOSEP 2S 37.....45

Tabela 4 - Características dos processamentos UPLC1 ,UPLC2 e UPLC3, realizados na Unidade de Piloto CARBOSEP 2S 37, para concentração em batelada, de leite integral, coagulado enzimaticamente.....50

Tabela 5 - Resumo dos resultados dos processamentos UPLC1 ,UPLC2 e UPLC3 de concentração por ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente na unidade CARBOSEP 2S 37.....52

Tabela 6 - Resumo dos resultados do Processamento UPLC4, de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente na unidade CARBOSEP 2S 37 , sem concentração, para pressões de 3 , 4 e 5 bar (Processamentos UPLC4a, UPLC4b e UPLC4c), sem limpeza intermediária da membrana.....60

Tabela 7 - Características dos processamentos de concentração em batelada de leite integral coagulado enzimaticamente, realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40, utilizando-se membranas de ultrafiltração com vários pesos moleculares de corte e membranas de microfiltração com vários diâmetros médios de poro.....71

Tabela 8 - Resumo dos resultados dos processamentos UBLC1 ,UBLC2, UBLC3, UBLC4, UBLC5, UBLC6, UBLC7 e UPLC8 de concentração por ultrafiltração em batelada , de leite integral coagulado enzimaticamente na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.....74

página

Tabela A.1 - Resultados das análises de % nitrogênio total e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do Processamento UPL1 , de UF de leite integral, na unidade CARBOSEP 2S 37.....102

Tabela A.2 - Resultados das análises de % nitrogênio total, % nitrogênio não-protéico , % nitrogênio não-caséico , % cinzas e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do Processamento UPL2 , de ultrafiltração leite integral, na unidade CARBOSEP 2S 37.....103

Tabela A.3 - Resultados das análises de % nitrogênio total , % nitrogênio não-protéico , % nitrogênio não-caséico , % cinzas e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do Processamento UPL3, de ultrafiltração leite integral, na unidade CARBOSEP 2S 37.....105

Tabela A.4 - Resultados das análises de % nitrogênio total , % cinzas e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do Processamento UPL4 , de ultrafiltração de leite integral, na unidade CARBOSEP 2S37.....107

Tabela A.5 - Resultados das análises de % nitrogênio total , % cinzas e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do processamento UPLC1 de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente, na unidade CARBOSEP 2S 37.....108

Tabela A.6 - Resultados das análises de nitrogênio total e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do Processamento UPLC3, de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente, na unidade CARBOSEP 2S 37.....109

Tabela A.7 - Resultados das análises de % nitrogênio total e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do processamento UPLC4a , de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente , com Fcv = 1,0 , sem limpeza intermediária da membrana, na unidade CARBOSEP 2S 37.....110

Tabela A.8 - Resultados das análises de % nitrogênio total e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do processamento UPLC4b , de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente , com Fcv = 1,0 , sem limpeza intermediária da membrana, na unidade CARBOSEP 2S 37.....111

página

Tabela A. 9- Resultados das análises de % nitrogênio total e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do processamento UPLC4c , de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente , com Fcv = 1,0 , sem limpeza intermediária da membrana, na unidade CARBOSEP 2S 37.....112

Tabela A.10 - Resultados das análises de % nitrogênio total e % nitrogênio não-protéico, para o Processamento UBLC1 , de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente , na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.(PERMEADO).....113

Tabela A.11 - Resultados das análises de % nitrogênio não-caséico , % sólidos totais e % cinzas, para o Processamento UBLC1 , de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente , na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40. (PERMEADO).....114

Tabela A.12 - Dados experimentais de tempo , t , fluxo de permeado , Jp e fator de concentração volumétrica , Fcv , para o Processamento UBLC1 , de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.....115

Tabela A.13 - Resultados das análises de % nitrogênio total e % nitrogênio não-protéico, para o Processamento UBLC2, de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente, na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40 (PERMEADO).....116

Tabela A.14 - Resultados das análises de % nitrogênio não-caséico, % sólidos totais e % cinzas, para o Processamento UBLC2, de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente, na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40. (PERMEADO).....117

Tabela A.15 - Dados experimentais de tempo , t , fluxo de permeado , Jp e fator de concentração volumétrica , Fcv , para o Processamento UBLC2 , de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.....118

Tabela A.16 - Resultados das análises de % nitrogênio total , % nitrogênio não-protéico, % nitrogênio não-caséico , % sólidos totais e % cinzas , para o Processamento UBLC3 de ultrafiltração de leite coaguladoenzimaticamente, na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40. (PERMEADO).....119

página

Tabela A.17 - Dados experimentais de tempo , t , fluxo de permeado , Jp e fator de concentração volumétrica , Fcv , para o Processamento UBLC3 , de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente, na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.....120

Tabela A.18 - Resultados das análises de % nitrogênio total , % nitrogênio não-protéico, % nitrogênio não-caséico e % sólidos totais , para o Processamento UBLC4, de ultrafiltração de leite coaguladoenzimaticamente , na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.(PERMEADO).....121

Tabela A.19 - Dados experimentais de tempo , t , fluxo de permeado , Jp e fator de concentração volumétrica , Fcv , para o Processamento UBLC4 , de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente , na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.....122

Tabela A.20 - Resultados das análises de % nitrogênio total, % nitrogênio não-protéico ,% nitrogênio não-caséico e % sólidos totais, para o UBLC5, de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente, na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.(PERMEADO).....124

Tabela A.21 - Dados experimentais de tempo , t , fluxo de permeado , Jp e fator de concentração volumétrica , Fcv , para o Processamento UBLC5 , de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente, na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.....125

Tabela A.22 - Resultados das análises de % nitrogênio total , % nitrogênio não-protéico ,% nitrogênio não-caséico , % sólidos totais e % cinzas , para o Processamento UBLC6, de ultrafiltração de leite coaguladoenzimaticamente na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40. (PERMEADO).....127

Tabela A.23- Dados experimentais de tempo , t , fluxo de permeado , Jp e fator de concentração volumétrica, Fcv , para o Processamento UBLC6, de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente, na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.....128

Tabela A.24 - Resultados das análises de % nitrogênio total e % nitrogênio não-protéico, para o processamento UBLC7, de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente, na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40 (PERMEADO).....130

página

Tabela A.25 - Dados experimentais de , tempo , t , fluxo de permeado , Jp e Fcv , obtidos no Processamento UBLC7 , de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente , em batelada , na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.....131

Tabela A.26 - Resultados das análises de % nitrogênio total , % nitrogênio não-protéico e % nitrogênio não-caséico, para o Processamento UBLC8, de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente , na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40 (PERMEADO).....133

Tabela A.27 - Dados experimentais de , tempo , t , fluxo de permeado , Jp e Fcv , obtidos para o Processamento UBLC8, de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente , em batelada , na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.....135

Abreviaturas:

(**FC**)..... filtração clássica

(**MF**)..... microfiltração

(**NF**)..... nanofiltração

(**NNC**)..... nitrogênio não-caséico

(**NNP**)..... nitrogênio não-protéico

(**NT**)..... nitrogênio total

(**OR**)..... osmose reversa

(**UF**)..... ultrafiltração

(**UBLCk**)..... processamento **k** realizado na unidade de bancada com leite coagulado

(**UPLCj**)..... processamento **j** realizado na unidade piloto com leite cogulado

(**UPLi**)..... processamento **i** realizado na unidade piloto com leite

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

Símbolos:

(A_m),..... área de permeação de membrana, [m^2]

(C_c),.....concentração de proteína no concentrado, em cada amostragem

(C_i),.....concentração inicial de proteína no leite ou leite coagulado

(C_p),.....concentração de proteína no permeado, em cada amostragem

(F_{cv}),.....Fator de concentração volumétrica

(J_p),.....fluxo de permeado, [$l/h.m^2$]

(P),..... pressão média transmembrana, [bar]

($P_{entrada}$),.....pressão à entrada do módulo (ou módulos em série) de ultrafiltração, [bar]

($P_{saída}$),.....pressão à saída do módulo (ou módulos em série) de ultrafiltração,.[bar]

(Q_p),..... vazão de permeado, [l/h]

(R_p),.....coeficiente de retenção de proteína, %

(t),.....tempo de ultrafiltração

(T),.....temperatura, [^oC]

(V),.....volume inicial de leite ou leite coagulado

(V_c),.....volume de concentrado de leite ou leite coagulado

(V_{perm}),.....volume de permeado retirado

(ΔP)..... queda de pressão nos módulos de membrana. É igual a pressão medida à entrada menos a pressão à saída

RESUMO

Neste trabalho efetuou-se um estudo da ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente com renina, onde foram utilizadas membranas minerais CARBOSEP para microfiltração (MF) e para ultrafiltração (UF).

Membranas para MF CARBOSEP M45, M14 e M6, com diâmetros médios de poro respectivamente de 0,45 , 0,14 e 0,08 μm e membranas para UF CARBOSEP com pesos moleculares médios de corte respectivamente de 300000, 150000 e 50000 Daltons, foram usadas.

Os processamentos de concentração de leite coagulado por UF, foram realizados em uma unidade piloto de ultrafiltração CARBOSEP 2S 37 (com 1,6 m^2 de área de membrana) e em uma unidade de bancada MICROCARBOSEP 40 (com 75 cm^2 de área de membrana). Foram também efetuados, para efeito de comparação, processamentos com leite na unidade piloto CARBOSEP 2S 37.

Os processamentos foram conduzidos às pressões de 3, 4 e 5 bar, temperatura de 35°C para leite coagulado e 55°C para leite e velocidade de escoamento tangencial de 4,0 m/s para a unidade piloto e de 1,2 m/s para a unidade de bancada.

A UF de leite já pré-coagulado oferece como principal vantagem, em relação à do leite, um elevado aumento do fluxo de permeado, devido às características de maior porosidade da camada de polarização por concentração formada pelo leite coagulado.

Na ultrafiltração de leite na unidade piloto CARBOSEP 2S 37, realizada a 4 bar, obteve-se para os dois tipos de membrana CARBOSEP utilizadas (M4 e M6) um fluxo de permeado inicial em torno 60 $l/h.m^2$ e coeficientes de retenção de proteína de 99% para a membrana M4 e de 96% para a membrana M6. Já para o leite coagulado, o melhor desempenho foi da membrana de microfiltração M6, para a qual obtiveram-se um fluxo de

permeado inicial de 300 $l/h.m^2$ e um coeficiente de retenção de proteína de 94%, que embora seja inferior ao obtido para o leite, mostra também uma boa eficiência de separação para a membrana M6.

Os processamentos de concentração com leite coagulado realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40, mostraram também um melhor desempenho em termos de fluxo para as membranas de microfiltração CARBOSEP M14 e M45.

A possibilidade do uso de membranas de microfiltração CARBOSEP, para realizar a ultrafiltração de leite coagulado, obtendo-se inclusive um maior fluxo que o obtido para as membranas de UF, é conseqüência das características da camada de polarização por concentração formada dinamicamente sobre a membrana, que se comporta durante o processo como uma membrana secundária, de menor porosidade que a membrana primária.

Os processamentos de concentração realizados com as membranas M4, na unidade piloto CARBOSEP 2S 37 e M6 e M8 na unidade de bancada, mostraram um aumento de fluxo de permeado com o aumento da pressão de 4 para 5 bar para o leite, enquanto para o leite coagulado o uso de uma pressão maior não resultou em um melhor desempenho da membrana.

Os processamentos realizados com leite coagulado na unidade piloto CARBOSEP 2S 37, demonstraram a viabilidade do uso do processo na fabricação de um queijo semelhante ao queijo *petit suisse* ou outro queijo de massa mole, desde que sua produção não envolva coagulação ácida, já que em todos os processamentos realizados, o pH natural do leite (6,6 - 6,7) foi mantido constante.

Foram estudadas as influências das características da camada de polarização por concentração formada sobre a membrana e da incrustação (*fouling*) da membrana, na transferência de massa e capacidade de permeação da membrana.

SUMMARY

In the present work a study of the rennetted curd milk (obtained from whole milk) ultrafiltration was conducted by using microfiltration (MF) and ultrafiltration (UF) CARBOSEP mineral membranes.

(MF) CARBOSEP M45, M14 and M6 membranes, with average pore diameter of 0.45, 0.14 and 0.08 μm, respectively and (UF) CARBOSEP M9, M3 and M8 membranes, with average molecular weight cut-off of 300000, 150000 and 50000 Daltons, respectively, have been used.

The UF concentration experiments have been performed in a CARBOSEP 2S 37 ultrafiltration pilot unit (1.6m^2 of membrane area) and in a MICROCARBOSEP 40 bench ultrafiltration unit (75 cm^2 of membrane area). In order to compare the results, whole milk UF concentration experiments were also performed in the pilot unit.

The UF concentration experiments were conducted at transmembrane pressures of 3, 4 and 5 bar , at a temperature of 35°C for coagulated whole milk and 55°C for whole milk. The tangential velocity was 4,0m/s for the pilot unit and 1,2 m/s for the bench unit.

The major advantage in performing the UF of pre-coagulated milk, is the great improvement in the permeate flow obtained (10 times in some cases), due to the high porosity characteristics of the concentration polarization layer formed by the *coagulum* on the membrane.

An initial permeate flow of 60 l/h.m^2 for the two used membranes (M4 and M6) and protein retention coefficients of 97% for M6 membrane and 99% for M4 membrane, have been obtained in the milk UF experiments performed in the CARBOSEP 2S 37 unit, at 4 bar. When using the coagulated milk, the microfiltration M6 membrane showed the best performance, since an initial permeate flow of 300 l/h.m^2 and a protein retention coefficient of

94% have been obtained. In spite being this retention coefficient lower than that obtained for milk, this value however represents, a good separation efficiency for M6 membrane .

Coagulated milk concentration experiments, carried out in the MICROCARBOSEP 40 bench unit, have also showed better performance for microfiltration membranes M14 and M45.

The possibility of using microfiltration CARBOSEP membranes to perform coagulated milk UF, obtaining inclusively a higher permeate flow than that obtained for ultrafiltration CARBOSEP membranes, is a consequence of the concentration polarization layer characteristics, formed dynamically over the membrane, that acts during the process as a secondary membrane with a lower porosity than the primary membrane porosity.

The experiments conducted in the pilot unit with M4 membrane and in the bench unit with M6 and M8 membranes have showed, for milk, an improvement in the permeate flow, when the pressure was changed from 4 to 5 bar. For coagulated milk, however, the higher pressure has not resulted in better membrane performance.

The experiments conducted in the pilot unit with coagulated milk, have showed the viability in using this process in the manufacturing of a cream cheese, like *petit suisse* cheese or other soft cheese, not involving acid coagulation, since the natural milk pH (6.6 to 6.7) was maintained constant throughout all the performed experiments.

The influences of the concentration polarization layer characteristics and of the membrane fouling, on the membrane mass transfer and permeation capacity, have been studied.

I . INTRODUÇÃO

A ultrafiltração de leite (integral ou desnatado) visando a produção de queijos, é uma operação rotineiramente realizada nos dias atuais pela indústria de laticínios, sendo maioritariamente realizada utilizando-se membranas poliméricas. A primeira patente a tratar do tema foi apresentada em 1969 (MAUBOIS *et* alii, 1969).

Através da ultrafiltração é incorporada ao produto final, a fração protéica solúvel do leite, correspondente a cerca de 20 % do total, constituída principalmente por lactoalbuminas e lactoglobulinas, que no processo tradicional de produção de queijo, não coagula juntamente com a caseína, sendo perdida no soro. Ao se incorporar tais proteínas ao queijo através da ultrafiltração, ocorre não apenas o aumento significativo do rendimento do processo, como também a melhoria nutricional do produto, além de se minimizar o problema de controle ambiental, associado ao eventual descarte do soro de queijo produzido pelo processo tradicional.

Com relação à **ultrafiltração de leite coagulado** , embora a primeira patente date de 1973 (STENNE, 1973), foi apenas a partir do surgimento na década de 80, das chamadas **membranas minerais ou inorgânicas**, constituídas por material cerâmico, como a alumina ou óxidos metálicos como o óxido de zirconila, que se pôde efetivamente iniciar o estudo da **ultrafiltração de leite coagulado**, visto que tais membranas conhecidas como membranas de 3ª geração, pelas suas características de elevada resistência química, térmica e mecânica, permitem a operação com fluidos de alta viscosidade, a altas pressões e com elevadas perdas de carga.

A ultrafiltração do leite já pré-coagulado visando a produção de queijos, oferece como grande vantagem em relação à ultrafiltração do leite normal, um aumento do fluxo de permeado de até 10 vezes (PASILAC A/S, 1984), devido à maior permeabilidade da camada de polarização por concentração formada pelo leite coagulado, sobre a membrana.

Este aumento de fluxo de permeado é desejado, visto que um maior fluxo de permeado leva a uma menor área de membrana necessária, com as vantagens de redução do custo de investimento, menor consumo de energia e economia de espaço, dentre outras.

Portanto, o estudo da ultrafiltração de leite coagulado é de grande interesse tecnológico, sendo que na seleção da melhor membrana (ligada à porosidade e ao material de construção) e na determinação das melhores condições de operação do processo (pressão, temperatura e velocidade de escoamento) deve-se buscar o maior fluxo de permeado possível, combinado com o mínimo coeficiente de retenção de proteína admissível para a viabilidade econômica do processo, já que a maior porosidade da camada de polarização por concentração formada pelo leite coagulado, ao permitir um maior fluxo, também provoca a diminuição da seletividade da membrana.

É também de fundamental importância para a compreensão do processo, o estudo das influências das características da camada de polarização por concentração formada sobre a membrana e da incrustação (*fouling*) da membrana, na transferência de massa e capacidade de permeação, visto que estes fenômenos que ocorrem nos processos de separação por membranas, são responsáveis pela drástica diminuição do fluxo de permeado, desde os instantes iniciais do processo.

II . OBJETIVOS DO TRABALHO DE TESE

Os objetivos principais deste trabalho de tese, desenvolvido junto à Planta Piloto de Laticínios, da Área de Leite do Departamento de Tecnologia de Alimentos da Faculdade de Engenharia de Alimentos (FEA) da UNICAMP, estão enumerados a seguir :

1. Operação da unidade piloto de ultrafiltração CARBOSEP 2S 37, fornecida pela Tech Sep, munida de membranas minerais, com área de 1,6 m^2, adquirida através de convênio PADCT/ FINEP, em projeto conjunto da FEA / Departamento de Tecnologia de Alimentos e FEQ / Departamento de Tecnologia de Polímeros, para realização de ensaios de ultrafiltração e microfiltração de leite e leite coagulado e outros fluidos;

2. Operação da unidade de bancada MICROCARBOSEP 40, fornecida pela Tech Sep, munida de membranas minerais, com área de 75 cm^2, para realização de ensaios de ultrafiltração e microfiltração de leite , leite coagulado e outros fluidos;

3. Iniciar nova linha de pesquisa na Área de Leite, do Departamento de Tecnologia de Alimentos da FEA, pela introdução do uso de membranas minerais em processos de ultrafiltração, em adição às membranas poliméricas de poli-sulfona existentes, já utilizadas em diversos trabalhos de tese realizados envolvendo a ultrafiltração de leite e de soro de queijo (MELLO, 1989 ; RIBEIRO, 1989 ; VIOTTO, 1993 ; COSTA, 1995 ; VAN DENDER, 1995) e pela realização da ultrafiltração de leite coagulado (só possível com o uso de membranas minerais), visando posteriormente a produção de queijos;

4. Realização de estudo da eficiência (medindo o coeficiente de retenção de proteína) e do desempenho (medindo o fluxo de permeado) de membranas minerais CARBOSEP de microfiltração (MF) e ultrafiltração (UF), respectivamente com diâmetros médios de poro de 0,45 , 0,14 e 0,08 μm e pesos moleculares médios de corte de 300000, 150000, 50000 e 20000 Daltons, na **ultrafiltração de leite coagulado**, em função de parâmetros importantes como a pressão transmembrana e a porosidade da membrana.

III . REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

III.1. FUNDAMENTOS DO PROCESSO DE ULTRAFILTRAÇÃO

III.1.1. Caracterização do Processo de Ultrafiltração

As membranas e os processos de separação em que são utilizadas, baseados em diferenças de potencial de diversas naturezas, são estudados em laboratório há mais de um século e empregados em aplicações tradicionais como diálise de sangue na medicina e dessalinizacão de água do mar, também há bastante tempo. Todavia, desenvolvimentos realizados nos últimos 20 anos, especialmente em relação aos materiais constituintes das membranas e suas configurações, abriram caminho para muitas novas aplicações industriais.

Membranas são películas poliméricas ou inorgânicas semipermeáveis, que servem como barreiras para uma " filtração " em escala molecular, cuja seletividade à passagem de solutos em soluções homogêneas, está relacionada com as dimensões da molécula ou partícula, ao tamanho do poro da membrana , bem como à difusividade do soluto na matriz (material que constitui a membrana) e às cargas elétricas associadas (FRIEDLANDER & RICKES, 1966).

Quando esta barreira imperfeita é colocada entre duas fases, ocorre através dela o fluxo de solvente e/ou soluto, desde que haja uma força motriz que provoque este fluxo. Esta força motriz pode existir devido a: diferenças de concentração, diferenças de pressão, diferenças de potencial elétrico e diferenças de temperatura. Muitas vezes estas forças podem aparecer de forma associada.

Nas operações governadas por diferenciais de pressão tais como: filtração clássica, microfiltração e ultrafiltração, a separação das partículas e macromoléculas ocorre em função de suas dimensões ou pesos moleculares médios. Já na nanofiltração e osmose reversa, pequenas moléculas são separadas também em função de um mecanismo de solução-difusão

no material da membrana. Entretanto, em todos os casos ocorrem sempre interações entre o material da membrana e as espécies que se deseja separar, decorrentes da maior ou menor hidrofilicidade da membrana (FRIEDLANDER & RICKES, 1966).

A Tabela 1 , apresenta os processos de separação envolvendo membranas que utilizam como força motriz, um diferencial de pressão numa fase líquida homogênea (SCHAEGIS, 1984).

Tabela 1 - Processos de separação por membranas, baseados em um diferencial de pressão.

PROCESSO	TAMANHO NOMINAL DE PORO	
	(µm)	(Å)
Osmose Reversa (OR)	0, 0001 a 0, 005	1 a 5
Nanofiltração (NF)	0, 005 a 0, 001	5 a 10
Ultrafiltração (UF)	0, 001 a 0, 01	10 a 100
Microfiltração (MF)	0, 01 a 10	100 a 100.000
Filtração Clássica (FC)	acima de 10	acima de 100.000

Vale a pena ressaltar que um dos maiores problemas associados aos processos de osmose reversa e especialmente de ultrafiltração é a formação, desde o início do processo, sobre a membrana já existente, de uma camada adicional ou "bolo", composta pelo soluto ou solutos que se pretendem separar ou concentrar. Tal fato ocorre porque apenas o solvente e microsolutos atravessam a membrana. As moléculas ou macromoléculas que são rejeitadas, devido a sua baixa difusividade na solução e em função de sua carga elétrica, tendem a se acumular sobre a superfície da membrana, fenômeno conhecido como polarização por concentração.

Tipicamente, uma solução de macromoléculas tem uma concentração C_G que, se excedida, causa a sua passagem ao estado de gel (CHERYAN, 1986).

Nos processos de separação por membranas, devido à formação da camada de polarização por concentração, este estado de gel é sempre primeiramente atingido na superfície da membrana. Dá-se então a formação de uma segunda membrana sobre a superfície da membrana original. As características de permeabilidade desta nova membrana são decisivas no controle do processo de permeação, passando muitas vezes a dominá-lo (CHERYAN, 1986).

A Figura 1, apresenta o esquema do perfil de concentração na superfície de uma membrana de UF. C_G é concentração de macromoléculas para formação de gel. C_B é concentração de macromoléculas no seio da solução escoante (CHERYAN, 1986).

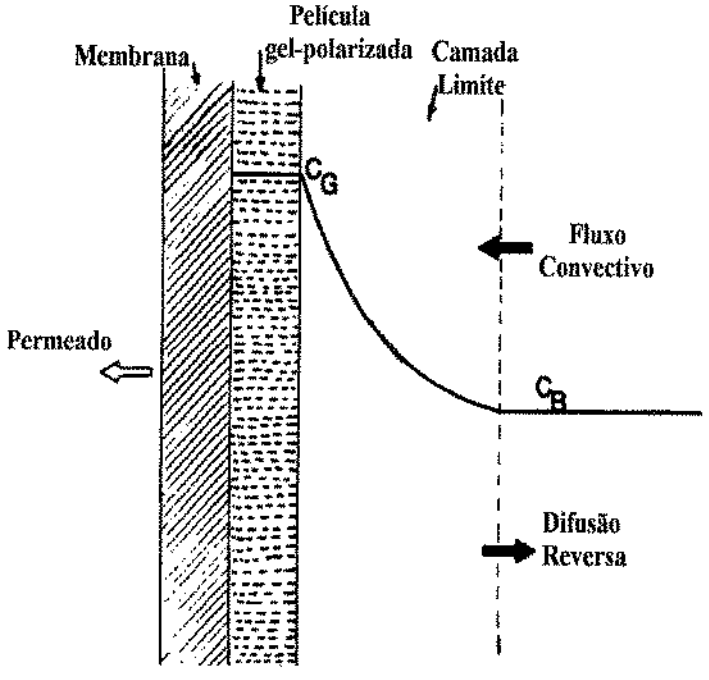

Figura 1 - Esquema do perfil de concentração na superfície de uma membrana de ultrafiltração mostrando a formação da camada gel-polarizada e a camada limite.

A utilização de um escoamento tangencial à superfície da membrana, conseguido através do uso de configurações de membrana do tipo tubular ou de fibra oca e realizado a

maior velocidade possível, é o principal recurso utilizado para minimizar a espessura desta camada de polarização de concentração.

III.1.2. Membranas para Ultrafiltração e Microfiltração.

Quanto à estrutura, as membranas podem ser: homogêneas, assimétricas ou compostas (VEYRE, 1984), como mostra a Figura 2 .

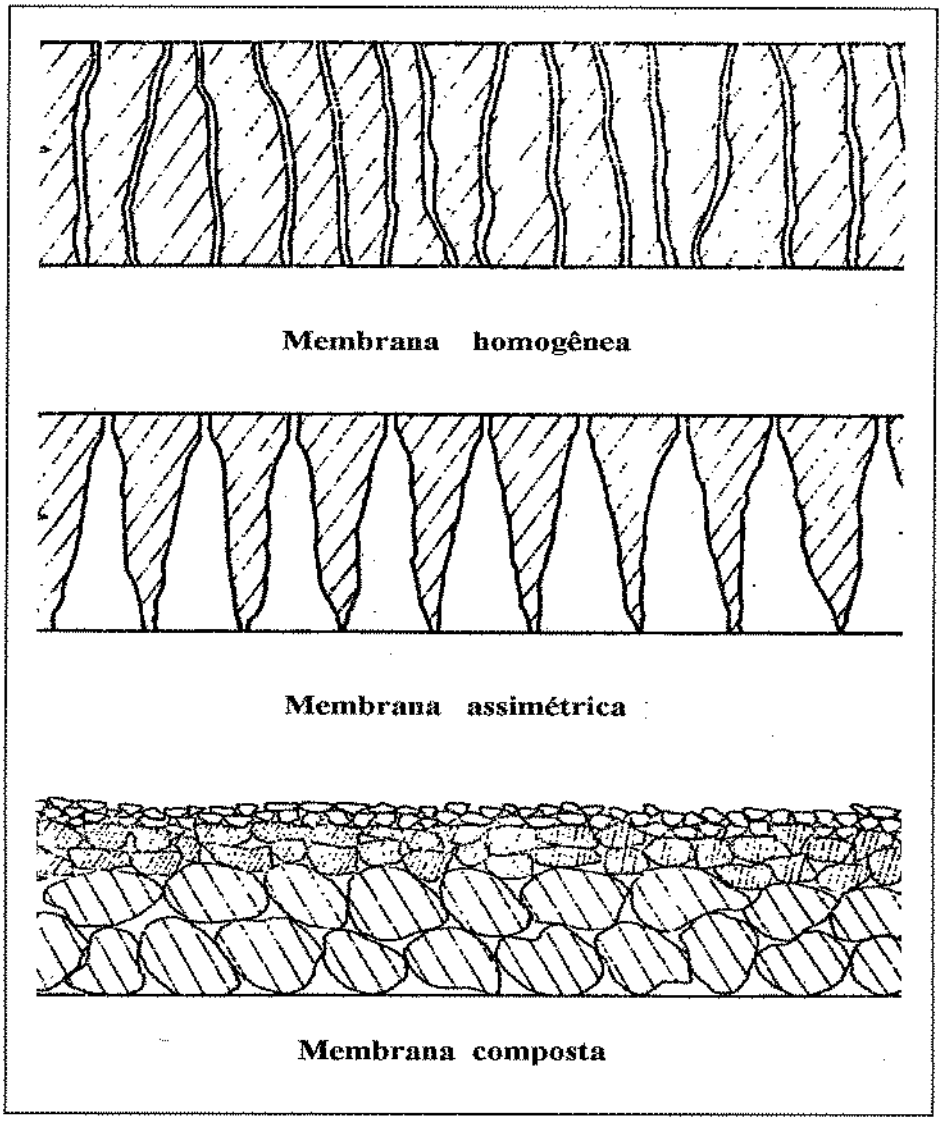

Figura 2 - Estruturas de membranas

Além disso podem ser classificadas como densas ou porosas.

As membranas densas apresentam poros com diâmetros variando de 10 a 50Å, sendo consideradas homogêneas, apresentando pequena espessura para viabilizar o processo de separação.

As membranas porosas podem ser homogêneas, assimétricas ou compostas.

As membranas homogêneas são aquelas constituídas por um único material, podendo ser densas ou porosas, desde que a porosidade seja uniforme em toda a membrana.

As membranas assimétricas são aquelas que apresentam um gradiente de porosidade perpendicular a sua superfície. A camada de menor porosidade é responsável pela permeabilidade seletiva da membrana, podendo ser até uma película relativamente densa como no caso da Osmose Reversa, com espessura variando de 0,1 a 0,25μm. A camada de maior porosidade dá sustentação mecânica à membrana, atuando como um suporte, de forma a resistir aos elevados diferenciais de pressão necessários aos processos.

As membranas compostas são membranas assimétricas, mas constituídas por mais de um material .

Quanto à configuração, as membranas mais usadas, especialmente em UF e MF, são aquelas em que o material alimentado escoa paralelamente à membrana , de forma a reduzir o fenômeno de polarização por concentração (CHERYAN, 1986 e RAUTENBACH & ALBRECHT, 1989). As mais usadas estão relacionadas a seguir :

- **planas** : usadas em equipamentos constituídos por placas ou mantas de membranas colocadas na forma de um sanduíche com placas-suporte, geralmente metálicas, que são montadas em pilhas semelhantes a um filtro-prensa formando a configuração *plate and frame* ou na chamada configuração *spiral wound*, onde mantas de membranas espaçadas por material poroso, formam envelopes, que separados por espaçadores adequados, são colados e enrolados em um tubo coletor central de permeado. Tais configurações proporcionam canais muito estreitos de escoamento;

- **fibras ocas e tubos capilares**: usados na forma de cartuchos constituídos por feixes de 45 a 3000 fibras ocas, com diâmetro interno variando de 0,5 a 1,4 mm, sendo as fibras ocas ou tubos capilares, de material polimérico, caracterizados por uma película densa na parte interna. São as mais usadas em UF;

- **tubulares**: constituídas por tubos de material polimérico, cerâmico ou de carbono, arranjados em feixes dentro de módulos ou carcaças, com diâmetros variando de 0, 5 a 1, 0 cm. São as mais usadas em MF.

A porosidade de uma membrana de ultrafiltração é normalmente referida na literatura e especialmente pelos fabricantes, pelo seu chamado peso molecular de corte, que designa o peso molecular do menor componente que será retido pela membrana com uma eficiência de 95%. O peso molecular de corte de uma membrana é usualmente caracterizado através do uso de soluções de uma série homóloga de dextranas (RENNER. & ABD EL-SALAM, 1991). Normalmente quando se trata de separação de macromoléculas, a unidade comumente usada para o peso molecular de corte é o **Dalton**.

Já a porosidade das membranas de microfiltração, que é bem maior que a das membranas de ultrafiltração é preferencialmente dada pelo seu diâmetro médio de poro, em **μm**.

A evolução e expansão do uso da ultrafiltração em escala industrial, tornou-se possível após o descobrimento das membranas poliméricas assimétricas de acetato de celulose, descritas por Loeb e Sourirajan (LOEB & SOURIRAJAN, 1963), inicialmente desenvolvidas para dessalinização de água do mar por Osmose Reversa e depois utilizadas nas mais diversas aplicações, confeccionadas a partir de outros materiais poliméricos. Até o aparecimento das membranas assimétricas de Loeb e Sourirajan, consideradas como de segunda geração, existiam à disposição apenas membranas poliméricas densas, ditas de primeira geração, mais espessas para obter-se resistência mecânica e por isso mesmo de baixo desempenho (baixos fluxos).

Até a década de 70 os processos industriais de ultrafiltração operavam basicamente com membranas de segunda geração, correspondentes às membranas assimétricas, confeccionadas a partir de materiais poliméricos, principalmente as poli-sulfonas aromáticas.

Mais recentemente outros materiais poliméricos têm sido usados na preparação de membranas, tais como: poli(acrilonitrila), poli(amidas) e poli(fluoreto de vinilideno), com o objetivo de melhorar as resistências química, térmica e mecânica destes tipos de membranas.

A utilização de membranas confeccionadas de materiais orgânicos, usados em pequenas espessuras como as poli-sulfonas, apresenta entretanto, desvantagens como as limitadas faixas de pressão, pH e temperatura em que podem operar, devido à sua constituição. Além disso, as membranas poliméricas tendem a compactar-se com tempo, reduzindo o fluxo.

O desenvolvimento das chamadas membranas de terceira geração, primeiramente descritas em 1966 por MARCINKOWSKY (citado por THOMAS, 1977), conhecidas como membranas dinâmicas, minerais ou inorgânicas, que são membranas assimétricas homogêneas ou compostas, veio a atender às necessidades de: a) elevada resistência mecânica à pressão (podem resistir a dezenas de bar); b) alta resistência química (podem operar a qualquer pH, não sofrendo degradação por hidrólise); c) alta resistência térmica (suportam até 400 °C), viabilizando a esterilização a vapor, que é fundamental em processos de ultrafiltração, nanofiltração e osmose reversa nas áreas de alimentos e biotecnologia. Além disso, estão disponíveis em larga faixa de porosidade (de poucas dezenas a milhares de ângstrons), aptas a serem usadas em OR, NF, UF e MF (VEYRE, 1983 ; VEYRE, 1984 ; GILLOT *et alii*, 1984 e GERSTER & VEYRE, 1985).

As características das membranas de 3ª geração: **altas estabilidades mecânica, química e térmica**, provavelmente permitirão o desenvolvimento e aplicação de novos processos de ultrafiltração em diversos campos de atividade (VEYRE, 1983 e VEYRE, 1984), tais como:

- **Biotecnologia**: separação e/ou concentração de produtos. Pode-se acoplar processos de ultrafiltração a bioreatores ou fermentadores para o desenvolvimento de microrganismos,

sendo possível a eliminação de metabólitos tóxicos e produtos de reações celulares, em unidades esterilizáveis a vapor;

- **Indústria de fármacos**: concentração de macromoléculas;
- **Indústria têxtil**: recuperação de agentes de acabamento, corantes e pigmentos, diminuindo a carga poluidora;
- **Operação com fluidos de alta viscosidade** : ultrafiltração de leite pré-coagulado, na indústria de laticínios;
- **operação com fluidos não-aquosos e com fluidos formados por meios aquosos agressivos**.

No caso das membranas minerais dinâmicas, elas são constituídas por um substrato poroso de alta resistência mecânica, como alumina, aço inox ou carbono, sobre o qual se deposita uma fina camada de óxido mineral, usualmente óxido de zirconila, que atuará efetivamente como membrana. A deposição é realizada fazendo-se escoar uma solução do material formador da membrana, tangencialmente à superfície porosa (comumente na forma tubular) sob alta pressão (500 a 1200 psi) (THOMAS, 1977). No caso das membranas minerais cerâmicas, tanto o suporte poroso como a camada efetivamente seletiva são compostas do mesmo material : alumina, depositada através do processo sol-gel, em que a granulometria do material das camadas é que varia (GILLOT *et alii*, 1984).

A primeira membrana mineral comercialmente disponível no mercado, a partir de 1979, foi a produzida pela SFEC (Société de Fabrication d'Eléments Catalytiques) na França, com a marca registrada de CARBOSEP. A tecnologia e os componentes que foram desenvolvidos na França e nos Estados Unidos, para separação em fase gasosa, especificamente para o enriquecimento de urânio, foram adaptados pela SFEC, para a separações na fase líquida, sob licença da Union Carbide e com a supervisão da Comissão de Energia Atômica Francesa. Trata-se de uma membrana composta, de geometria tubular, formada por um suporte de carbono sinterizado, recoberto internamente por uma camada de oxido metálico, usualmente óxido de zirconila (GERSTER & VEYRE, 1985).

Atualmente as membranas CARBOSEP são fornecidas pela empresa francesa Tech Sep, associada ao Grupo Rhône Poulenc, que adquiriu a SFEC.

III 1.3. Parâmetros Importantes para a Análise do Desempenho e Eficiência do Processo de Ultrafiltração

Para a análise do desempenho e eficiência do processo de ultrafiltração de leite e leite coagulado, os seguintes parâmetros definidos a seguir, são fundamentais:

a) **Fluxo de permeado (J_p) :** é a quantidade obtida de permeado em litros, por m^2 de membrana, por hora [$l / h.m^2$].

b) **Coeficiente de retenção de proteína (R_p) :** fornece uma medida quantitativa da capacidade da membrana em reter as moléculas de proteína do leite, sob determinadas condições de operação. É dado em porcentagem .

Pode ser definido de dois modos :

$$(a) \quad R_p = (1 - C_p / C_c) * 100$$

Onde C_c e C_p são, respectivamente, as concentrações de proteína presentes no concentrado e no permeado, em cada amostragem. Em processamentos de concentração o valor de Rp definido por (a), deve aumentar com o tempo.

$$(b) \quad R_p = (1 - C_p / C_i) * 100$$

Onde C_i e C_p são, respectivamente, a concentração inicial de proteína no leite ou leite coagulado e a concentração de proteína presente no permeado em cada amostragem. Em processamentos de concentração o valor de Rp definido por (b), deve diminuir com o tempo.

c) **Fator de concentração volumétrica (F_{cv}) :** quantifica a redução de volume de leite atingida pela ultrafiltração. É calculado como a razão entre o volume inicial de leite e o volume final de concentrado.

$$F_{cv} = V / V_c \quad , \quad \text{sendo} \quad V_c = V - V_{perm}$$

Onde, V = volume inicial de leite ou leite coagulado;

V_c = volume de concentrado de leite ou leite coagulado, em cada amostragem;

V_{perm} = volume de permeado retirado, em cada amostragem;

d) **Tempo de ultrafiltração (t)**

e) **Pressão média transmembrana (P) :** é o gradiente de pressão entre o lado do concentrado e o lado do permeado, que normalmente está à pressão atmosférica. Na prática é considerada como a pressão média entre a pressão à entrada e à saída do concentrado no equipamento : $P = (P_{entrada} + P_{saída})/2$.

f) **Peso molecular médio de corte:** é o peso molecular do menor componente retido pela membrana com um coeficiente de retenção mínimo de 95% (RENNER & ABD EL-SALAM, 1991).

III.2. - APLICAÇÃO DA ULTRAFILTRAÇÃO NA INDÚSTRIA DE LATICÍNIOS

A ultrafiltração adaptou-se especialmente bem à indústria de laticínios, na concentração de soro de queijo e de leite visando a produção de queijos, sendo que inúmeras futuras aplicações podem ser mencionadas: produção de queijos duros, produção de novos

produtos baseados em concentrados de leite, fracionamento de proteínas do leite, bioreatores com membranas usando soro de queijo ou permeado de ultrafiltração como meio de fermentação e outras (RENNER & ABDEL - SALAM, 1991).

A aplicação de ultrafiltração na indústria de laticínios apresentou grande crescimento nos últimos anos. Este processo de separação é intensamente utilizado na concentração das proteínas do soro de queijo, subproduto obtido no processo tradicional de produção de queijo. Neste processo a fração solúvel de proteínas do leite (cerca de 20% - principalmente lactoalbuminas e lactoglobulinas), que não coagulam conjuntamente com a caseína, sai junto com o soro. A não incorporação destas proteínas solúveis ao produto, além de representar uma perda importante no rendimento do processo, representa também uma grande perda em relação às características nutricionais do queijo, já que as proteínas do soro possuem uma composição de aminoácidos nutricionalmente superior à da caseína. Além disso muitas vezes o descarte do soro, acaba configurando-se em um problema de controle ambiental.

O desenvolvimento por Maubois, Mocquot e Vassal do processo MMV (MAUBOIS *et alii*, 1969), que faz a aplicação do processo de ultrafiltração na obtenção de concentrados de leite, para a produção de queijos, trouxe vários benefícios, tais como: a) incorporação das proteínas do soro ao queijo, aumentando em 20% o rendimento protéico do processo de produção; b) uma melhoria do poder nutriticional do queijo; c) uma redução significativa da quantidade de enzima para a coagulação e de cultura láctica e d) uma diminuição dos problemas de descarte de efluentes com elevada demanda bioquímica de oxigênio (DBO). A utilização do processo de UF do leite para a produção de queijos, usando **membranas poliméricas**, teve desde então intenso crescimento.

Apesar disso, tal processo apresenta limitações técnicas e econômicas, essencialmente ligadas ao material da membrana, que podem ser resumidas a seguir (BENASSAR *et alii*, 1982):

- Fluxos de permeado relativamente baixos, devido à limitações de operação a pressões elevadas, sendo necessárias grandes áreas de permeação, com alto custo ;

- Dificuldade de obtenção de limpeza e sanificação eficientes, tendo-se sempre a possibilidade de contaminação, entupimento da membrana ou mesmo deterioração provocada por sucessivos tratamentos químicos;

- Vida útil curta das membranas poliméricas, devido à baixa resistência mecânica, química e térmica dos materiais usualmente utilizados.

A utilização de membranas minerais, já descritas anteriormente, veio resolver grande parte destes problemas (notadamente em relação às resistências mecânica, química e térmica). Além disso, apenas o desenvolvimento e as características singulares das membranas minerais, como as membranas cerâmicas e as membranas CARBOSEP que foram usadas neste trabalho de tese (PERES *et alii*, 1992 ; PERES *et alii*, 1995) e por outros pesquisadores a partir de 1982, permitiram a realização de experimentos de **ultrafiltração de leite coagulado** (MAHAUT *et alii*, 1982; BENASSAR *et alii*, 1982; MAHAUT *et alii*, 1986; ATTIA *et alii*, 1988; VALMONT S.A., 1988; ATTIA *et alii*, 1991a; ATTIA *et alii*, 1991b e ATTIA *et alii*, 1993), alguns já inclusive com a finalidade de produção de queijo, ensaios inviáveis no caso de uma membrana polimérica comum, pela alta viscosidade do fluido e conseqüentes altas pressões e perdas de carga envolvidas.

III.2.1. Concentração de Leite Coagulado

A grande vantagem da realização da ultrafiltração do leite já previamente coagulado em relação ao leite normal, reside no **aumento notável de fluxo de permeado**) que se obtém, devido `as características da camada de polarização por concentração formada sobre a membrana (PASILAC A/S, 1984).

No caso do leite normal, micelas de caseína e gordura, que são rejeitadas pela membrana, tendem a acumular-se na superfície da membrana, devido a sua baixa difusividade na solução, fenômeno denominado polarização de concentração, formando uma membrana secundária sobre a superfície da membrana de ultrafiltração, fator que passa a dominar o processo .

O surpreendente aumento do fluxo de permeado, observado no caso da UF de leite pré--coagulado, chegando a ser até dez vezes superior ao obtido para leite normal, parece dever-se à ação dos grânulos de coágulo na formação da membrana secundária, cujo empacotamento proporciona uma camada muito mais porosa, que a formada pela micelas do leite normal, trazendo entretanto como conseqüência adicional uma diminuição do coeficiente de retenção de proteína, já que a porosidade da membrana secundária é maior, permitindo na média a passagem de maior número de moléculas, com peso molecular semelhante ao peso molecular médio de corte da membrana primária (PASILAC A/S, 1984).

A observação, através de Microscopia Eletrônica de Varredura, do aspecto desta camada depositada sobre a membrana, realizada por vários pesquisadores (ATTIA *et alii*, 1988; VETIER *et alii*, 1988; ATTIA *et alii*, 1991a; ATTIA *et alii*, 1991b e ATTIA *et alii*, 1993), confirma diferenças importantes nas camadas de polarização de concentração obtidas com leite normal e leite pré-coagulado e nas características da incrustação (ou *fouling*), depositada sobre e internamente à membrana, sendo de muita importância o pH de formação do coágulo.

A ultrafiltração direta do leite pré-coagulado, obtido a partir de coagulação ácida, para a produção de queijo de massa mole ou frescal, permite além de um fluxo de permeação muito superior, uma melhoria das características organolépticas (sabor e textura) do produto final, em relação ao produto obtido a partir da coagulação do concentrado resultante da UF de leite normal. Isto se dá devido a uma melhor solubilização dos sais de fósforo e cálcio durante a pré-coagulação ácida, podendo então serem em grande parte retirados no permeado no decorrer da UF, o que proporciona uma menor acidez final e ausência de cristais de lactato de cálcio no queijo produzido (MAHAUT *et alii*, 1986).

Stenne foi o primeiro pesquisador a estudar a UF de leite coagulado, obtido após a adição de leveduras lácticas e renina (STENNE, 1973), na tentativa de substituir a operação tradicional de centrifugação pela UF. Seus estudos geraram uma patente, mas não tiveram desenvolvimento a nível industrial, devido às limitações das membranas poliméricas, até então as únicas disponíveis. Somente o desenvolvimento das membranas minerais ou inorgânicas, disponíveis comercialmente a partir na década de 80, viabilizou a continuidade dos estudos de UF com leite coagulado .

Mahaut e colaboradores (MAHAUT *et alii*, 1982 e MAHAUT *et alii*,1986) descreveram experimentos de UF realizados com leite acidificado biologicamente e coagulado (pH 4,40), visando a produção de queijos tipo frescal ou de massa mole, usando membranas minerais compostas CARBOSEP de ultrafiltração, com pesos moleculares de corte variando de 20000 a 80000.

Estes tipos de queijo : frescal e de massa mole, são tradicionalmente fabricados pela dessora do leite após acidificação láctica até pH na faixa de 4,5 - 4,4; com a conseqüente coagulação. A este pH, são solubilizados em sua totalidade os sais minerais de fósforo e cálcio (P e Ca), que se encontram complexados à caseína. Portanto o grau de desmineralização do coágulo, será proporcional ao grau de eliminação do lactosoro, normalmente realizado por centrifugação ou através de telas.

Já quando se utiliza o processo MMV (MAUBOIS *et alii*, 1969) que realiza uma concentração prévia do leite por UF antes da coagulação, o que ocorre é uma concentração dos sais minerais de P e Ca complexados pela caseína. Quando se acidifica então o concentrado ou o chamado pré-queijo, estes sais são solubilizados, mas como a operação de dessora é suprimida ou minimizada neste processo, o teor destes sais aumenta de 50 a 60 % em relação ao produto tradicional, ocasionando um aumento significativo do poder tamponante da fase aquosa do queijo, o que consequentemente exigirá um aumento da produção de ácido láctico, pela cultura adicionada, para que seja atingido o pH final desejado na faixa de 4,5 a 4,7. Evidentemente, isto se dará à custa de uma maior acidez do meio em relação àquela desejada.

Isto costuma conferir ao queijo frescal produzido pelo processo MMV, um sabor ácido muito pronunciado e ao queijo de massa mole, uma textura granulosa e casca dura, devido ao excesso de cálcio (MAHAUT *et alii*, 1986).

Para a correção destes defeitos organolépticos, algumas soluções relacionadas a seguir, foram propostas por Brule (BRULE *et alii*, 1974), mas sem muita eficiência :

- diminuição do conteúdo mineral e portanto do poder tamponante da fase aquosa dos pré--queijos, realizando-se a UF de leite já pré-maturado com a cultura láctica, mas ainda longe da coagulação, combinada ou não com concentração mais intensa do concentrado,

seguida por uma diluição aquosa para se restituir ao concentrado o conteúdo protéico desejado ;

- adição de cloretos de Na ao concentrado, a fim de promover uma troca do Na pelo Ca, ligado à caseína ;
- eliminação parcial da lactose e do cálcio por diafiltração, como é feito no processo tradicional de produção de queijos moles ou mesmo do tipo frescal .

Já os processos descritos na literatura por Mahaut e colaboradores (MAHAUT *et alii*, 1982 e MAHAUT *et alii*, 1986) e por Attia e colaboradores (ATTIA *et alii* , 1988), nos quais se utiliza a ultrafiltração do leite já pré-coagulado por coagulação ácida, usando respectivamente membranas minerais CARBOSEP e membranas cerâmicas CERAVER (alumina), ajudam a corrigir estes defeitos organolépticos, já que estando os sais de P e Ca, solubilizados antes da UF, o teor de lactato de cálcio na fase aquosa do concentrado, não será muito diferente daquele da fase aquosa do queijo obtido pelo processo tradicional, o que faz prever uma qualidade organoléptica semelhante.

Pedersen e Ottosen , ligados à empresa APV Pasilac S.A., fabricante de unidades industriais de ultrafiltração e outros processos de separação por membranas, apresentaram em 1992, num número especial da *IDF* (Issue 9201), dedicado à Novas Aplicações de Processos com Membranas, um capítulo em que fazem uma revisão do estado da arte da manufatura de queijos frescais por ultrafiltração, em que o potencial da ultrafiltração de leite coagulado, especialmente por coagulação ácida, é discutida detalhadamente (PEDERSEN & OTTOSEN, 1992).

III.2.2. Incrustação (*fouling*) de Membranas Usadas na Ultrafiltração de Leite e Leite Coagulado.

A incrustação (ou *fouling*) que ocorre nas membranas, em qualquer tipo de processo com membranas, mas especialmente em UF e OR, refere-se aos depósitos ou incrustações do

material a ser ultrafiltrado, sobre a superfície e interior da membrana no decorrer do processo, compreendendo uma parte reversível, que sai na limpeza da membrana e outra irreversível, basicamente de localização interna à membrana, associada a fenômenos de adsorsão e oclusão de poros (DAUFIN *et alii*, 1991).

É em grande parte conseqüência das interações em termos de cargas elétricas, entre o material de confecção da membrana e as moléculas que constituem o fluido a separar.

A incrustação ou *fouling* constitui-se em um dos principais problemas que se enfrenta em processos se separação envolvendo membranas, dado às dificuldades de se obter uma limpeza adequada da membrana, com a recuperação de suas propriedades iniciais de permeação. O *fouling* da membrana pode aumentar o os custos de limpeza, mão-de-obra, energia , além de diminuir a vida útil da membrana (TONG *et alii*, 1988).

Problemas de incrustações são agravados em processos envolvendo solutos protéicos, devido às interações entre membranas e proteínas serem favorecidas, pela usual hidrofobicidade que caracteriza os materiais comumente utilizados na confecção de membranas.

A etapa de limpeza da membrana, realizada após períodos de operação das unidades de UF, ou após a realização de ensaios laboratoriais, é de crucial importância para vida útil das membranas, devendo se ter ao final da limpeza a recuperação dos fluxos iniciais de água pura. Para cada aplicação se tem fluidos de limpeza adequados, sendo que no caso de UF de leite e soro de queijo, se utilizam soluções de hidróxido de sódio e de hipoclorito de sódio para retirada de depósitos protéicos e gordurosos e ácido nítrico para a solubilização e retirada dos depósitos de sais minerais (DAUFIN *et alii*, 1991).

Estudos realizados (TONG *et alii*, 1988) visando a caracterização dos elementos causadores de incrustações, especialmente as proteínas, na ultrafiltração de leite integral usando-se membranas de poli-sulfona (peso molecular de corte de 10000 Daltons), mostraram que as proteínas do soro: α-lactoalbumina e β-lactoglobulina, foram responsáveis por 95% dos componentes protéicos das incrustações. Pouquíssima caseína foi identificada como agente de incrustação. A adsorção irreversível destas proteínas na superfície da membrana mostrou ser responsável pelo drástico declínio do fluxo de permeado nos primeiros

estágios da UF. Um declínio mais suave ocorreu em seguida devido à formação da camada de polarização por concentração. A verificação de uma presença muito maior da α-lactoalbumina no *fouling* , que da β-lactoglobulina, indicou uma interação seletiva desta proteína com a superfície da membrana de poli-sulfona usada.

Estudos sobre o *fouling* de membranas de alumina, na UF de leite, leite acidificado e leite pré-coagulado por via química e biológica foram realizados para membranas cerâmicas de microfiltração com diâmetro médio de poro de 0,2 μm e 0,8 μm (VETIER *et alii*, 1988; ATTIA *et alii*, 1991a; ATTIA *et alii*, 1991b e ATTIA *et alii*, 1993).

A observação, realizada através de microscopia eletrônica de varredura, do aspecto da camada depositada sobre a membrana cerâmica e do aspecto do interior da membrana, confirmou diferenças importantes entre os depósitos obtidos com leite normal e leite pré-coagulado, sendo de muita importância o pH de formação do coágulo.

A camada depositada na superfície da membrana , após exposição ao leite no pH natural (6,6) parece consistir de uma coalescência de micelas justapostas, apresentando uma estrutura densa . As proteínas do soro vão sendo retidas progressivamente por este depósito micelar poroso, resultando no seu próprio *fouling*, permitindo que uma membrana de microfiltração possa ser usada na ultrafiltração de leite. Sais de cálcio e potássio aumentam a incrustação, melhorando a adsorção da micela de caseína na alumina e agindo como ligações intermicelares. Glóbulos de gordura parecem contribuir para o aumento da porosidade do depósito (VETIER *et alii*, 1988).

Com a diminuição do pH do leite a ser ultrafiltrado observa-se a seguinte seqüência de estruturas do depósito: (i) depósito denso de micelas justapostas (pH 6,6), (ii) retículo mais aberto formado por cadeias de agregados protéicos ligados entre si (pH 5,45), (iii) depósito de alta porosidade formado por agregados protéicos irregulares (pH de 5,0 a 4,4) (ATTIA *et alii*, 1991a).

Conforme o pH diminui na faixa de 6,0 até 5,6 , quando ocorre um efeito máximo, a porosidade do depósito diminui em conseqüência da formação agregados irregulares e lineares de micelas de caseína, que mantém ainda o formato esférico. Foi verificado em ensaios de ultrafiltração uma diminuição do fluxo para esta faixa de pH (ATTIA *et alii*, 1988).

IV . MATERIAIS E MÉTODOS

IV.1. LEITE INTEGRAL E LEITE INTEGRAL COAGULADO ENZIMATICAMENTE

Na unidade piloto CARBOSEP 2S 37, foi utilizado leite integral tipo B cru, fornecido pela Agropecuária Tuiuti Ltda e na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40, leite integral cru tipo A, fornecido pela Pecuária Anhumas, ambos previamente pasteurizados a 68 °C por 1 min.

Na pasteurização do leite para a unidade piloto utilizou-se um tanque-pasteurizador marca INADAL, modelo Mix-Complet-100, munido de agitação, aquecimento e resfriamento, com capacidade de 100 litros. O leite para a unidade de bancada foi pasteurizado em fogão industrial.

Para a coagulação utilizou-se coalho liofilizado Christian-Hansen fornecido pela HaLa do Brasil, com atividade de 1 : 7000, sob as seguintes condições de coagulação : 45 a 60 minutos a 35 °C.

Após a coagulação realizada em repouso, o coágulo formado foi submetido a uma homogeneização, realizada pela agitação manual do coágulo, no caso da unidade piloto e num liqüidificador, por 1 minuto, para a unidade de bancada. Após a colocação do leite coagulado no tanque de alimentação, sob agitação constante, foi iniciado o processamento.

IV.2. UNIDADES DE ULTRAFILTRAÇÃO UTILIZADAS

Os ensaios experimentais foram conduzidos em duas unidades de ultrafiltração:

a) **Unidade Piloto de Ultrafiltração CARBOSEP 2S 37**: fornecida pela antiga SFEC atualmente denominada Tech Sep (pertencente ao Grupo Rhône Poulenc). O esquema da Unidade de Ultrafiltração CARBOSEP 2S 37, é mostrado na Figura 3.

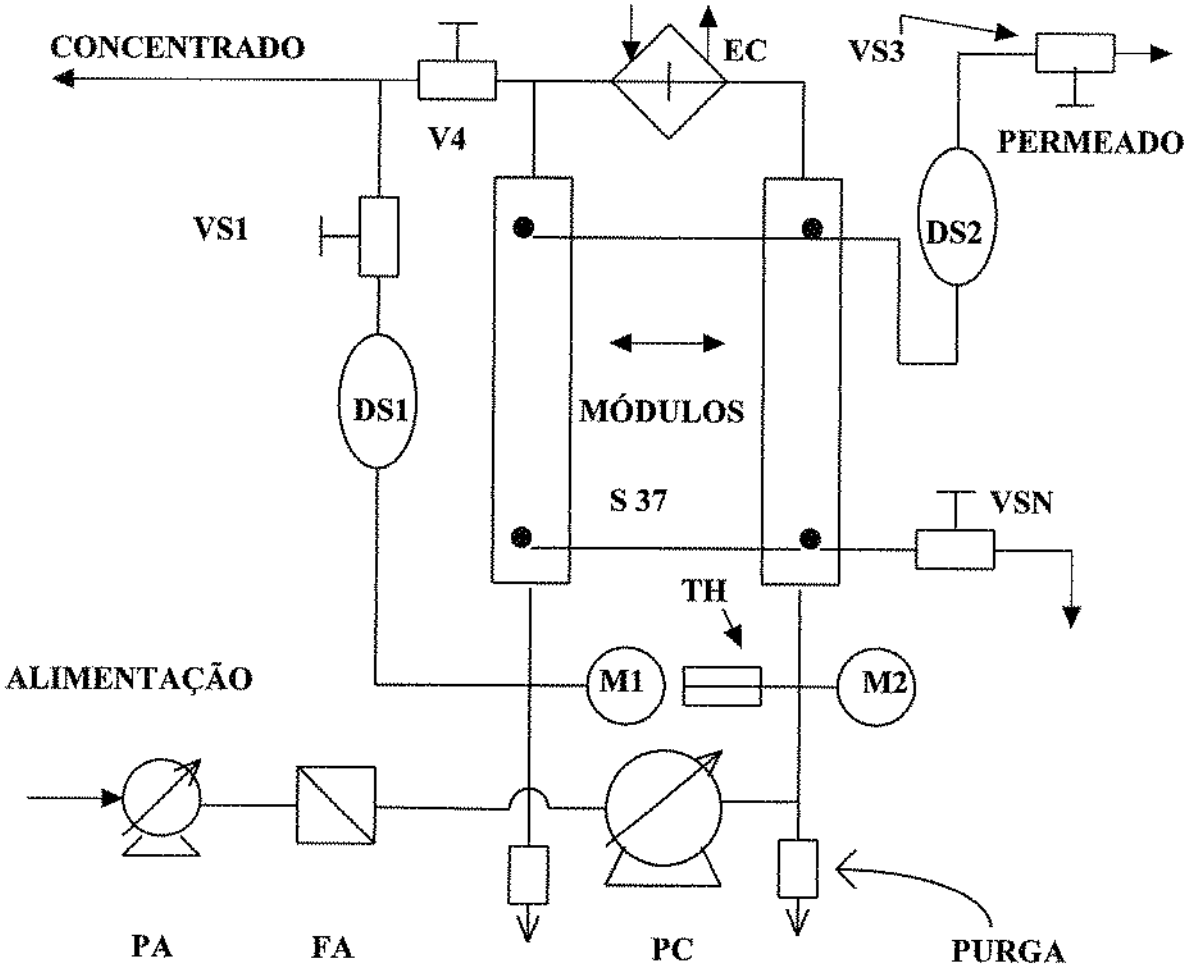

Figura 3 - Esquema da Planta Piloto de Ultrafiltração CARBOSEP 2S 37. Válvulas: VS1, VS3, VN1, VN2, VN6, V4, V6C, VVP, VVR; Rotâmetros magnéticos: DS1, DS3; Manômetros: M1, M2; Bomba de alimentação de deslocamento positivo: PA; Bomba de circulação de deslocamento positivo : PC ; Filtro: F4; Termômetro: TH; Trocador de calor: EC.

Esta unidade possui uma área de permeação de 1,6 m ^{2}, correspondente a dois módulos multicanais de UF, munidos cada um deles de 37 tubos de membrana de 1,2 m de comprimento e 6 mm de diâmetro interno. Foram utilizadas membranas minerais CARBOSEP M4, com peso molecular médio de corte de 20000 Daltons e CARBOSEP M6 com diâmetro médio de poro de 0.08 μm. Os tubos são constituídos por um suporte poroso de carbono, com uma fina camada de óxido de zirconila (película de 30 μm), depositada no interior do tubo. A unidade piloto é munida ainda de 2 manômetros, 2 bombas de deslocamento positivo trilobulares (uma de alimentação e outra de circulação), tanque de alimentação, trocador de calor, 2 rotâmetros , termômetro e válvulas para controle da pressão.

b)Unidade de Ultrafiltração de Bancada MICROCARBOSEP 40: fornecida pela Tech Sep. Um esquema desta unidade é mostrado na Figura 4.

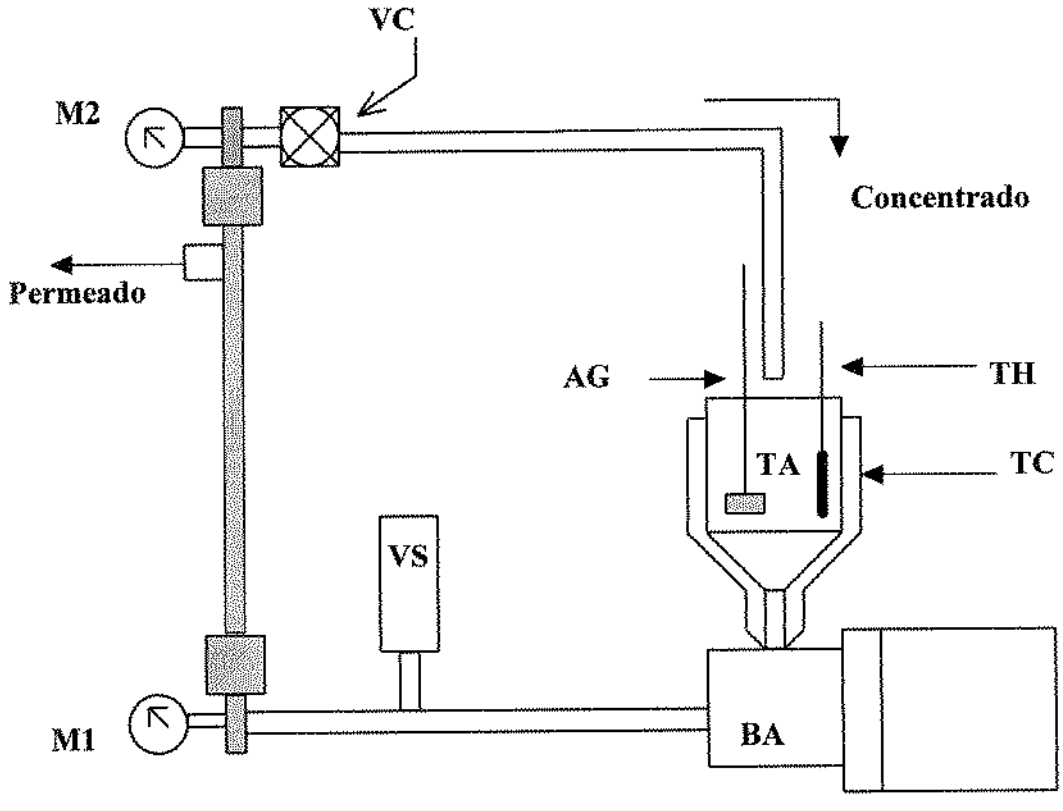

Figura 4 - Esquema da Unidade de Bancada de UF MICROCARBOSEP 40. Agitador: AG; Bomba de alimentação de deslocamento positivo: BA; Manômetros: M1, M2; Tanque de alimentação: TA; Termômetro: TH; Trocador de calor: TC; Válvula de controle de pressão: VC e Válvula de segurança: VS.

A unidade MICROCARBOSEP 40 é munida de tubos de membranas minerais CARBOSEP para MF e UF, de 40 cm de comprimento, com uma área de permeação de 75 cm^2.

Para os processamentos realizados foram escolhidas as seguintes membranas:

Membranas para microfiltração : M45 - diâmetro médio de poro de 0,45 μm

M14 -diâmetro médio de poro de 0,14 μm

M 6 - diâmetro médio de poro de 0,08 μm

Membranas para ultrafiltração : M 9 - peso molecular de corte de 300000 Daltons

M 3 - peso molecular de corte de 150000 Daltons

M 8 - peso molecular de corte de 50000 Daltons

Compõem ainda a unidade MICROCARBOSEP 40: 2 manômetros, bomba helicoidal tipo Nemo, fornecida pela Netzch, tanque de alimentação, resfriamento e válvula para controle da pressão.

IV.3. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

V.3.1. Processamentos de Concentração de Leite e Leite Coagulado

No decorrer de cada um dos experimentos de concentração em batelada (em que o permeado é retirado e o concentrado é recolocado em circulação), a intervalos de tempo variados, foram realizadas amostragens simultâneas de permeado e de concentrado para a unidade piloto CARBOSEP 2S 37 e amostragens apenas do permeado para a unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.

No caso da unidade de bancada, a amostragem foi feita apenas para o permeado, visto que a retirada de amostras de concentrado, dado o pequeno volume de 2 litros leite utilizado (limitado pelo volume do tanque de alimentação), iria modificar completamente as condições do experimento.

Para todos os ensaios a velocidade de escoamento situou-se em torno de 4 m/s para a unidade piloto e 1,2 m/s para a unidade de bancada, dadas as limitações da bomba de deslocamento positivo tipo Nemo usada. A pressão média transmembrana variou de 3,0 a 5,0 bar e a temperatura ficou em torno de 55 °C para os ensaios com leite e 35 °C para leite coagulado. A grande diferença na operação das duas unidades reside no volume mínimo de leite necessário: 2 litros para a unidade de bancada e 100 litros para unidade piloto, a fim de se obter ao final um fator de concentração volumétrica de 4,0. O volume morto associado a cada equipamento é de respectivamente, 25 litros para a unidade piloto e 500 ml para a unidade de bancada, sendo ambos bastante elevados.

As medidas de vazão do permeado, para o cálculo do fluxo de permeado foram feitas a intervalos de tempo variados, pesando-se a massa de permeado obtida no intervalo de tempo considerado.

Após a realização de cada ensaio, as membranas sofreram um processo de limpeza e esterilização, a fim de recuperarem as suas capacidades de permeação originais.

IV.3.2. Limpeza e Esterilização das Membranas

Para a unidade piloto CARBOSEP 2S 37 foi utilizado um ciclo de limpeza baseado naquele sugerido pelo fabricante Tech Sep (TECH SEP, 1989), constituído das seguintes etapas :

a) retirada grosseira da camada de leite depositada sobre a membrana através da circulação de água deionizada à temperatura de 50°C e pressão de 1 bar sem

recirculação, até não se notar qualquer opacidade na água à saída do módulo da membrana;

b) circulação por 30 minutos de hidróxido de sódio na concentração de 8 g/l, a 80°C e 3 a 4 bar;

c) lavagem da unidade com água deionizada a 50°C e 2 a 3 bar, até se atingir pH neutro na saída de permeado ;

d) circulação por 30 minutos de ácido nítrico na concentração de 5 ml/l, a 55 a 60°C e 2 a 3 bar ;

e) lavagem da unidade com água deionizada a 50°C, até se atingir pH neutro na saída de permeado ;

f) medida do fluxo de permeado para água deionizada a 25°C e pressão de 4 bar.

Para a unidade de bancada MICROCARBOSEP 40 foi utilizado um ciclo de limpeza baseado naquele sugerido por Daufin e colaboradores, para limpeza de membranas minerais usadas na ultrafiltração de soro de queijo e leite (DAUFIN *et alii*, 1991), constituído das seguintes etapas :

a) retirada grosseira da camada de leite depositada sobre a membrana através da circulação de água deionizada à temperatura de 50 - 55°C e pressão de 1 bar sem recirculação, até não se notar qualquer opacidade na água à saída do módulo da membrana;

b) circulação por 30 minutos de hipoclorito de sódio a 1000 ppm , 50 °C e 2 a 3 bar, tendo-se o cuidado de ajustar previamente o pH da solução para 11 com hidróxido de sódio, a fim de prevenir a corrosão do aço inox ;

c) lavagem da unidade com água deionizada a 50°C até se atingir pH neutro na saída de permeado ;

d) circulação por 30 minutos de ácido nítrico na concentração de 5 ml/l, a 50°C e 2 a 3 bar ;

e) lavagem da unidade com água deionizada a 50°C, até se atingir pH neutro na saída de permeado ;

f) medida do fluxo de permeado para água deionizada a 30°C e pressões de 1 e 2 bar.

Caso o desempenho da membrana não tivesse sido satisfatoriamente recuperado (pelo menos 95% do fluxo de permeado original), dependendo da recuperação conseguida, o ciclo completo ou determinadas etapas foram novamente executadas.

Em alguns casos , quando se utilizou leite coagulado, foi necessário realizar-se uma etapa de ataque enzimático aos resíduos protéicos, tendo sido utilizado o detergente aniônico enzimático P3 Ultrasil 50, fornecido pela Henkel do Brasil. Utilizou-se uma solução a 7% deste detergente para a circulação a não mais que 40°C, para prevenir a desnaturação da enzima, por cerca de 30 minutos. Entretanto, quando o ataque enzimático foi necessário, além da circulação da solução, teve-se que deixar as membranas imersas nesta solução à temperatura ambiente por vários dias, até se obter um ataque enzimático eficiente, após o que se refez o ciclo de limpeza descrito acima.

Ao final do ciclo de limpeza da membrana procedeu-se a uma esterilização química das membranas, com a circulação pela unidade de hipoclorito de sódio à concentração de 200 ppm, por 20 minutos, seguida de lavagem com água deionizada para retirada de excesso de cloro. As membranas minerais foram então esgotadas e guardadas secas, sem necessidade de serem estocadas em qualquer tipo de solução de conservação.

IV.4. DETERMINAÇÕES ANALÍTICAS DOS CONCENTRADOS E PERMEADOS

As amostras de permeado e concentrado foram analisadas quanto às concentrações de:

- **cinzas;**
- **gordura;**
- **lactose;**

- **proteína;**
- **sólidos totais.**

As determinações foram feitas em triplicatas ou em duplicatas.

IV.5. EQUIPAMENTOS USADOS NAS DETERMINAÇÕES ANALÍTICAS

- Balança analítica marca METTLER , modelo AE 200 ;
- Balança digital marca TOLEDO, com capacidade para 10 Kg e precisão de 0,002 Kg;
- Balança semi-analítica marca METTLER , modelo A 1000;
- Banho-maria marca FANEM, modelo 102/6;
- Bloco micro-digestor de proteínas para micro-Kjeldahl, fornecido pela SARGE Aparelhos Científicos Ltda ;
- Centrífuga de Gerber marca FANEM, para oito butirômetros, com velocidade de rotação de 1000 a 1200 rpm;
- Destilador de nitrogênio para micro e macro-Kjeldahl, modelo TE 036 fornecido pela TECNAL;
- Estufa de secagem e esterilização marca FANEM, modelo 315 SE;
- Mufla marca FORLABO;
- Phmetro DIGIMED, modelo DMPH2 .

IV.6. MÉTODOS ANALÍTICOS

IV.6.1. Determinação da Porcentagem de Proteína

Obtida através das determinações de porcentagem de nitrogênio total (NT) (INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION, 1962) e de porcentagem de nitrogênio não-protéico (NNP) (ASCHAFFNBURF & DREWRY, 1958), ambas obtidas através do método de micro-Kjeldahl , utilizando-se o fator 6,38 para correção para proteína, conforme a expressão :

porcentagem de proteína = [porcentagem NT - porcentagem NNP]* 6, 38

IV.6.2. Determinação da Porcentagem de Nitrogênio Total (%NT)

Foi utilizado o método micro-Kjeldahl (INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION, 1962).

Utilizaram-se:

- catalisador : mistura de sulfato de potássio (K_2SO_4) e sulfato cúprico ($CuSO_4$), cuja função é elevar o ponto de ebulição do ácido sulfúrico;
- ácido sulfúrico concentrado;
- hidróxido de sódio a 50%;
- ácido bórico a 2% com uma mistura dos indicadores vermelho de metila e verde de bromocresol;

- ácido clorídrico 0, 02N ou 0, 2N;
- tubos de digestão;
- bureta para titulação.

Procedimento

Em cada tubo de digestão, colocou-se 1,5 g de catalisador, 0,2 g de amostra a ser analisada (ou mais dependendo da concentração da amostra a ser analisada) e 5 ml de ácido sulfúrico concentrado. Colocaram-se os tubos de digestão no bloco digestor e elevou-se a temperatura deste, de 50 em 50°C, até 400°C. Mantiveram-se os tubos no digestor a 400°C por uma hora, contada a partir do momento em que o conteúdo do tubo passou a ter cor verde clara transparente.

À amostra digerida e fria, acrescentaram-se 10 ml de água destilada. Colocou-se a amostra no destilador de nitrogênio e acrescentou-se a ela hidróxido de sódio a 50%, até ocorrer a neutralização do ácido (de incolor a amostra passa a marrom escuro). Procedeu-se então a destilação.

O produto da destilação foi recolhido em erlenmeyer contendo 10 ml de ácido bórico 2% com indicador, até a obtenção de 100 ml.

Titulou-se então esta última solução com ácido clorídrico 0,02N ou 0,2N, dependendo da concentração de proteína esperada para a amostra inicial.

Cálculos:

$$\textbf{Porcentagem de Nitrogênio Total} = \% NT = (V_{HCl} * f_c * N * 1,4008) / P_a$$

Onde: V_{HCl} = volume de HCl gasto na titulação;

f_c = fator de correção do HCl;

N = normalidade do HCl;

P_a = peso da amostra.

IV.6.3. Determinação da Porcentagem de Nitrogênio Não-protéico (%NNP)

Foi realizada usando-se o método micro-Kjeldahl (ASCHAFFENBURG & DREWRY, 1958).

Utilizam-se, além dos reagentes e vidrarias necessárias para a determinação da porcentagem de proteína total :

- pipetas de 5 ml;
- ácido tricloroacético a 24% em água;
- papel de filtragem Whatman 42.

Procedimento:

Pesaram-se 5 ml de amostra em um béquer; aonde em seguida adicionaram-se primeiramente 5 ml de água destilada e em seguida 10 ml de ácido tricloacético, lentamente e sob agitação. Após um repouso de 15 minutos, filtrou-se em papel Whatman 42. Pesou-se então um volume de 5 ml do filtrado em um tubo de digestão de proteína, seguindo-se então o mesmo procedimento utilizado para a obtenção da porcentagem de nitrogênio total já descrito.

Cálculos

$$\textbf{\% Nitrogênio não-protéico} = \textbf{\% NNP} = (V_{HCL} * f_c * N * 1,4008 * 20) / (P_a * P_f)$$

Onde: V_{HCL} = volume de HCl gasto na titulação;

f_c = fator de correção do HCl;

N = normalidade do HCl;

P_a = massa da amostra em g;

P_f = massa da alíquota de filtrado em g;

IV.6.4. Determinação da Porcentagem de Nitrogênio Não-caséico (%NNC)

Foi realizada usando-se o método micro-Kjeldahl (INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION,1964).

Utilizam-se, além dos reagentes e vidrarias necessárias para a determinação da porcentagem de proteína total :

- pipetas de 5 ml;
- balões volumétricos de 250 ml;
- ácido acético a 10%;
- acetato de sódio 1N;
- papel de filtragem Whatman 40.

Procedimento:

Pesaram-se 5 ml de amostra em um balão volumétrico de 250 ml, aonde adicionaram-se primeiramente 35 ml de água destilada a 40°C e em seguida 1,0 ml de ácido acético a 10%. Misturou-se e deixou-se em repouso por 10 minutos. Adicionou-se então ao balão 1,0 ml de

acetato de sódio 1N, agitou-se e após resfriamento a temperatura ambiente , completou-se com água destilada o volume do balão. Deixou-se em repouso por 15 minutos e filtrou-se em papel Whatman 42. Pesou-se então um volume de 5 ml do filtrado em um tubo de digestão de proteína, seguindo-se então o mesmo procedimento utilizado para a obtenção da porcentagem de nitrogênio total já descrito.

Cálculos

$$\% \text{ Nitrogênio não-caséico} = \% \text{ NNC} = (V_{HCl} * f_c * N * 1,4008 * 50) / (P_a * P_f)$$

Onde: V_{HCl} = volume de HCl gasto na titulação;

f_c = fator de correção do HCl;

N = normalidade do HCl;

P_a = massa da amostra em g;

P_f = massa da alíquota de filtrado em g;

IV.6.5. Determinação da Porcentagem de Sólidos Totais

Realizada conforme descrito pela AOAC (ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS, 1995).

Utilizaram-se:

- placas de Petri;
- baguetas;

- areia tratada (livre de matéria orgânica), usada para aumentar a área superficial de evaporação da amostra;
- pipetas de 5 ml;
- dessecador.

Procedimento:

Manteve-se cada placa de Petri com determinada quantidade areia e bagueta em estufa a 105°C por uma hora. Esfriou-se a placa em dessecador e pesou-se em balança analítica, obtendo-se o peso inicial da placa. Pesou-se cerca de 5 ml de amostra na placa, já previamente tarada. Distribuiu-se a amostra por toda a placa com o auxílio da bagueta. Levou-se a placa, já com a amostra, novamente à estufa por 12 horas. Esfriou-se em dessecador e pesou-se, obtendo-se o peso final da placa.

Cálculos:

$$\textbf{Porcentagem de sólidos totais} = \% \, ST = 100 * (P / P_{es})$$

Onde: $\mathbf{P_{es}}$ = peso do extrato seco (g) e $\mathbf{P}$ = peso da amostra (g).

IV.6.6. Determinação da Porcentagem de Lactose

Foi utilizado o método Fehling, de acordo com procedimento descrito pelo LANARA (BRASIL,1981).

Utilizaram-se:

- soluções Fehling (A e B);
- ácido Wolfrâmico, que é uma mistura de tungstato de sódio, ácido fosfórico e ácido sulfúrico;
- solução padrão de lactose (1 g de lactose anidra completando-se até 250 ml com água destilada);
- indicador de azul de metileno;
- bureta de 50 ml;
- balão volumétrico de 200 ml;
- erlenmeyers de 250 ml.

Procedimento:

Ao concentrado adicionou-se ácido wolfrâmico, na proporção de 1:1, para a precipitação da caseína. Filtrou-se esta mistura e fez-se a diluição na proporção 1: 4 (50 ml de filtrado em balão de 200 ml). A solução assim preparada foi colocada em uma bureta de 50 ml e utilizada para titular a solução de Fehling, colocada em um erlenmeyer de 250 ml através do seguinte procedimento : adicionam-se 5ml da solução B e logo após 5 ml de solução A. Juntam-se então 2 gotas de azul de metileno 0,1% e colocam-se algumas pérolas de vidro.

Titulou-se então a solução de Fehling a quente com a solução preparada, até a viragem de azul para vermelho tijolo.

O permeado foi apenas diluído, também na proporção 1:4., seguindo-se então o mesmo procedimento descrito acima para o concentrado.

Cálculos:

$$\textbf{Concentração de Lactose} = L = a * d / V_a$$

Onde: **L** = concentração de lactose em (g/l);

a = gramas de lactose que reagem com 10 ml da solução Fehling usada em cada análise em questão (previamente determinada a partir de titulação com solução padrão de lactose);

d = fator de diluição a amostra;

V_a= volume de solução da amostra gasto na titulação.

IV.6.7. Determinação das Porcentagens de Gordura em Leite e Gordura em Creme de Leite

Realizadas pelo método de Gerber (ATHERTON & NEWLANDER,1981).

Utilizaram-se:

- álcool isoamílico com 0, 815 de densidade;
- ácido sulfúrico com densidade na faixa 1, 820 a 1, 825;
- butirômetros de Gerber para leite e para creme;
- pipetas volumétricas de 5 ml , 10 ml e 11 ml;
- pipetas graduadas de 1 ml, 5 ml e 10 ml.

IV.6.7.1. Porcentagem de gordura em leite (método utilizado para os concentrados com $F_{cv} < 2$)

Procedimento:

Colocou-se em cada butirômetro para amostra, 10 ml de ácido sulfúrico. Adicionaram--se 11 ml de leite, com o cuidado de não misturar com o ácido. Adicionou-se em

seguida, 1 ml de álcool isoamílico. Enxugou-se, com papel de filtro, a borda da boca do butirômetro e fechou-se com rolha apropriada.

Tomando-se grande cuidado devido ao elevado aquecimento, agitou-se o butirômetro invertendo-o várias vezes de modo que os três líquidos se misturassem. Centrifugou-se durante 5 minutos a 1.000-1.200 rpm, em centrífuga de Gerber. Levou-se ao banho-maria a 65°C durante 3 a 5 min com a rolha para baixo (a leitura deve ser feita a 65°C). Retirou-se o butirômetro do banho, mantendo-se a rolha para baixo e manejando-se a mesma, colocou-se a camada de gordura dentro da escala do butirômetro. Efetuou-se a leitura na parte inferior do menisco, que dá diretamente a porcentagem de gordura. Se a coluna não estivesse bem delineada, homogeneizava-se novamente, centrifugava-se e levava-se ao banho-maria, fazendo--se então nova leitura.

IV.6.7.2. Porcentagem de gordura em creme (método utilizado para os concentrados com $F_{cv} > 2$)

Procedimento:

Colocou-se em cada butirômetro para creme, 10 ml de ácido sulfúrico. Adicionaram-se 5 ml de amostra a 40°C, 5 ml de água quente, passando pela primeira pipeta, tendo-se o cuidado de não misturar com o ácido. Adicionou-se em seguida, 1 ml de álcool isoamílico. Enxugou-se, com papel de filtro, a borda da boca do butirômetro e fechou-se com rolha apropriada.

Tomando-se grande cuidado devido ao elevado aquecimento, agitou-se o butirômetro invertendo-o várias vezes de modo que os três líquidos se misturassem. Centrifugou-se durante 5 minutos a 1.000-1.200 rpm, em centrífuga de Gerber. Levou-se ao banho-maria a 65°C durante 3 a 5 min com a rolha para baixo (a leitura deve ser feita a 65°C). Retirou-se o butirômetro do banho, mantendo-se a rolha para baixo e manejando-se a mesma, colocou-se a camada de gordura dentro da escala do butirômetro. Efetuou-se a leitura na parte inferior do menisco, que dá diretamente a porcentagem de gordura. Se a coluna não estivesse bem delineada, homogeneizava-se novamente, centrifugava-se e levava-se ao banho-maria, fazendo--se então nova leitura.

IV.6.8. Determinação da Porcentagem de Cinzas

Realizada conforme descrito pela AOAC (ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS, 1995).

Utilizaram-se :

- cadinhos de porcelana;
- dessecador;
- bico de Bunsen.
- capela para exaustão de gases.

Procedimento:

Cada cadinho de porcelana foi aquecido em mufla a 700°C por 1 hora, resfriado em dessecador e pesado. Em cada cadinho foi pesada então uma amostra homogeneizada de cerca de 5 g. Colocou-se o cadinho em estufa a 100°C por uma noite, para a evaporação da água. Retirou-se o cadinho da estufa e levou-se ao bico de Bunsen para realização da carbonização completa da amostra, dentro de uma capela. Levou-se em seguida à mufla elevando-se a temperatura até 550°C, por 12 horas. Resfriou-se em dessecador e pesou-se o cadinho.

Cálculos:

$$\textbf{Porcentagem de cinzas} = \% \textbf{ cinzas} = (P_c / P) * 100$$

Onde : **P** = peso da amostra;

P_c = peso das cinzas.

IV.7. CÁLCULO DOS PARÂMETROS USADOS PARA A ANÁLISE DO DESEMPENHO E EFICIÊNCIA DO PROCESSO DE ULTRAFILTRAÇÃO

IV.7.1. Fluxo de Permeado (J_p)

$$J_p = Q_p/A_m \text{ , } [\, l / h.m^2 \,]$$

onde : Q_p = vazão de permeado , em l/h ;

A_m = área de permeação de membrana , em m^2

IV.7.2. Coeficiente de retenção de proteína dado em porcentagem (R_p)

Pode ser calculado de dois modos :

(a) $$R_p = (1 - C_p / C_c) * 100 \text{ ,}$$

onde C_c e C_p são, respectivamente, as concentrações de proteína presentes no concentrado de leite ou leite coagulado e no permeado, em cada amostragem. Esta fórmula foi usada para o cálculo do R_p nos processamentos realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37, onde pôde ser feita a amostragem do concentrado.

(b) $$R_p = (1 - C_p / C_i) * 100 \text{ ,}$$

onde C_i e C_p são, respectivamente, as concentrações iniciais de proteína presentes no leite ou leite coagulado e no permeado em cada amostragem. Esta fórmula foi usada para o cálculo do R_p nos processamentos realizados na unidade de bancada MICRO CARBOSEP 40, onde só a amostragem do permeado pôde ser feita.

IV.7.3. Fator de concentração volumétrica (F_{cv})

$$F_{cv} = V / V_c \quad , \quad \text{sendo} \quad V_c = V - V_{perm}$$

onde : **V** = volume inicial de leite ou leite coagulado;

V_c = volume de concentrado de leite ou leite coagulado, em cada amostragem;

V_{perm} = volume de permeado retirado, em cada amostragem;

IV.7.4. Pressão média transmembrana (P) ::

$P = (P_{entrada} + P_{saída})/2$., onde :

onde : $P_{entrada}$ = pressão à entrada do módulo (ou módulos em série) de membranas de UF;

$P_{saída}$ = pressão à saída do módulo (ou módulos em série) de membranas de UF.

V. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste trabalho de tese foram realizados processamentos em uma **unidade piloto CARBOSEP 2S 37**, com 1,6 m^2 de área de membrana e em uma **unidade de bancada MICROCARBOSEP 40**, com 75 cm^2 de área de membrana.

Nestas unidades foram realizados processamentos de concentração em batelada de leite integral e leite integral coagulado enzimaticamente, bem como alguns processamentos sem concentração (ou seja com fator de concentração volumétrica, F_{cv} , igual a 1,0), nos quais se variaram parâmetros operacionais importantes, tais como: pressão, temperatura e porosidade da membrana.

Todos os processamentos foram realizados com membranas minerais CARBOSEP de UF e MF, sendo que se preferiu manter no texto e tabelas apresentados a seguir, as unidades de porosidade fornecidas pelo fabricante, para facilitar a comparação com resultados da literatura. Para as membranas de ultrafiltração se utilizou a unidade de peso molecular médio de corte Dalton e para as membranas de microfiltração a unidade de diâmetro médio de poro µm.

Em todos os processamentos realizados verificou-se visualmente que na fase inicial de cada um deles, o permeado era límpido e transparente, sem qualquer coloração perceptível. Entretanto, quando se utilizam por exemplo membranas de poli-sulfonas, desde o início se observa uma coloração amarelo-esverdeada do permeado. Esta pigmentação, que também é característica do soro do leite, é de responsabilidade da vitamina riboflavina (WEBB et *alii* , 1978).

Após um determinado tempo de operação com as membranas CARBOSEP, o permeado passava então a ter uma leve coloração esverdeada que ia intensificando-se, até a cor ficar semelhante à do permeado obtido usando-se membranas de poli-sulfonas.

A retenção desta vitamina se dava portanto, apenas na fase inicial, o que leva a crer que a riboflavina era adsorvida pelo suporte poroso de carbono, que dá resistência mecânica à membrana.

Após a saturação do suporte de carbono entretanto, a riboflavina que desde o início não deveria ser retida pela membrana de zirconila, nem pela camada secundária formada sobre ela, passava a sair no permeado.

Dessa observação é possível supor-se que a riboflavina adsorvida é um dos componentes da incrustação ou *fouling* da membrana, a ser retirado na limpeza da membrana.

V.1. PROCESSAMENTOS REALIZADOS NA UNIDADE PILOTO CARBOSEP 2S 37

Na Unidade Piloto CARBOSEP 2S 37, foram realizados processamentos de concentração de leite integral e de concentração de leite integral coagulado enzimaticamente com renina. Foram também realizados alguns processamentos com leite coagulado e fator de concentração volumétrica igual a 1,0.

Para todos os processamentos foi utilizado o pH natural do leite, em torno de 6,6 a 6,7 , não tendo sido verificadas variações significativas do pH, no decorrer dos processamentos.

Foram utilizadas membranas CARBOSEP M4 (de ultrafiltração) com peso molecular de corte de 20000 Daltons e CARBOSEP M6 (de microfiltração) com diâmetro de poro médio de 0,08 μm.

Os processamentos foram realizados às temperaturas de 50 e 55°C , para os processamentos com leite integral e 40 e 35°C para os processamentos com leite integral coagulado enzimaticamente. Estas temperaturas foram escolhidas com o objetivo de proporcionar um bom desempenho à membrana , visto que o aumento da temperatura favorece o aumento de fluxo de permeado pela diminuição da viscosidade do fluído escoante, tendo-se como limite para o leite integral a desnaturação das proteínas e para leite integral coagulado enzimatica-

mente, o cozimento da massa que começa a ocorrer ao redor dos 40 °C, que levaria à formação de grumos elásticos, conferindo ao fluido caraterísticas reológicas que dificultariam seu escoamento através da unidade de ultrafiltração.

As pressões médias transmembrana utilizadas foram de 4 e 5 bar.

A velocidade de escoamento tangencial na membrana foi de 4,0 m/s, para todos processamentos.

A vazão de permeado, utilizada para o cálculo do fluxo de permeado, foi medida nos processamentos conduzidos na unidade CARBOSEP 2S 37, em tempos de UF coincidentes com as amostragens de concentrado e permeado, quando por intervalos de tempo variáveis (5 minutos ou menos), dependendo da vazão, se coletava e se pesava a massa de permeado produzida. Trata-se, portanto, de uma vazão aproximadamente instantânea.

Vale a pena ressaltar que tais processamentos foram realizados em datas diferentes, o que leva a uma variação às vezes significativa da composição da matéria-prima, ou seja o leite, obtido de plantel holandês, que embora tenha sido fornecido sempre pela mesma empresa (Agropecuária Tuiuti Ltda), apresenta como característica inerente a sazonalidade de composição decorrente das estações do ano e de outras origens.

V.1.1. Processamentos de Concentração de Leite Integral

Foram realizados 4 processamentos de concentração de leite integral em batelada , cujas principais características estão a seguir representadas na Tabela 2. Os processamentos receberam a sigla UPL significando que foram conduzidos na unidade piloto com leite.

Após cada um dos processamentos foi realizada a limpeza adequada das membranas usadas, conforme descrito no item IV.3.2. , tendo sido recuperadas as permeabilidades originais.

As pressões médias transmembrana utilizadas foram de 4 e 5 bar. As temperaturas utilizadas foram 50 e 55°C.

Tabela 2. - Características dos processamentos UPL1, UPL2, UPL3 e UPL4 , realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37, para concentração em batelada de leite integral.

Processamento	Condições de Operação				Composição Inicial do Leite, %				
	P bar	**T** °C	**V** l	Membrana CARBOSEP	Proteína	gordura	lactose	sólidos totais	cinzas
UPL1	4	55	150	M4	3,09	4,0	4,81	12,25	0,70
UPL2	4	50	100	M6	2,98	3,3	4,52	11,36	0,69
UPL3	5	55	180	M4	3,05	3,5	4,70	11,96	0,75
UPL4	4	55	212	M6	3,.01	3,3	4,60	11,77	0,71

P - Pressão **T** - Temperatura **V** - Volume inicial de leite coagulado

M4 - peso molecular de corte: 20000 Daltons **M6** - diâmetro médio de poro: 0,08 mícron

A Tabela 3 apresenta um resumo dos resultados obtidos para os processamentos UPL1, UPL2, UPL3 e UPL4.

Constam da Tabela 3 os dados obtidos para verificação do desempenho da membrana, tais como: tempo de ultrafiltração , **t** ; fluxo de permeado , $\mathbf{J_p}$ e fator de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$; bem como **valores médios** de composições percentuais do concentrado e permeado, obtidos através das análises químicas realizadas a partir das amostras de permeado e concentrado recolhidas no decorrer dos processamentos, tais como as porcentagens de: proteína, lactose, sólidos totais, gordura e cinzas, necessários para a verificação da eficiência da membrana na retenção de determinadas moléculas e principalmente visando o cálculo do coeficiente retenção de proteína, $\mathbf{R_p}$.

Tabela 3 - Resumo dos resultados dos Processamentos UPL1, UPL2, UPL3 e UPL4 de concentração por ultrafiltração, em batelada, de leite integral na unidade CARBOSEP 2S 37.

PROCESSAMENTO UPL1 - Unidade CARBOSEP 2S 37 17/05/90

P = 4 bar T = 55 C V = 150 l Membrana M4 (20.000 Daltons)

t (min)	Vperm (l)	Jp (l/h.m2)	Fcv	Rp % (a)	Rp % (b)	Proteína % Perm.	Proteína % Conc.	Lactose % Perm.	Lactose % Conc.	Sólidos Totais % Perm.	Sólidos Totais % Conc.	Gordura % Conc.	%Lactose Leite Reconstituído
15,0	17,1	44,1	1,1	99,2	99,0	0,0303	4,0339	3,5	4,4	3,83	13,25	6,1	3,9
25,0	28,7	41,9	1,2	98,8	98,2	0,0568	4,6595	4,4	4,1	5,14	13,72	6,6	3,3
35,0	39,7	39,8	1,4	98,2	96,9	0,0954	5,1580	4,5	4,4	5,34	16,59	7,0	3,6
45,0	50,0	37,2	1,5	98,5	97,4	0,0816	5,5031	4,3	4,3	5,34	17,80	7,2	2,9
55,0	59,4	34,0	1,7	97,2	94,3	0,1753	6,2474	4,9	4,2	5,41	18,39	9,0	2,5
65,0	68,5	32,9	1,8	96,3	93,3	0,2084	5,5687	4,8	3,9	5,39	21,01	9,5	2,1
75,0	77,0	30,7	2,1	97,1	93,3	0,2062	7,1682	4,6	4,2	5,37	22,38	10,0	2,0
85,0	84,5	27,1	2,3	98,9	93,6	0,1971	7,8004	4,9	4,1	5,41	24,13	11,0	1,8
95,0	91,3	24,6	2,6	98,3	94,7	0,1653	9,7224	5,4	3,5	5,52	26,05	13,0	1,4
105,0	98,0	24,2	2,9	98,4	94,3	0,1759	11,3374	5,4	3,5	5,14	27,01	14,5	1,2
115,0	103,8	21,0	3,2	98,3	94,4	0,1725	10,4554	5,0	3,4	5,71	29,12	16,0	1,0
125,0	108,3	16,3	3,6	99,0	96,1	0,1213	11,8563	5,0	3,1	5,59	32,46	16,5	0,9
135,0	112,0	13,4	4,0	99,0	96,6	0,1940	10,8364	5,6	1,7	5,65	33,69	19,0	0,4

PROCESSAMENTO UPL2 - Unidade CARBOSEP 2S 37 21/01/92

P = 4 bar T = 50 C V = 100 l Membrana M6 (0,08 micron)

t (min)	Vperm (l)	Jp (l/h.m2)	Fcv	Rp % (a)	Rp % (b)	Proteína % Perm.	Proteína % Conc.	Lactose % Perm.	Lactose % Conc.	Sólidos Totais % Perm.	Sólidos Totais % Conc.	Gordura ,% Conc.	%Lactose Leite Reconstituído
11,7	19,4	45,2	1,2	95,8	95,7	0,1274	3,0084	3,9	4,6	4,92	12,09	3,8	3,7
36,0	44,7	34,4	1,8	97,2	95,2	0,1386	4,9992	4,5	4,2	4,92	16,48	7,0	2,3
55,8	60,9	27,2	2,6	98,7	97,3	0,0818	6,2836	4,6	4,0	5,46	19,74	9,0	1,6
63,8	66,3	24,2	3,0	98,6	96,7	0,0982	7,2149	4,5	3,8	4,92	22,64	11,0	1,3
86,7	76,3	10,3	4,2	99,0	96,3	0,1096	11,4697	4,6	3,7	5,71	31,97	16,5	0,9

PROCESSAMENTO UPL3 - Unidade CARBOSEP 2S 37 9/04/92

P = 5 bar T = 55 C V = 180 l Membrana M4 (20.000 Daltons)

t (min)	Vperm (l)	Jp (l/h.m2)	Fcv	Rp % (a)	Rp % (b)	Proteína % Perm.	Proteína % Conc.	Lactose % Perm.	Lactose % Conc.	Sólidos Totais % Perm.	Sólidos Totais % Conc.	Gordura ,% Conc.	%Lactose Leite Reconstituído
9,0	11,5	46,2	1,1	97,2	97,2	0,0864	3,0506	3,81		4,28			
79,8	100,7	38,6	2,3	97,4	95,5	0,1379	5,2575	3,90	5,47	5,55	17,53	7,0	2,9
111,0	128,1	26,7	3,5	97,7	94,3	0,1724	7,6245	3,99	5,18	5,76	23,84	10,5	2,0
141,0	144,3	16,8	5,0	99,4	97,8	0,0669	10,6127	3,96	4,03	5,87	31,48	16,0	1,3
167,0	152,4	10,8	6,5	99,2	96,2	0,1158	13,9348	3,99	2,88	5,98	38,34	19,0	0,8

PROCESSAMENTO UPL4 - Unidade CARBOSEP 2S 37 20/02/92

P = 4 bar T= 55 C V = 212 l Membrana M6 (0,08 micron)

t (min)	Vperm (l)	Jp (l/h.m2)	Fcv	Rp % (a)	Rp % (b)	Proteína % Perm.	Proteína % Conc.	Cinzas % Conc.	Sólidos Totais % Perm.	Sólidos Totais % Conc.
11,9	14,6	64,5	1,1	98,9	98,8	0,0324	3,0084		4,5	
102,7	116,2	33,3	2,2	99,4	99,1	0,0245	4,1655	1,0	5,5	16,7
146,8	150,4	23,8	3,4	99,5	98,6	0,0388	7,7903	1,3	5,6	22,7
171,2	163,7	17,2	4,4	98,4	94,1	0,1656	10,4141	1,4	5,8	28,8
209,8	177,1	28,0	6,1	98,4	91,8	0,2304	14,0210	1,5	5,9	37,5

V - Volume inicial de leite **Vperm.** - Volume de permeado retirado.

(a) - Coeficiente de retenção de proteína, **Rp** , calculado a partir da relação Cp/Cc , onde
Cp = concentração de proteína no permeado e Cc = concentração de proteína no concentrado .

(b) - Coeficiente de retenção de proteína, **Rp** , calculado a partir da relação Cp/Ci , onde
Cp = concentração de proteína no permeado e Ci = concentração inicial de proteína no leite .

Nas Figuras 5 e 6 observa-se para todos os processamentos, um fluxo de permeado inicial em torno de 60 a 70 $l/h.m^2$, valor semelhante aos relatados na literatura (GOUDÉDRANCHE *et alii*, 1980 e ATTIA *et alii*, 1988), para tais condições de operação com leite.

Apesar dos volumes iniciais de leite utilizados serem diferentes, pode-se verificar na Figura 5, que a utilização de uma maior pressão (5 bar) no processamento UPL3, produziu um aumento do fluxo de permeado, em relação ao processamento UPL1, que foi realizado com a mesma membrana (M4) e pressão igual a 4 bar. O processamento UPL3 foi ainda realizado a uma menor temperatura, o que desfavorece o aumento do fluxo de permeado.

Já os processamentos UPL1 e UPL2, realizados a mesma pressão e mesma temperatura, mas com membranas de porosidades diferentes (uma para UF e outra para MF), mostraram um desempenho em termos de fluxo de permeado semelhantes, não tendo a maior porosidade da membrana M6 (0.08 μm), usada no processamento UPL2, contribuído para um maior desempenho do processo de UF. O tempo de UF do processamento UPL1 foi maior, como se observa na Figura 6, apenas devido ao maior volume de leite.

Este resultado é conseqüência da camada de polarização por concentração formada sobre a membrana, composta por um empacotamento de micelas de caseína e gordura, que se comporta durante o processo como uma membrana secundária, de menor porosidade que a membrana primária.

Este fenômeno faz com que membranas com diâmetro de poro médio adequadas para o uso em microfiltração, possam ser usadas na concentração de leite, que é composto por micelas de caseína com diâmetros variando de 0,025 a 0,130 μm (RENNER & ABD EL-SALAM, 1991) e por moléculas de baixo peso molecular como as proteínas do soro : a β-lactoglobulina em pH na faixa de 3,5 a 7,5 , apresenta-se na forma de um dímero com 36000 Daltons e a α-lactoalbumina tem peso molecular de 14000 Daltons (WEBB *et alii*, 1978). Apesar destas espécies terem um tamanho inferior ao diâmetro médio de poro de uma membrana de microfiltração, conseguem-se elevados coeficientes de retenção de proteína, comparáveis aos obtidos quando se usam membranas para ultrafiltração.

Experimentos de UF de leite visando a produção de queijo prato, utilizando-se membranas minerais para microfiltração CARBOSEP M6, foram já relatados e executados com sucesso por RIBEIRO na mesma unidade CARBOSEP 2S 37 utilizada neste trabalho de tese (RIBEIRO, 1995). Além disso, as membranas minerais de alumina para microfiltração CERAVER, com diâmetro médio de poro de 0,2 μm têm sido usadas com bom êxito na concentração de leite, conforme descrito na literatura (BENASSAR *et alii*, 1982; ATTIA *et alii*, 1988; VETIER *et alii*, 1988; VALMONT S.A., 1988; ATTIA *et alii*, 1991a; ATTIA *et alii*, 1991b e ATTIA et alii, 1993).

A Figura 7 mostra o comportamento do fator de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$, em relação ao tempo de ultrafiltração, **t** , para os mesmos processamentos. Nota-se na Figura 7 , que para os processamentos com os menores volumes de leite (UPL1 e UPL2) se conseguiu atingir apenas um fator de concentração volumétrica em torno de 4,0 , devido ao elevado volume morto da instalação (25 litros). Nos processamentos (UPL3 e UPL4) em que maiores volumes iniciais de leite foram usados, puderam ser atingidos fatores de concentração volumétricas em torno de 6,0.

Verifica-se ainda na Figura 7, que para o processamento UPL3, realizado a 5 bar, se chegou a um fator de concentração volumétrica de 4,0 , num tempo inferior ao obtido no processamento UPL1, que foi realizado à pressão de 4 bar, com o mesmo tipo de membrana, mas utilizando-se um volume inicial de leite menor, o que indica uma melhoria de desempenho da membrana, com o aumento da pressão.

A observação da Tabela 3 , mostra que o coeficiente de retenção de proteína , $\mathbf{R_P}$, tanto definido pela fórmula (a) , que aumenta com o aumento de F_{cv} , bem como pela fórmula (b), que diminui com o aumento de F_{cv} , têm valores bastante semelhantes para todos os processamentos. Tais valores de coeficiente de retenção de proteína são altos, variando de 97 a 99% quando calculados pela fórmula (a) e de 92 a 99% quando calculados pela fórmula (b) , mostrando uma boa eficiência de separação das membranas utilizadas, para leite integral.

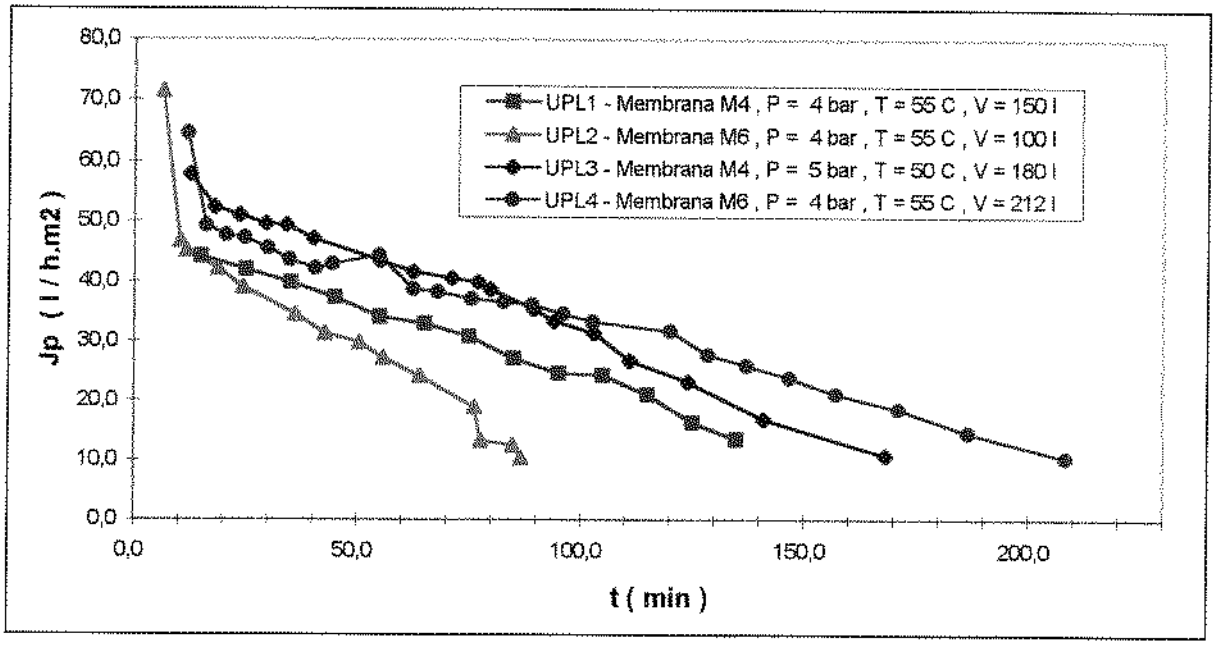

Figura 5 - Curvas de fluxo de permeado , J_p , em l/h.m^2, versus tempo , **t** , em minutos, para processamentos de concentração de leite integral, na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 - peso molecular de corte de 20000 Daltons, M6 - diâmetro médio de poro de 0,08 μm]

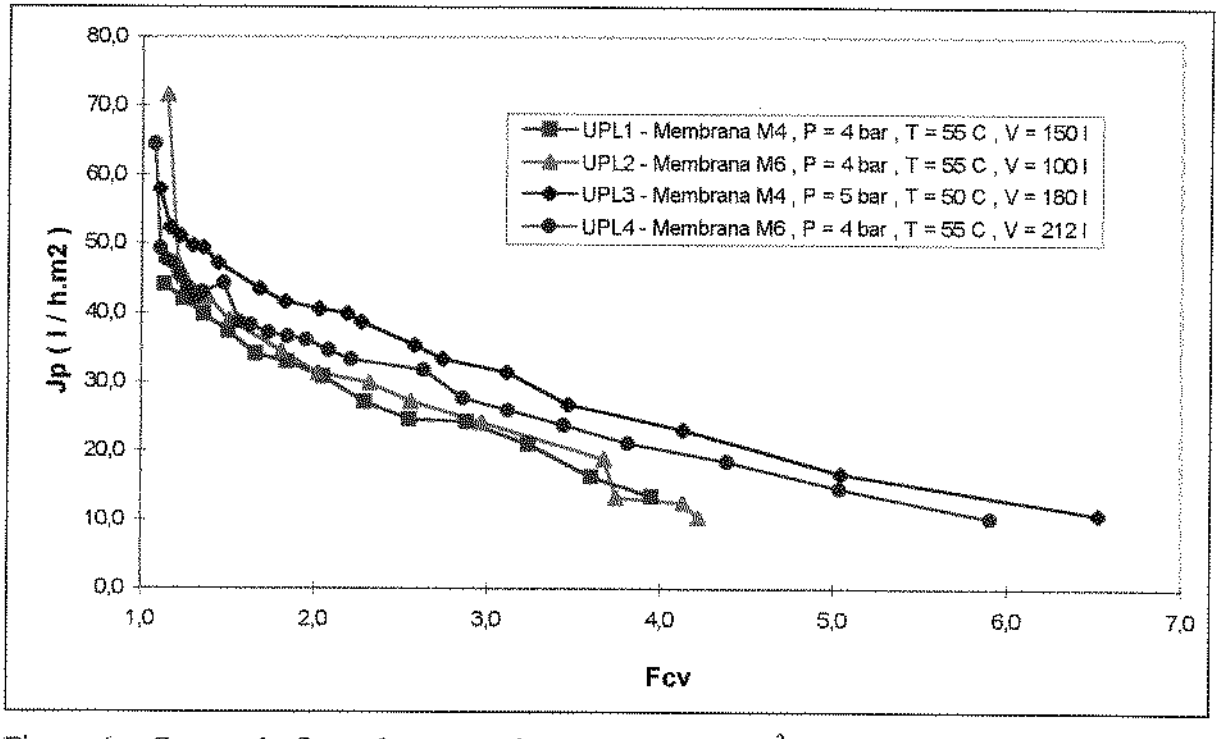

Figura 6 - Curvas de fluxo de permeado , J_p , em l / h.m^2, versus o fator de concentração volumétrica, F_{cv} , para processamentos de concentração de leite integral, na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [membranas: M4 - peso molecular de corte de 20000 Daltons, M6 - diâmetro médio de poro de 0,08 μm]

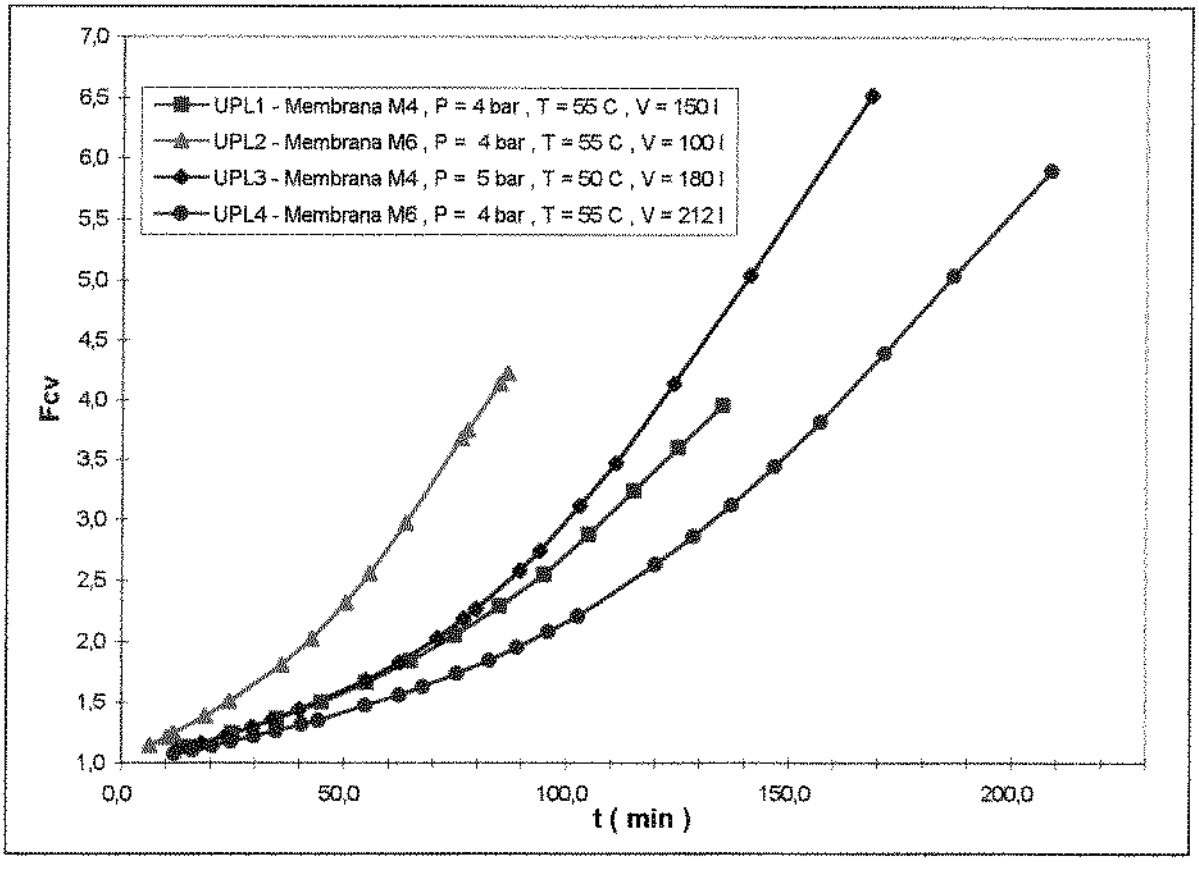

Figura 7 - Curvas do fator de concentração volumétrica , F_{cv} , versus tempo, **t** , em minutos, para processamentos de concentração de leite integral, na Unidade CARBOSEP 2S 37. [M4 - peso molecular de corte 20000 Daltons, M6 - diâmetro de poro médio de 0,08 μm]

Os valores de porcentagem de lactose e porcentagem de sólidos totais obtidos para o permeado, variaram respectivamente de 4,0 a 5,0% e de 5,0 a 6,0%, para todos os processamentos e estão de acordo com os valores médios relatados na literatura (RENNER & ABD EL-SALAM, 1991), para permeados de UF de leite integral: 4,5% para lactose; 5,4% para sólidos totais. A gordura foi totalmente retida no concentrado.

Vale ainda a pena ressaltar na Tabela 3, a coluna referente à porcentagem de lactose no leite reconstituído, que mostra a concentração deste açúcar no leite reconstituído após a UF, pela adição de água e outras substâncias necessárias, visando a obtenção de um leite com baixo teor de lactose. Este leite poderia então de ser consumido por pessoas deficientes em galactosidase, a enzima responsável pela quebra e absorção deste açúcar pelo organismo humano.

Quando a lactose do leite não é quebrada e absorvida, ela vai para o trato intestinal, provocando a retirada de água do organismo para equilibrar a pressão osmótica, causando problemas intestinais e inviabilizando o consumo de leite por estes indivíduos.

V.1.2. Processamentos de Concentração de Leite Integral Coagulado Enzimaticamente.

Foram realizados 3 processamentos de concentração de leite integral coagulado enzimaticamente em batelada: UPLC1 ,UPLC2 e UPLC3, cujas principais características estão a seguir representadas na Tabela 4. Os processamentos receberam a sigla UPLC significando que foram conduzidos na unidade piloto com leite coagulado.

Tabela 4 - Características dos processamentos UPLC1 ,UPLC2 e UPLC3 , realizados na Unidade de Piloto CARBOSEP 2S 37, para concentração em batelada, de leite integral, coagulado enzimaticamente.

Proces-	Condições de Operação				Composição Inicial do Leite, %				
samento	**P**	**T**	**V**	Membrana	proteína	gordura	lactose	sólidos	cinzas
	bar	°C	litro					totais	
UPLC1	4	35	98	M4	2,85	3,8	4,70	11,50	0,74
UPLC2	5	40	180	M6	2,65	3,5	4,90	10,54	0,68
UPLC3	4	35	100	M4	2,73	3,5	4,90	11,43	0,74

P - pressão **T**- temperatura **V** - volume inicial de leite

M4 - peso molecular de corte de 20000 Daltons **M6** - diâmetro médio de poro de 0,08μm

Após cada um dos processamentos foi realizada a limpeza adequada das membranas usadas, conforme descrito no item IV.3.2. , tendo sido recuperadas as permeabilidades originais. Vale a pena ressaltar que a limpeza das membranas após a UF de leite coagulado, foi mais difícil que para leite integral, tendo-se que efetuar mais de um ciclo de limpeza, envolvendo inclusive uma etapa de ataque enzimático.

Esta maior dificuldade de limpeza pode estar associada ao processo de pré-coagulação enzimática do leite, em que moléculas da fração κ-caseína que ajudam a estabilizar externamente as micelas de caseína, são atacadas de forma específica pela renina, ocorrendo a destruição das micelas e posterior polimerização das moléculas de caseína liberadas, com íons cálcio, formando-se um gel ou coágulo.

O estudo deste gel obtido da coagulação por renina, realizado através de microscopia eletrônica de varredura, mostra uma estrutura formada por um retículo bastante poroso, constituído por agregados de micelas de caseína polimerizadas, ligados entre si , apresentando grandes vazios internos, que aumentam à medida que estes agregados ou *clusters* vão se tornando mais densos e elásticos, conforme a temperatura aumenta, resultando numa estrutura mais aberta, com maior permeabilidade (LAGOUEYTE, 1994).

Este tipo de retículo que permite fluxos de permeado maiores, parece também proporcionar, entretanto uma maior incrustação da membrana, visto que pela sua maior porosidade deve reter menos proteínas do soro e sais de cálcio e fósforo, provavelmente levando a um maior grau de obstrução dos poros e canais internos da membrana , aumentando o *fouling* irreversível.

As pressões médias transmembrana utilizadas foram de 4 e 5 bar. As temperaturas utilizadas foram 35 e 40 °C.

A Tabela 5 apresenta um resumo dos resultados obtidos para os processamentos UPLC1 , UPLC2 e UPLC3, de concentração de **leite integral, coagulado enzimaticamente** em batelada , na unidade CARBOSEP 2S 37.

Constam da Tabela 5, os dados obtidos para verificação do desempenho da membrana: tempo de ultrafiltração, **t** ; fluxo de permeado, $\mathbf{J_p}$ e fator de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$; bem como **valores médios** de composições do concentrado e permeado, obtidos através das análises químicas realizadas nas amostras de permeado e concentrado recolhidas no decorrer dos processamentos, tais como as porcentagens de: proteína, lactose, sólidos totais, gordura e cinzas. Estes valores são necessários para a verificação da eficiência da membrana na retenção de determinadas moléculas e principalmente para o cálculo do coeficiente retenção de proteína, $\mathbf{R_p}$.

Tabela 5 - Resumo dos resultados dos Processamentos UPLC1 , UPLC2 e UPLC3 de concentração por ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente na unidade CARBOSEP 2S 37.

PROCESSAMENTO UPLC1 **Unidade CARBOSEP 2S 37** Membrana M4 (20000 Daltons)

P= 4 bar T=35 C V= 98 l 15/01/91

t (min)	Vperm (l)	Jp (l/h.m2)	Fcv	Rp % (a)	Rp % (b)	Proteína % Perm.	Proteína % Conc.	Lactose % Perm.	Lactose % Conc.	Sólidos Totais % Perm.	Sólidos Totais % Conc.	Gordura % Conc.	Cinzas % Perm.	Cinzas % Conc.	ΔP bar %
0,8	5,5	74,9	1,06	96,9	96,5	0,0983	3,2115	4,87	4,50	5,41	12,51	4,0	0,44	0,71	
7,2	17,0	64,9	1,21	95,7	93,8	0,1755	4,0706	4,64	4,41	5,60	16,11	6,0	0,46	0,97	1,0
12,2	27,2	73,7	1,38	96,1	94,2	0,1649	4,2573	4,64	4,45	5,67	15,88	7,0	0,46	0,80	1,0
17,2	35,8	61,9	1,58	96,4	94,2	0,1630	4,5352	4,62	4,23	5,66	16,97	7,8	0,46	0,87	0,7
22,2	44,5	62,1	1,83	96,9	94,3	0,1618	5,1408	4,93	4,36	5,74	18,41	8,5	0,38	0,90	0,7
32,2	62,2	63,8	2,74	97,6	93,7	0,1770	7,4707	4,80	4,06	5,59	23,93	10,5	0,38	1,33	1,2
37,2	69,9	55,2	3,49	97,4	91,8	0,2309	8,9019	4,89	3,59	5,83	29,38	16,5	0,56	1,33	2,2
42,2				97,8	91,3	0,2463	11,0746	4,76	3,38	5,87	33,93		0,57	1,45	2,5

PROCESSAMENTO UPLC2 **Unidade CARBOSEP 2S 37** Membrana M6 (0,08 micron)

P= 4 bar T= 40 C V=180 l 30/11/92

t (min)	Vperm (l)	Jp (l/h.m2)	Fcv	ΔP bar
0,0	0,0		1,0	0,8
4,1	16,3	310,3	1,1	1,0
5,3	20,8	135,8	1,1	1,1
6,3	24,4	123,6	1,2	1,1
8,2	30,8	120,5	1,2	1,0
9,3	34,4	118,0	1,2	1,0
10,7	38,9	114,7	1,3	1,1
14,2	50,5	119,4	1,4	1,1
21,7	70,9	97,7	1,6	1,7
22,3	72,9	115,3	1,7	2,0
26,7	86,1	108,4	1,9	2,0
32,0	107,4	144,8	2,5	3,0
36,6	124,7	136,0	3,3	4,0

PROCESSAMENTO UPLC3 **Unidade CARBOSEP 2S 37** Membrana M4 (20000 Daltons)

P=5 bar T= 35 C V=100 l 11/07/90

t (min)	Vperm (l)	Jp (l/h.m2)	Fcv	Rp % (a)	Rp % (b)	Proteína % Perm.	Proteína % Conc.	Lactose % Perm.	Sólidos Totais % Perm.	Sólidos Totais % Conc.	Gordura % Conc.	ΔP bar %
4,0	11,56	82,3	1,1									
9,0	23,06	69,0	1,3	96,5	95,0	0,136	3,905	4,8	5,56	14,03	5,5	0,7
14,0	31,85	61,6	1,5	96,7	95,0	0,135	4,055	4,9	5,56	14,43	5,8	0,8
19,0	40,23	65,1	1,7				4,765	5,0	5,52	15,58	6,3	0,9
24,0	49,30	67,3	2,0	97,7	94,3	0,154	6,681	5,3	5,53	20,35	8,8	1,2
29,0	58,58	57,3	2,4	98,0	94,6	0,148	7,487	4,9	5,64	22,44	10,8	1,6
34,0	66,80	51,8	3,0	98,4	94,4	0,153	9,705	5,0	5,67	27,03	12,8	2,9

(a) - Coeficiente de Retenção de Proteína , **Rp**, calculado a partir da relação Cp/Cc, onde Cp = concentração de proteína no permeado e Cc = concentração de proteína no concentrado.

(b) - Coeficiente de retenção de proteína, **Rp** , calculado a partir da relação Cp/Ci , onde Cp = concentração de proteína no permeado e Ci = concentração de proteína inicial do leite.

V - Volume inicial de leite coagulado **Vperm** - Volume de permeado retirado

Na Tabela 5 não estão apresentados os valores médios de composições do concentrado e permeado do processamento UPLC2, devido a problemas que ocorreram na conservação das amostras, que inviabilizaram as análises químicas pertinentes.

As Figuras 8 e 9 apresentam respectivamente, as curvas de fluxo de permeado, $\mathbf{J_p}$, versus tempo de ultrafiltração , **t** , e de fluxo de permeado, $\mathbf{J_p}$, versus fator de concentração volumétrica , $\mathbf{F_{cv}}$, obtidas para os 3 processamentos com leite integral coagulado enzimaticamente, na unidade CARBOSEP 2S 37. Tais curvas mostram o desempenho das membranas.

Nas Figuras 8 e 9 observa-se um fluxo de permeado inicial significativamente maior, em torno de 300 $l/h.m^2$, para o processamento UPLC2, no qual se utilizou a membrana de microfiltração M6, com diâmetro médio de poro de 0,08 μm. Os fluxos de permeado iniciais para os processamentos UPLC1 e UPLC3, nos quais se utilizou a membrana de ultrafiltração M4 , com peso molecular de corte de 20000 Daltons, foram bastante inferiores, em torno de 80 $l/h.m^2$.

Após os instantes iniciais, o fluxo de permeado para o processamento UPLC2 caiu drasticamente, para cerca de 130 $l/h.m^2$, tendo então permanecido constante até um fator de concentração volumétrica igual a 2,0, quando apresentou um novo aumento para cerca de 150 $l/h.m^2$. Os fluxos de permeado dos processamentos UPLC1 e UPLC3, não apresentaram uma queda tão pronunciada, estabelecendo-se patamares (que correspondem à formação completa das camadas de polarização por concentração (TONG *et alii*, 1988)) por volta de 60 $l/h.m^2$, os quais mantiveram-se até o término dos processamentos.

Os processamentos UPLC1 e UPLC3 foram interrompidos quando se atingiu um fator de concentração volumétrica em torno de 3,0 a 3,5 , devido ao elevado volume morto da unidade piloto (25 litros) não ter permitido o prosseguimento da operação.

O processamento UPLC2 foi interrompido quando se atingiu um fator de concentração volumétrica em torno de 3,5 , devido à impossibilidade de funcionamento das bombas da unidade piloto CARBOSEP 2S 37 para um maior F_{cv} ,tendo em vista o grande aumento da viscosidade do leite coagulado concentrado.

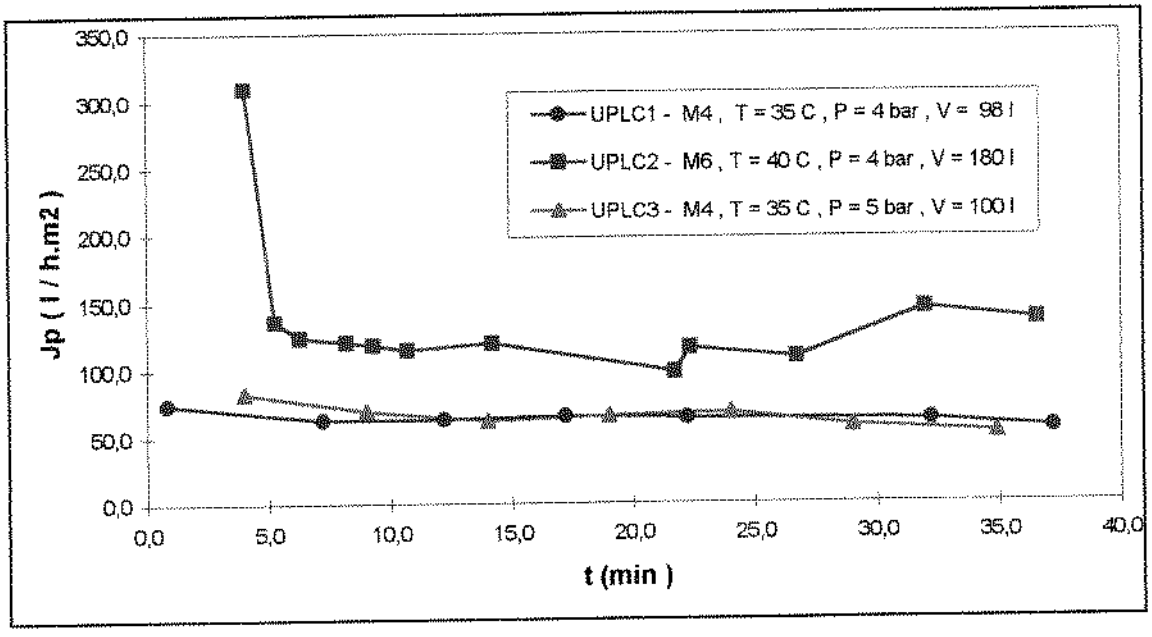

Figura 8 - Curvas de fluxo de permeado, J_p , em l/h.m^2, versus tempo , t , em minutos, para processamentos de concentração de leite integral coagulado enzimaticamente, na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 - peso molecular de corte de 20000 Daltons, M6 - diâmetro médio de poro de 0,08 μm].

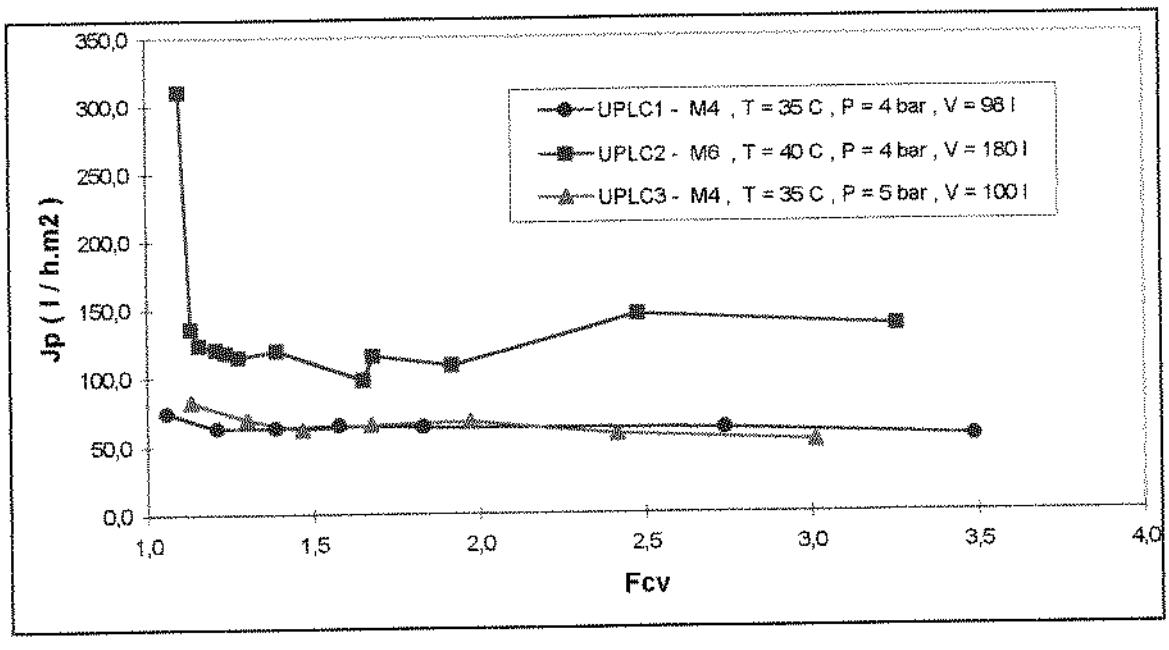

Figura 9 - Curvas de fluxo de permeado, $\mathbf{J_p}$, em l/h.m^2, versus fator de concentração volumétrica , $\mathbf{F_{cv}}$, para processamentos de concentração de **leite integral coagulado enzimaticamente**, na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 - peso molecular de corte de 20000 Daltons, M6 - diâmetro médio de poro de 0,08 μm]

Este aumento de viscosidade exigiu uma maior potência dos motores das bombas e portanto uma corrente cada vez maior, que ao atingir a corrente máxima prevista levou ao desarmamento dos relês responsáveis pela proteção da bombas. Neste caso o volume morto da unidade não foi o fator limitante, pois se partiu de um volume inicial de leite coagulado de 180 litros, bem superior ao volume de 100 litros usado nos outros dois processamentos.

Observando-se a Figura 8, verifica-se que o uso de uma maior pressão no processamento UPLC3 (**5 bar**), não resultou em melhoria no fluxo de permeado. Apenas o fluxo inicial de permeado foi ligeiramente maior.

A membrana de microfiltração M6 apresentou um desempenho superior ao da membrana M4, visto que se conseguiu ultrafiltrar no processamento UPLC2, um volume de leite coagulado quase duas vezes maior que nos demais processamentos (UPLC1 e UPLC3), num tempo de ultrafiltração semelhante, de cerca de 35 minutos, quando se atingiu um fator de concentração volumétrica em torno de 3,0 a 3,5.

O inesperado aumento do fluxo de permeado observado na Figura 9, para o processamento UPLC2 após se atingir o fator de concentração volumétrica de 2,0 , pode ser explicado pela remoção de parte da camada de polarização por concentração, pelo próprio fluido que escoa tangencialmente e que tem sua viscosidade gradualmente aumentada. Este comportamento foi constatado na UF de outros fluidos, tais como suspensões de látex de poli (cloreto de vinila) (LESSA & LIZARDO, 1991) e suspensões de células de leveduras de panificação por Howell[1].

A Figura 10 mostra o comportamento do fator de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$, em relação ao tempo de ultrafiltração , **t** , para os processamentos UPLC1, UPLC2 e UPLC3. Nota-se na Figura 10, curvas muito semelhantes para todos processamentos, o que mostra claramente o melhor desempenho da Membrana M6, já que se atinge fatores de concentração volumétrica semelhantes, em tempos semelhantes, embora se parta de volumes iniciais de leite muito diferentes (180 l e 100 l). A temperatura maior a que foi levado a cabo o processamento UPLC2 também deve ter favorecido o aumento do fluxo de permeado.

---

*[1] HOWELL,J.A.(I Escola Latino Americana de Processos com Membranas).Comunicação pessoal, 1994.

Na Figura 11, apresenta-se a relação entre a queda de pressão nos dois módulos de membrana em série, que compõem a unidade piloto CARBOSEP 2S 37, e o fator de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$, para os processamentos UPLC1 ,UPLC2 e UPLC3. A queda de pressão, representada por : $\Delta \mathbf{P} = \mathbf{P_{entrada}} - \mathbf{P_{saída}}$, correspondente à diferença de pressão entre aquela medida à entrada do primeiro módulo e a medida à saída do segundo módulo de ultrafiltração.

A Figura 11 mostra um aumento crescente da perda de carga com o aumento do F_{cv}, a partir de F_{cv} igual a 1,5 , para todos os processamentos, o que pode corresponder a um valor limite da viscosidade do fluido a este F_{cv}.

A perda de carga para o processamento UPLC2 foi maior, o que pode ser explicado pelas características das partículas de coágulo que formam o meio escoante, visto que para este processamento foi usada a temperatura de 40 °C, na qual começa a ocorrer o fenômeno chamado na fabricação de queijos de cozimento da massa, quando os grânulos de coágulo começam a se tornar mais elásticos, se contraindo e expulsando líquido, formando aglomerados de massa, dificultando o escoamento especialmente nos feixes de membranas e aumentando, portanto, a perda de carga.

Como se observa para o processamento UPLC2 na Figura 10, embora se tivesse partido de um volume inicial de leite de 180 l, que permitiria se chegar a um F_{cv} em torno de 5,0, a unidade piloto só pôde operar até F_{cv} próximo a 3,5 , quando se atingiu uma perda de carga em torno de 4,0 bar (Figura 11) e ocorreu a parada das bombas de alimentação e circulação da unidade, interrompendo-se o processamento.

Tal comportamento parece indicar que uma perda de carga em torno de 4,0 bar seria um valor limite para o funcionamento da unidade. Vale a pena ressaltar que o aspecto do concentrado retirado dos módulos de membranas, correspondeu à descrição feita anteriormente, tendo havido após o processamento UPLC2, uma maior dificuldade na limpeza da unidade, em relação aos outros dois processamentos.

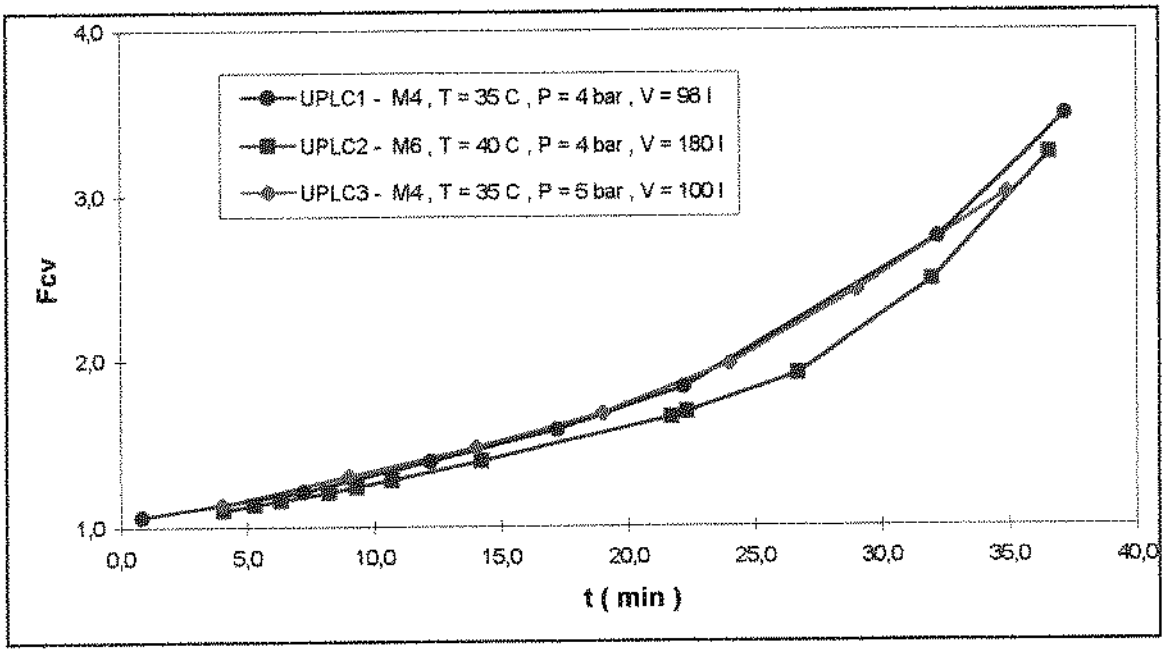

Figura 10 - Curvas do fator de concentração volumétrica, F_{cv}, versus tempo, **t** , em minutos, para processamentos de concentração de **leite integral coagulado enzimaticamente**, na unidade piloto CARBOSEP 2S37. [M4 - peso molecular de corte de 20000 Daltons, M6 - diâmetro médio de poro de 0,08 μm]

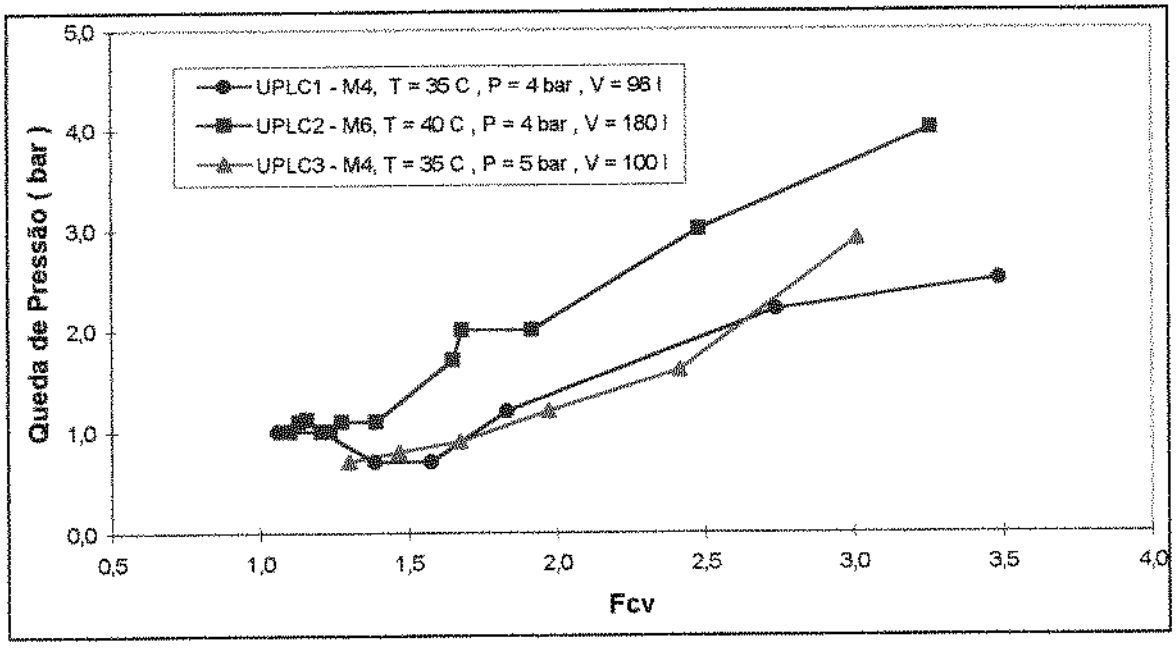

Figura 11 - Curvas de queda de pressão ($\Delta P = P_{entrada} - P_{saída}$), versus fator de concentração volumétrica, F_{cv} , para processamentos de concentração de **leite integral coagulado enzimaticamente**, na unidade piloto CARBOSEP 2S37. [M4 - peso molecular de corte de 20000 Daltons, M6 - diâmetro médio de poro de 0,08 μm]

A observação da Tabela 5, mostra que o coeficiente de retenção de proteína, $\mathbf{R_p}$, tanto definido pela fórmula (a), que aumenta com o aumento de F_{cv}, como pela fórmula (b), que diminui com o aumento de F_{cv}, apresenta valores bastante semelhantes para os processamentos UPLC1 e UPLC3 .

Os valores do coeficiente de retenção de proteína obtidos para os processamentos UPLC1 e UPLC3, que variaram de 96 a 98% quando calculados pela fórmula (a) e de 92 a 96% quando calculados pela fórmula (b), embora sejam inferiores aos obtidos para o leite integral, mostraram também uma boa eficiência de separação da membrana M4 para o leite integral coagulado enzimaticamente.

Esta diminuição da retenção de proteína observada para o leite coagulado, quando comparada com a obtida para o leite, decorre sem dúvida das diferenças existentes entre as camadas de polarização por concentração formadas nos dois casos.

Os valores de porcentagens de lactose e sólidos totais, para os permeados dos processamentos UPLC1 e UPLC3, situaram-se respectivamente em torno de 5,0% e de 5,5%.

Da literatura (RENNER & ABD EL-SALAM, 1991) tem-se que permeados de UF de leite integral apresentam valores médios de 4,5% para lactose; 5,4% para sólidos totais.

Portanto, os valores obtidos para porcentagens de sólidos totais estão dentro da faixa esperada para permeados de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente, visto que os valores devem estar próximos aos obtidos para permeados de UF de leite integral, já que o pH do leite coagulado foi mantido na faixa de 6,6 a 6,7 , não havendo como ocorre na coagulação ácida, a liberação de sais de fósforo e potássio complexados à caseína, que aumentaria o teor de sólidos totais do permeado.

A lactose por apresentar um coeficiente de rejeição aproximadamente igual a zero e não ser afetada pelo processo de coagulação deve apresentar concentrações muito parecidas para o leite original e o permeados de UF de leite ou leite coagulado.

Os valores do coeficiente de retenção de proteína e porcentagens de lactose e sólidos totais para o permeado do processamento UPLC2 não puderam ser calculados, devido a problemas ocorridos na conservação das amostras recolhidas.

A gordura foi totalmente retida no concentrado.

V.1.3. Processamentos de Ultrafiltração de Leite Integral Coagulado Enzimaticamente, Sem Concentração (F_{cv} igual a 1,0).

Além dos processamentos de concentração já descritos, foram também realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37, processamentos de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente, **sem concentração**, ou seja com $\mathbf{F_{cv}}$ **igual a 1,0** , com a finalidade de se verificar o efeito da pressão no fluxo de permeado.

Os processamentos foram realizados às pressões de 3 , 4 e 5 bar e à temperatura de 35 °C. Estes processamentos, denominados respectivamente processamento UPLC4a , processamento UPLC4b e processamento UPLC4c, juntos compõem o processamento UPLC4.

Os processamentos foram realizados, um após o outro, sem limpeza intermediária das membranas, recirculando-se o permeado e o concentrado por 55 minutos a 3 bar para o processamento UPLC4a, 30 minutos a 4 bar para o processamento UPLC4b e 30 minutos a 5 bar para o processamento UPLC4c. Portanto, só para o processamento UPLC4a, as membranas estavam limpas. Utilizou-se em todos processamentos a membrana M4 de 20000 Daltons de peso molecular de corte.

A Tabela 6 apresenta os dados obtidos para o processamento UPLC4, de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente, com F_{cv} igual a 1,0 , necessários para verificação do desempenho da membrana, tais como tempo de ultrafiltração, **t** ; fluxo de permeado , $\mathbf{J_p}$; fator de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$, bem como **valores médios** de composições do concentrado e permeado, obtidos por meio das análises químicas realizadas a partir das amostras de permeado e concentrado recolhidas no decorrer dos experimento, tais como as porcentagens de proteína, lactose e sólidos totais, necessários para a verificação da eficiência da membrana na retenção de determinadas moléculas e principalmente visando o cálculo coeficiente de retenção de proteína, $\mathbf{R_p}$, que foi realizado através da fórmula (a).

Tabela 6 - Resumo dos resultados do Processamento UPLC4 , de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente na unidade CARBOSEP 2S 37 , sem concentração (Fcv igual a 1,0), para pressões de 3, 4 e 5 bar (Processamentos UPLC4a, UPLC4b e UPLC4c), sem limpeza intermediária da membrana.

PROCESSAMENTO UPLC4a - Unidade CARBOSEP 2S37 pH = 6,6
P= 3 bar Membrana M4 (20000 Daltons) **Fcv = 1,0** V=75,0 l
T= 35 C 29/09/90

t	t'	Vperm'	Qp (*)	Jp	ΔP	Rp (**)	% Proteína		% Lactose		% Sólidos Totais	
(min)	(s)	(g)	(l/h)	(l/h.m2)	bar	(%)	Perm.	Conc.	Perm.	Conc.	Perm.	Conc.
0,0	30,0	701,5	84,2	50,4	1,0	81,1	0,204		4,81	5,07	5,21	12,33
10,0	30,0	576,5	69,2	41,4	1,0							
20,0	30,0	550,4	66,0	39,5	1,0	88,4	0,252	2,174	4,94	4,82	4,94	14,31
25,0	30,0	534,3	64,1	38,4	1,0							
35,0	30,0	535,0	64,2	38,4	1,0	93,3	0,238	3,543	5,19	5,02	5,34	14,56
40,0	30,0	540,0	64,8	38,8	1,0							
55,0	30,0	536,0	64,3	38,5	1,0	90,0	0,203	2,029	4,98	4,74	5,22	14,02

PROCESSAMENTO UPLC4b - Unidade CARBOSEP 2S37 pH = 6,6
P= 4 bar Membrana M4 (20000 Daltons) **Fcv = 1,0** V=75,0 l
T= 35 C 29/09/90

t	t'	Vperm'	Qp (*)	Jp	ΔP	Rp (**)	% Proteína		% Lactose		% Sólidos Totais	
(min)	(s)	(g)	(l/h)	(l/h.m2)	bar	(%)	Perm.	Conc.	Perm.	Conc.	Perm.	Conc.
55,0	30,0	660,0	79,2	47,4	1,0		0,183		5,02	4,95	4,89	13,72
70,0	30,0	666,4	80,0	47,9	1,0	96,3	0,147	3,985	4,86	5,28	5,14	14,29
85,0	30,0	667,0	80,0	47,9	1,0	94,1	0,216	3,661	4,9	5,31	4,65	14,21

PROCESSAMENTO UPLC4c - Unidade CARBOSEP 2S37 pH = 6,6
P= 5 bar Membrana M4 (20000 Daltons) **Fcv = 1,0** V=75,0 l
T= 35 C 29/09/90

t	t'	Vperm'	Qp (*)	Jp	ΔP	Rp (**)	% Proteína		% Lactose		% Sólidos Totais	
(min)	(s)	(g)	(l/h)	(l/h.m2)	bar	(%)	Perm.	Conc.	Perm.	Conc.	Perm.	Conc.
85,0	30,0	774,0	92,9	55,6	1,0		0,186	4,152	5,02	4,95	5,17	12,03
100,0	30,0	761,0	91,3	54,7	1,0	96,0	0,159	3,935	4,86	5,28	4,80	12,57
115,0	30,0	736,0	88,3	52,9	1,0	95,3	0,185	3,941	4,90	5,31	4,80	22,79

(*) - a vazão de permeado Qp, foi calculada a partir dos volumes de permeado **Vperm'** coletados nos intervalos de tempo **t'** , indicados na tabela. A medida da vazão foi realizada nos tempos **t** do processamento UPLC4. A vazão é um valor instantâneo e não médio.

(**) - calculado pela fórmula (a) : Rp = 1- (Cp/Ci)

A Figura 12 apresenta os resultados obtidos de fluxo de permeado , J_p , versus o tempo de ultrafiltração, **t** , para o processamento UPLC4, de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente, com F_{cv} igual a 1,0 , utilizando-se a membrana M4 e pressões de 3, 4 e 5 bar .

Na Figura 12 observa-se que o processamento UPLC4a, devido à membrana estar limpa e não ter sido ainda formada a camada de polarização por concentração, foi o único a ter o fluxo de permeado inicial determinado (50 $l/h.m^2$). O fluxo de permeado do processamento UPLC4a decresceu com o tempo de ultrafiltração, atingindo um patamar de 40 $l/h.m^2$, aos 20 minutos de ultrafiltração.

Após os 55 minutos do processamento UPLC4a, aumentou-se a pressão para 4 bar, iniciando-se o processamento UPLC4b, atingindo-se de imediato um fluxo de permeado de 48 $l/h.m^2$, que se manteve-se constante até o final deste processamento, que teve a duração de 30 minutos.

Elevou-se então novamente a pressão para 5 bar , iniciando-se processamento UPLC4c, que promoveu um novo incremento no fluxo de permeado, atingindo-se um patamar de 55 l/h.m2, desta vez não tão estável, já que diminuiu ligeiramente até o término do processamento, que se deu após 30 minutos de recirculação do permeado e do concentrado.

Os dados apresentados na Figura 12 mostram claramente as fases de formação do *fouling* inicial e da camada de polarização por concentração para o processamento UPLC4a, com o decaimento drástico do fluxo inicial, seguido pelo estabelecimento de um patamar. Nos processamentos UPLC4b e UPLC4c só se observaram patamares porque o *fouling* e a camada de polarização por concentração já haviam sido desenvolvidos no processamento UPLC4a. No processamento UPLC4c verificou-se um novo decaimento do fluxo, comportamento que deve ser resultante do acentuamento do *fouling* da membrana e compactação da camada de polarização.

A Figura 12 mostra também a influência da pressão no processo de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente, visto que o aumento da pressão resultou, nos casos considerados em que F_{cv} se manteve igual a 1,0 , em um aumento do fluxo de permeado .

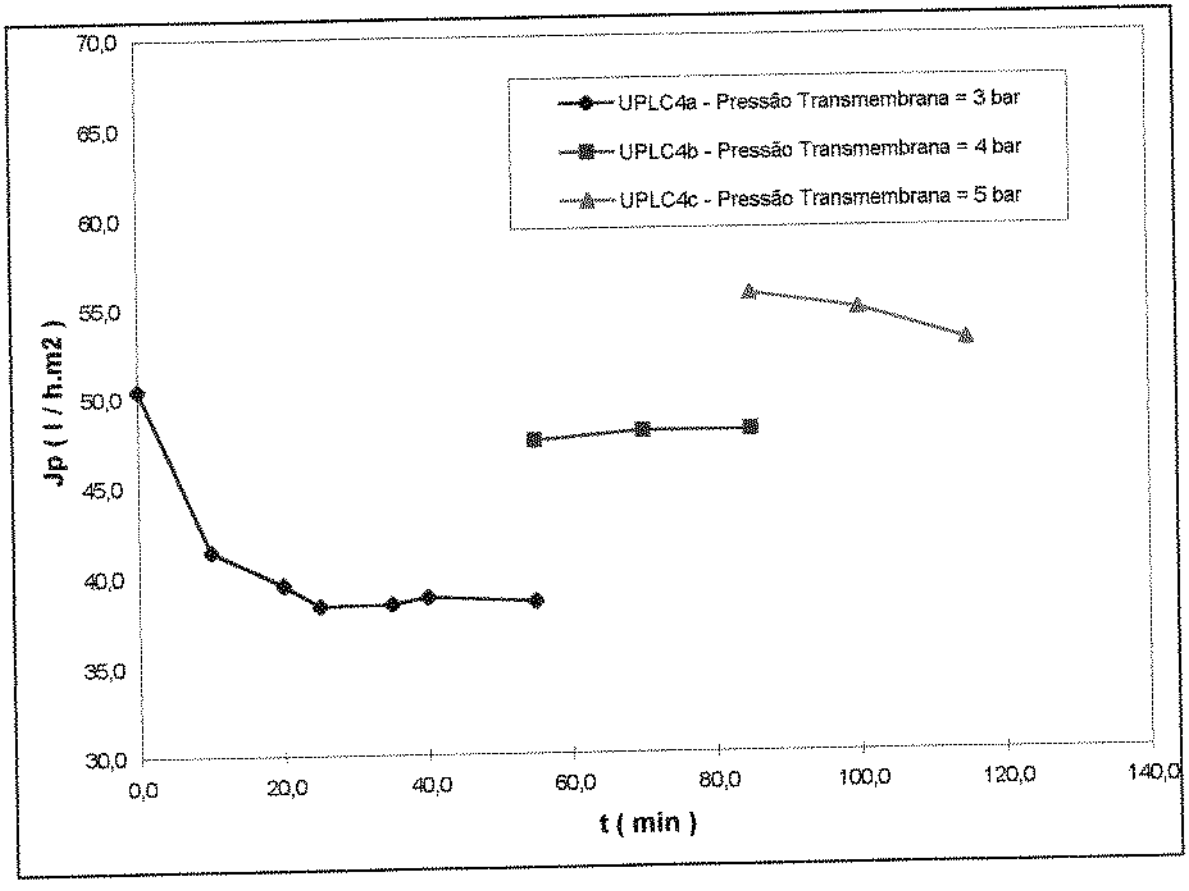

Figura 12 - Curvas de fluxo de permeado, J_p , versus o tempo de ultrafiltração, **t** , para os processamentos: **UPLC4a (3 bar, 35 °C) , UPLC4 b (4 bar, 35 °C) e UPLC4c (5 bar, 35°C),** de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente, com F_{cv} igual a 1,0 (sem concentração e sem limpeza intermediária), utilizando membrana **M4** (20000 Daltons), na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. **V** = 75,0 l.

V.1.4. Comparação entre os Processamentos de Concentração por Ultrafiltração em Batelada, de Leite Integral e Leite Integral Coagulado Enzimaticamente, Realizados na Unidade Piloto CARBOSEP 2S 37.

As Figuras 13, 14 e 15, mostram respectivamente curvas de: fluxo de permeado, J_p , versus tempo, **t** ; de fluxo de permeado , J_p , versus fator de concentração volumétrica, F_{cv} e do fator de concentração volumétrica, F_{cv} , versus tempo , **t** , para os processamentos de concentração de **leite integral** e **leite integral coagulado enzimaticamente**, realizados na

unidade piloto de ultrafiltração CARBOSEP 2S 37, utilizando-se as membranas CARBOSEP M4 (20000 Daltons) e M6 (0,08 μm).

Nas Figuras 13 e 14, observa-se o significativo aumento do fluxo de permeado, quando se utilizou leite integral coagulado enzimaticamente, em comparação com leite integral, especialmente para a **membrana M6** (0,08 μm).

Na Figura 15 tal fato pode ser observado com mais facilidade, visto que para o processamento UPLC2, no qual se usou leite coagulado, a membrana M6, a pressão de 4 bar e um volume inicial de leite 180 litros, se conseguiu atingir um F_{cv} em torno de 3,5 , em 35 minutos, menos de um terço do tempo de 110 minutos gasto para processamento UPL3, realizado com leite integral, a membrana M4, uma maior pressão (5 bar), uma temperatura maior (55 °C) e o mesmo volume inicial.

Pode-se verificar também o melhor desempenho da membrana M6 na UF de leite coagulado, em relação à membrana M4, visto que para os processamentos UPLC1 e UPLC2, realizados respectivamente com as membranas M4 e M6, ambos à pressão de 4 bar e temperaturas semelhantes, obteve-se o mesmo F_{cv} , no mesmo tempo, embora se tenha partido de um volume inicial de leite coagulado de 98 litros para o processamento UPLC1 e de 180 litros para o processamento UPLC2.

Este aumento do fluxo de permeado para o leite coagulado, está sem dúvida ligado às características da camada de polarização por concentração formada pelo leite coagulado, que trata-se inicialmente de um denso recobrimento de micelas de caseína justapostas, que depois se transforma em um retículo formado por cadeias de agregados protéicos de alta porosidade. O estudo do aspecto desta camada realizado por microscopia eletrônica de varredura, realizado por diversos autores (ATTIA et alii,1991a; ATTIA et alii, 1991b e ATTIA et alii, 1993), para leite coagulado e membranas minerais de alumina de diâmetro médio de poro de 0,2 μm e 0.8 μm , confirma a formação da estrutura de agregados protéicos de alta porosidade, descrita acima.

A realização de um estudo da camada de polarização formada para o leite coagulado e as membranas CARBOSEP usadas neste trabalho seria bastante interessante, mas envolveria a destruição das membranas, não disponíveis na ocasião.

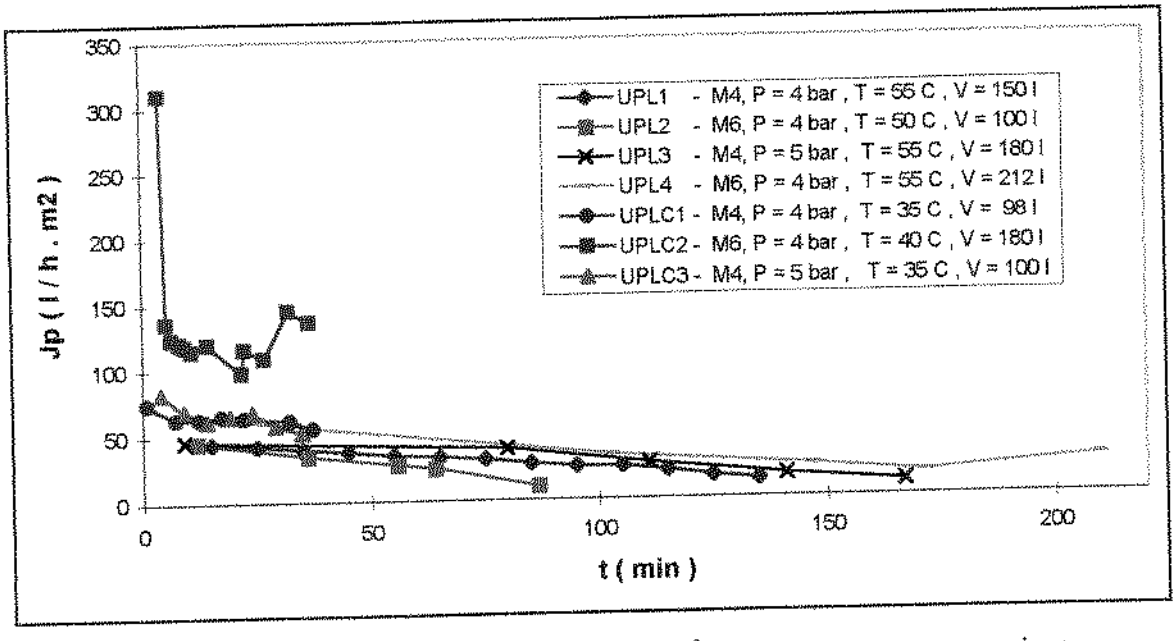

Figura 13 - Curvas de fluxo de permeado, J_p , em l/h.m^2, versus tempo , **t** , em minutos, para os processamentos de concentração em batelada, de **leite** e **leite coagulado**, realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37.[M4 - peso molecular de corte: 20000 Daltons, M6 - diâmetro médio de poro :0,08 μm].

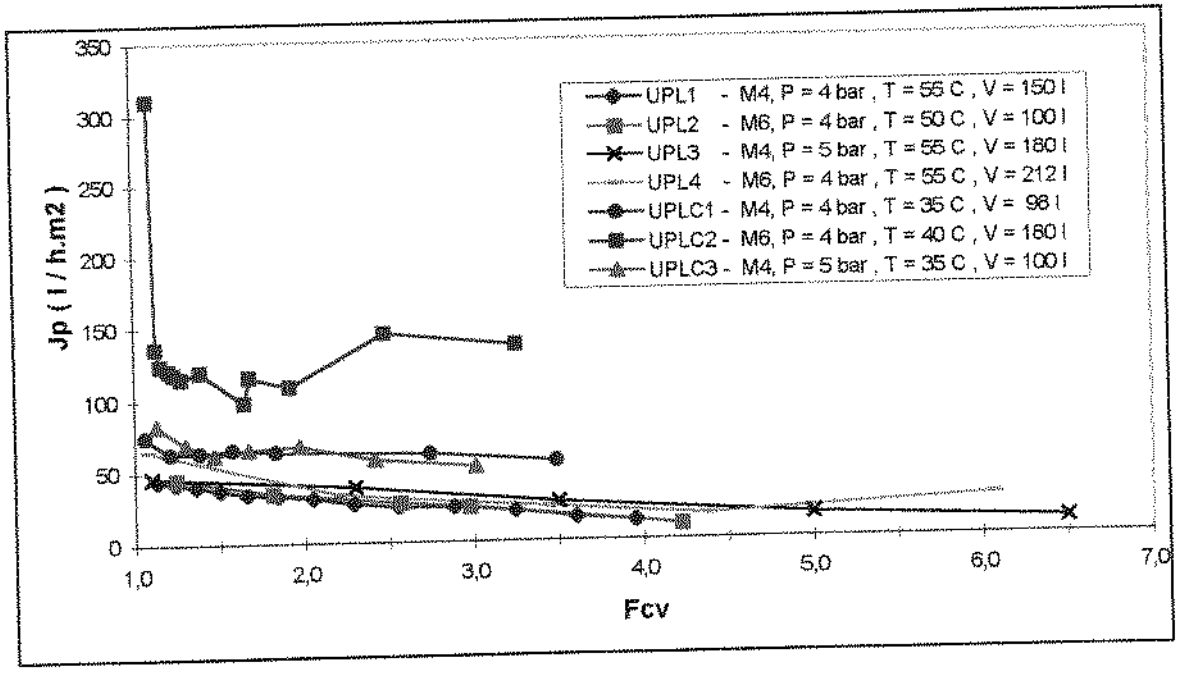

Figura 14 - Curvas de fluxo de permeado, J_p , em l/h.m^2, versus fator de concentração volumétrica , F_{cv} , para os processamentos de concentração em batelada, de **leite** e **leite coagulado** , realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 - peso molecular de corte: 20000 Daltons, M6 - diâmetro médio de poro :0,08 μm].

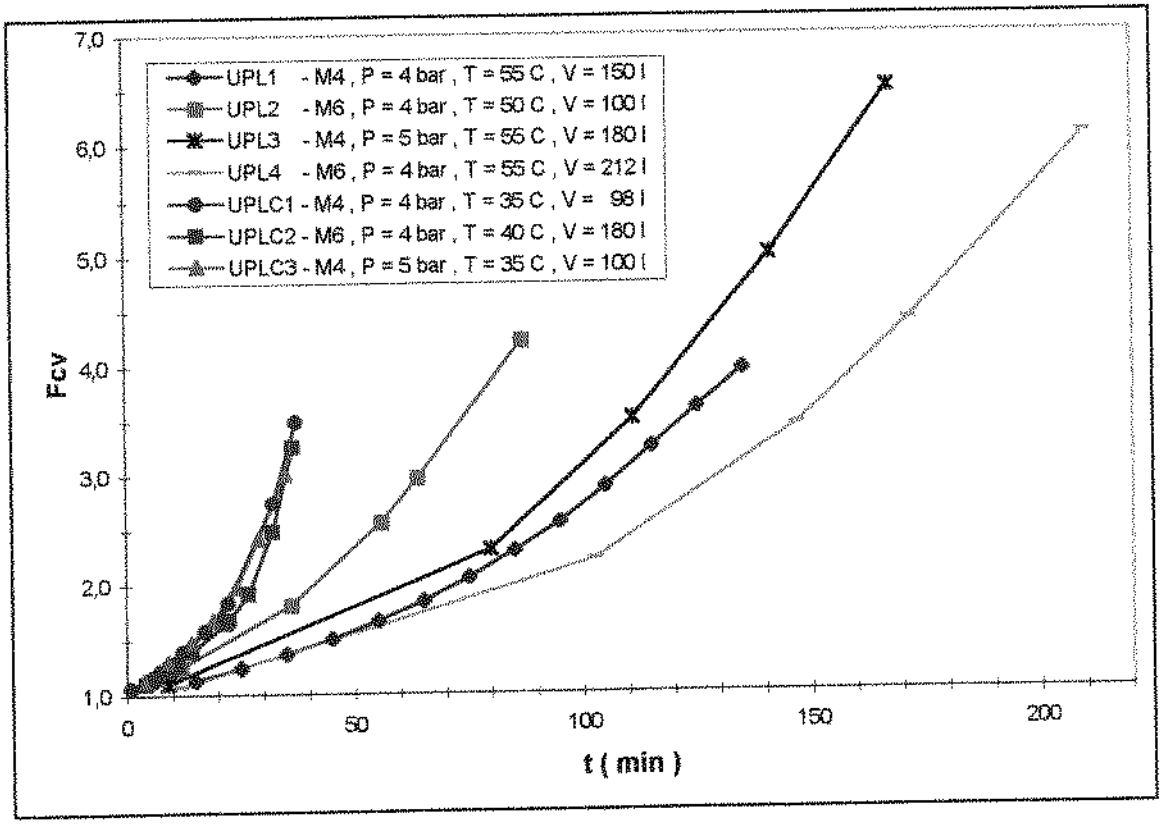

Figura 15 - Curvas do fator de concentração volumétrica, F_{cv}, versus tempo, **t** , em minutos, para os processamentos de concentração em batelada, de **leite** e **leite coagulado** , realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 - peso molecular de corte de 20000 Daltons, M6 - diâmetro médio de poro de 0,08 μm]

Para se facilitar a visualização e a comparação entre os processamentos com leite integral e leite integral coagulado enzimaticamente, escolheram-se 4 processamentos com volumes iniciais de leite semelhantes (em torno de 100 l): 2 para leite integral (UPL1 e UPL2) e 2 para leite integral coagulado enzimaticamente (UPLC1 e UPLC3). Escolheram-se processamentos em que se tivesse variado a pressão e a membrana utilizada.

As Figuras 16, 17 e 18 trazem respectivamente as mesmas curvas apresentadas nas Figuras 13, 14 e 15, mas agora só para os 4 processamentos escolhidos.

As Figuras 16 e 17 mostram fluxos de permeado muito menores para o leite integral, sendo da ordem de 80 $l/h.m^2$ para o leite coagulado e 45 $l/h.m^2$ para o leite. Vale a pena lembrar que nas figuras em questão está se considerando para o leite coagulado apenas a membrana M4, que apresentou um menor desempenho que a M6.

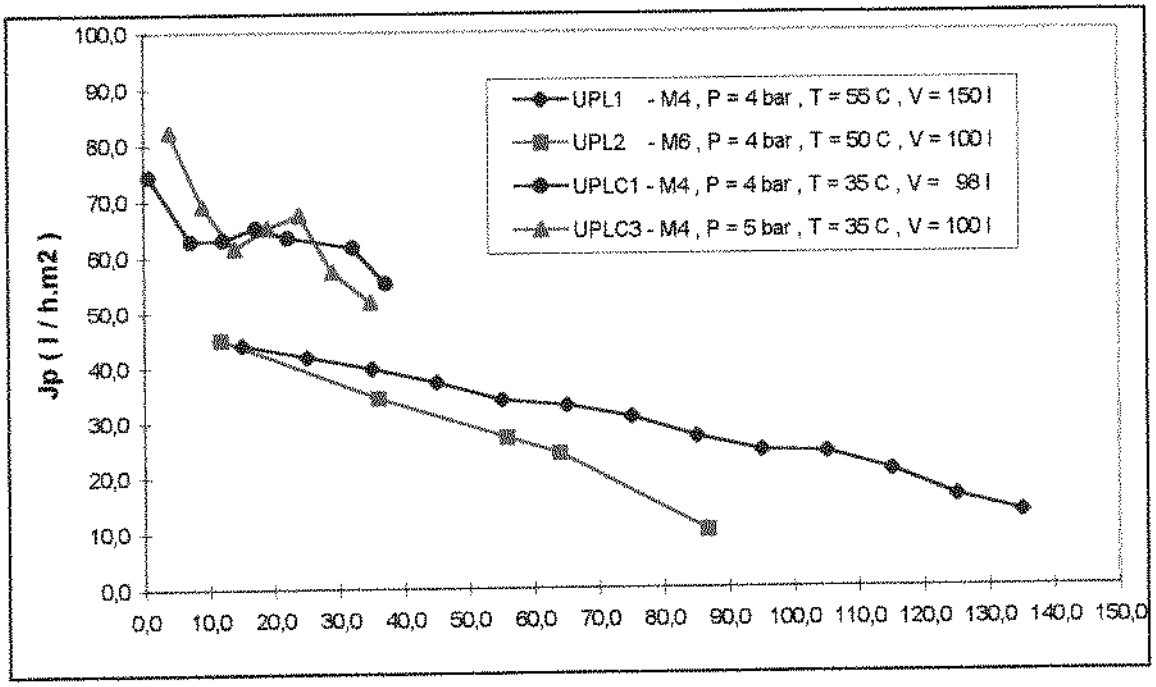

Figura 16 - Curvas de fluxo de permeado, J_p , em l/h.m^2, versus tempo, **t** , em minutos, para os processamentos de concentração em batelada de **leite**: UPL1 e UPL2 e de **leite coagulado**: UPLC1 e UPLC3, realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 - 20000 Daltons, M6 - 0,08 μm].

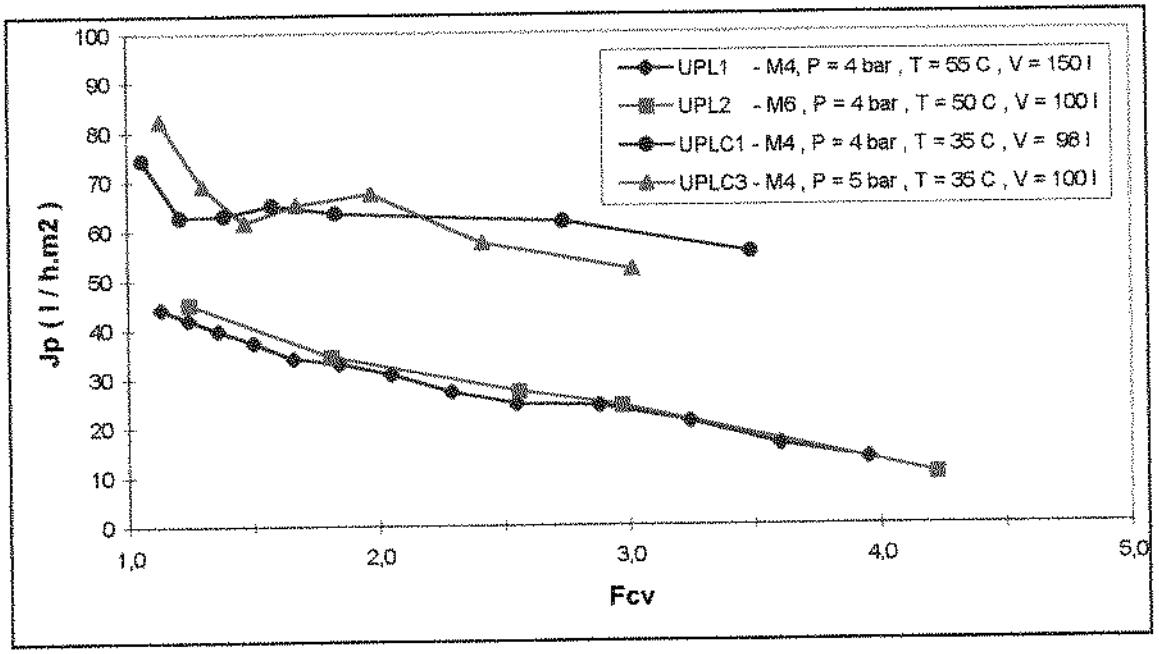

Figura 17 - Curvas de fluxo de permeado, J_p , em l/h.m^2 , versus fator de concentração volumétrica, F_{cv} , para os processamentos de concentração em batelada de **leite**: UPL1 e UPL2 e de **leite coagulado**: UPLC1 e UPLC3, realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 - 20000 Daltons, M6 - 0,08 μm].

Vale a pena observar também na Figura 17, que para os processamentos com leite, verificou-se um decaimento progressivo do fluxo de permeado (o fluxo diminui de 45 até 10 $l/h.m^2$), significando um aumento do *fouling* da membrana durante a concentração. Este decaimento foi muito menos drástico para o leite coagulado (o fluxo diminui de 75 até 60 $l/h.m^2$), verificando-se uma região em que se forma um patamar, na qual a camada de polarização por concentração deve estar completamente desenvolvida e ainda não sofreu o processo de compactação. Sem dúvida, este comportamento distinto é conseqüência das diferenças de constituição das camadas de polarização, para o leite e para o leite coagulado.

Visto que as curvas do fator de concentração volumétrica , $\mathbf{F_{cv}}$, versus tempo, **t** , são coincidentes para a UF do leite coagulado com a membrana M4 (UPLC1 e UPLC3), verifica-se na Figura 18, que a utilização de maior pressão não aumentou o fluxo de permeado. Este comportamento indica que no caso dos processamentos de **concentração** realizados, o aumento de pressão não refletiu em aumento do fluxo de permeado, que foi observado no processamento UPLC4, possivelmente por uma maior compactação da camada de polarização.

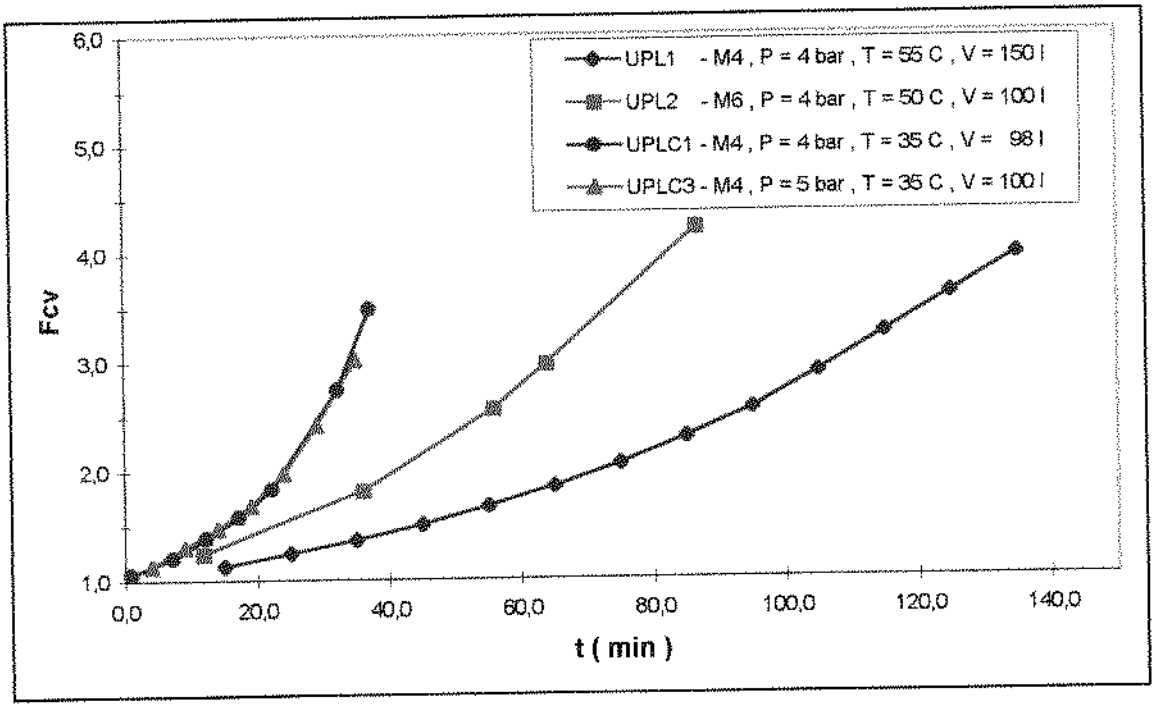

Figura 18 - Curvas do fator de concentração volumétrica , $\mathbf{F_{cv}}$, versus tempo, **t** , em minutos, para os processamentos de concentração em batelada de **leite**: UPL1 e UPL2 e de **leite coagulado**: UPLC1 e UPLC3, realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 - 20000 Daltons, M6 - 0,08 μm].

A Figura 19, apresenta curvas do coeficiente de retenção de proteína, $\mathbf{R_p}$, versus o fator de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$, para os processamentos UPL1, UPLC1 e UPLC3 , todos realizados com a membrana M4 e mostra um melhor coeficiente de retenção de proteína para o leite integral que variou de 95 a 97%. Para o leite coagulado o coeficiente de retenção de proteína ficou em torno de 94 a 95%. Esta diferença observada era esperada e é conseqüência da camada de polarização por concentração formada ser mais fechada para o leite. O uso de uma pressão maior para o leite integral coagulado enzimaticamente, melhorou um pouco o coeficiente de retenção de proteína, $\mathbf{R_p}$, pois deve ter causando uma maior compactação da camada de polarização, que aumenta a seletividade da membrana, mas em contrapartida diminui o fluxo de permeado.

A Figura 20 apresenta a porcentagem de sólidos totais no permeado, versus o fator de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$ A porcentagem de sólidos totais variou entre 5,0 e 5,8 % no decorrer dos processamentos, ficando praticamente a mesma (em torno de 5,6%) para todos processamentos a partir de F_{cv} igual a 3,0, quando as camadas de polarização por concentração e o *fouling* devem estar completamente desenvolvidos.

A literatura (RENNER & ABD EL-SALAM, 1991) apresenta o valor médio de porcentagem de sólidos totais para permeados de ultrafiltração de leite integral de cerca de 5,4%.

A diferença na porcentagem de sólidos totais observada na fase inicial do processamento UPL2, com leite integral, parece indicar problemas ocorridos na coleta da amostra ou na execução dos ensaios analíticos pois os valores obtidos estão bastante abaixo dos esperados.

Para os processamentos com leite coagulado, os valores de porcentagem de sólidos totais no permeado foram um pouco acima dos esperados para leite integral, resultado explicado por uma menor retenção de proteínas que ocorre para o leite coagulado, devido às diferenças da camada de polarização por concentração formada (fluxo de permeado maior e coeficiente de retenção de proteína menor).

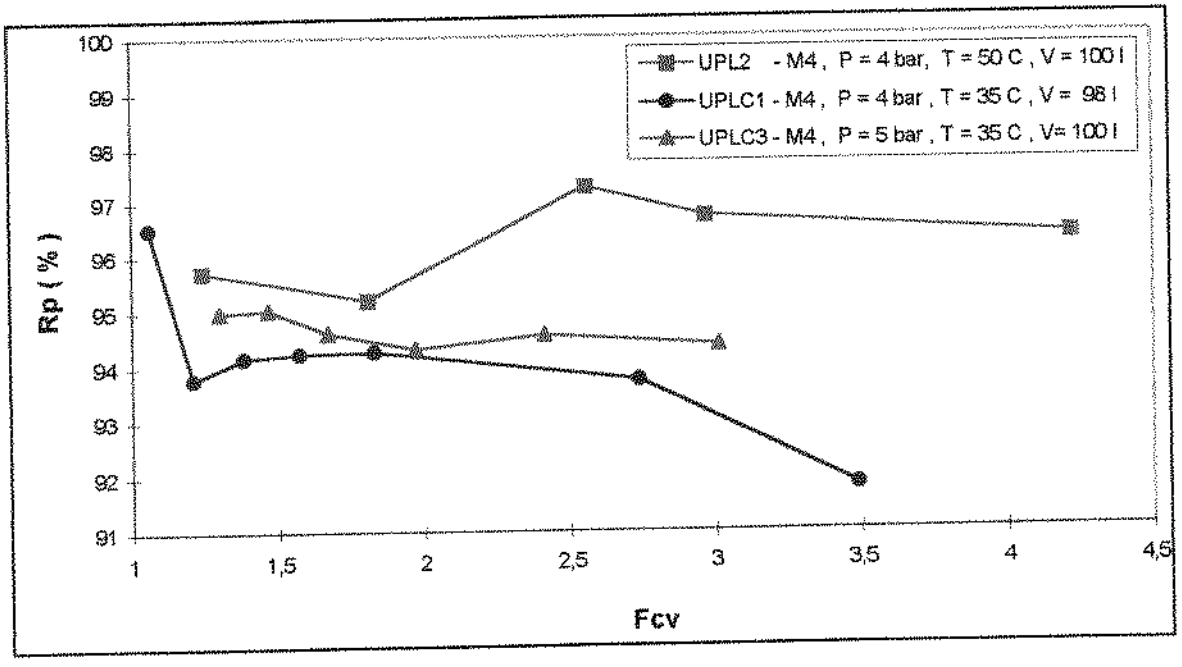

Figura 19 - Curvas do coeficiente de retenção de proteína, $\mathbf{R_p}$, versus o fator de concentração volumétrica $\mathbf{F_{cv}}$, para os processamentos de concentração em batelada: UPL1 (**leite**), UPLC1 e UPLC3 (**leite. coagulado**), realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37, com a membrana M4 de 20000 Daltons.

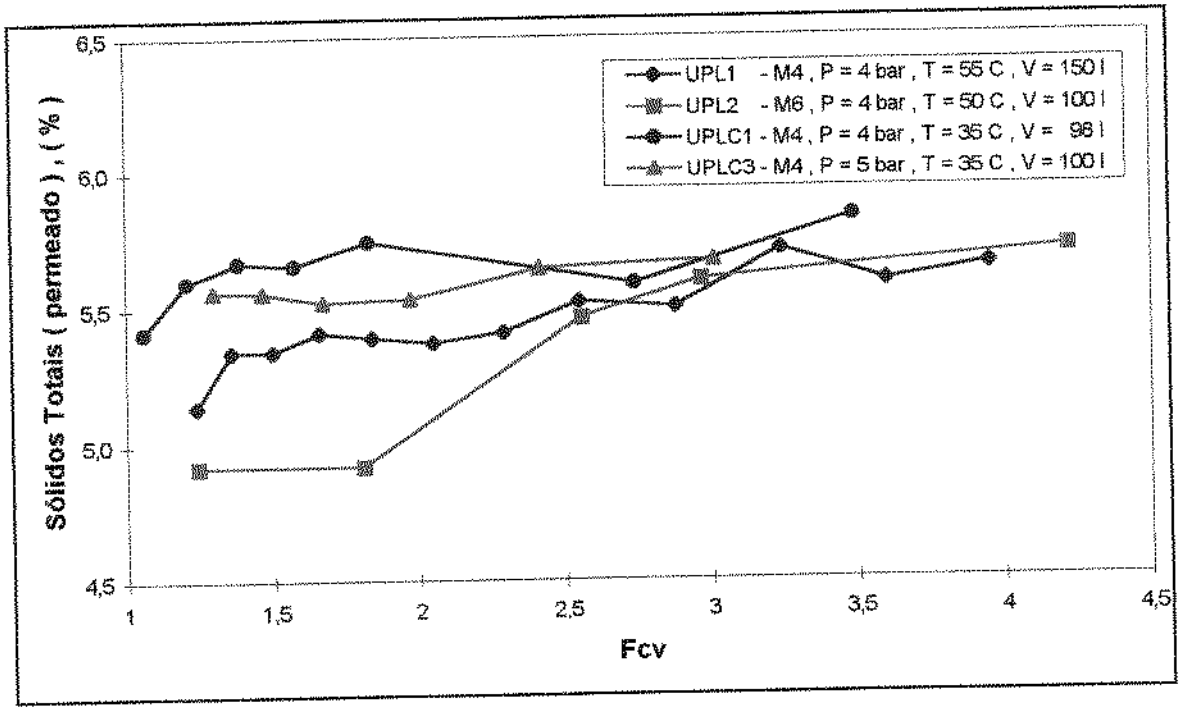

Figura 20 - Curvas de porcentagem de sólidos totais, no permeado , versus fator de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$,para os processamentos de concentração em batelada de **leite**: UPL1 e UPL2 e de **leite coagulado**: UPLC1 e UPLC3, realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37. [M4 - 20000 Daltons, M6 - 0,08 μm].

V.2. Processamentos de Concentração de Leite Integral Coagulado Enzimaticamente, Realizados na Unidade de Bancada MICROCARBOSEP 40.

Na unidade de ultrafiltração de bancada MICROCARBOSEP 40, foram realizados oito processamentos de concentração de leite integral coagulado enzimaticamente com renina. Esta unidade apresenta como vantagens, em relação à unidade piloto, um menor volume de leite necessário à operação e uma maior gama de porosidades de membranas.

Como para a unidade piloto só se dispunha das membranas CARBOSEP M4 e M6, para se realizar um estudo mais extenso com relação à influência da porosidade da membrana na eficiência e desempenho do processo de UF de leite coagulado, foram escolhidas dentre às membranas disponíveis, três membranas de ultrafiltração CARBOSEP: M8 , M3 e M9 , respectivamente com pesos moleculares médios de corte de: 50000 , 150000 e 300000 Daltons e três membranas de microfiltração CARBOSEP: M6 , M14 e M45 , respectivamente com diâmetro médio de poro de 0,08 μm , 0,14 μm e 0,45 μm.

Para todos os processamentos foi utilizado o pH natural do leite, em torno de 6,6 a 6,7 , não tendo sido verificadas variações significativas do pH no decorrer dos processamentos.

Os processamentos foram realizados à temperatura de 35 °C. Esta temperatura foi escolhida com o objetivo de proporcionar um bom desempenho à membrana, visto que embora o aumento da temperatura favoreça o aumento de fluxo de permeação, uma temperatura maior levaria, para o leite integral coagulado enzimaticamente, a um cozimento da massa, com a formação de grumos elásticos, conferindo ao fluido características reológicas que dificultariam seu escoamento através da unidade de ultrafiltração.

As pressões médias transmembrana utilizadas foram de 3 e 5 bar.

A velocidade de escoamento tangencial na membrana tubular foi de 1,2 m/s para todos processamentos, tendo sido limitada a este valor, considerado inferior ao adequado que deveria estar na faixa dos 4 a 5 m/s, por ser a máxima velocidade possível de ser fornecida pela bomba de deslocamento positivo, tipo Nemo, disponível para utilização. Quanto maior

for a velocidade de escoamento tangencial, menor será a espessura da camada de polarização por concentração formada, implementando-se o fluxo de permeado.

Vale a pena ressaltar que tais processamentos foram realizados em datas diferentes, o que leva a uma variação às vezes significativa da composição da matéria-prima , ou seja do leite obtido de plantel holandês, que embora tenha sido fornecido sempre pela mesma empresa (Pecuária Anhumas), apresenta como característica inerente a sazonalidade de composição decorrente das estações do ano e de outras origens.

A Tabela 7, a seguir, apresenta as principais características dos 8 processamentos de concentração de leite integral coagulado em batelada, realizados na unidade de ultrafiltração de bancada MICROCARBOSEP 40. Os processamentos receberam a sigla UBLC, significando que foram conduzidos na unidade bancada com leite coagulado.

Tabela 7. - Características dos processamentos de concentração em batelada de leite integral coagulado enzimaticamente, realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40, utilizando-se membranas de ultrafiltração com vários pesos moleculares de corte (em Daltons) e membranas de microfiltração com vários diâmetros médios de poro (em μm).

Processamento	Condições de Operação				Composição Inicial do Leite, %				
	P bar	**T** °C	**V** ml	Membrana (porosidade)	proteína	gordura	lactose	sólidos totais	cinzas
UBLC1	3	35	1920	M45 (0,45 mícron)	2,94	3,3	4,56	11,46	0,75
UBLC2	3	35	1766	M14 (0,14 mícron)	2,84	3,2	4,58	11,22	0,68
UBLC3	3	35	1916	M6 (0,08 mícron)	3,01	3,4	4,98	12,08	0,73
UBLC4	3	35	2014	M9 (300000 Daltons)	2,98	3,5	4,84	11,46	0,69
UBLC5	3	35	1867	M3 (150000 Daltons)	3,03	3,3	4,76	11,28	0,72
UBLC6	3	35	1800	M8 (50000 Daltons)	3,03	3,3	4,76	11,75	0,73
UBLC7	5	35	1761	M8 (50000 Daltons)	2,98	3,5	4,84	11,85	0,74
UBLC8	5	35	1780	M6 (0,08 mícron)	3,02	3,5	4,76	11,35	0,70

P- pressão **T** - temperatura **V** - volume inicial de leite coagulado

A Tabela 8 apresenta um resumo dos resultados obtidos para os processamentos de concentração por ultrafiltração em batelada, de leite integral coagulado enzimaticamente, realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.

Constam da Tabela 8, os dados obtidos para verificação do desempenho da membrana, tais como tempo de ultrafiltração , **t** ; fluxo de permeado , $\mathbf{J_p}$; fator de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$; bem como **valores médios** de composições percentuais do **permeado,** obtidos através das análises químicas realizadas a partir das amostras de permeado, recolhidas no decorrer dos processamentos, tais como: as porcentagens de proteína, lactose, sólidos totais, gordura, cinzas e nitrogênio não-protéico nitrogênio. Estes valores são necessários para a verificação da eficiência da membrana na retenção de determinadas moléculas e principalmente para o cálculo do coeficiente retenção de proteína, $\mathbf{R_p}$.

Na Tabela 8 estão apresentados os dados das análises químicas apenas para o permeado, devido à impossibilidade de se amostrar o concentrado, já que o volume necessário de concentrado para se realizar as análises, em comparação com o pequeno volume inicial de 2 litros de leite, descaracterizaria os processamentos, em função de se reduzir proporcionalmente o volume em concentração de uma forma demasiadamente intensa.

O parâmetro $\mathbf{J_a}$ ($l/h.m^2$) que aparece na Tabela 8, refere-se ao fluxo de permeação de água pura, obtido a 2 bar e 30 °C, para cada uma das membranas quando limpas e que deve ser recuperado após o uso da membrana, através dos ciclos de limpeza utilizados.

O parâmetro **V** (ml) que aparece na Tabela 8, refere-se ao volume inicial de leite coagulado.

Dados de porcentagem de nitrogênio não-caséico (%NNC), que mede a concentração de nitrogênio presente no permeado, devido às proteínas do soro e outras fontes distintas da caseína, foram obtidos para vários dos processamentos realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40 e estão apresentados nas Tabelas A11, A14, A16, A18, A20, A22 e A26 da seção ANEXO. Entretanto, para alguns dos processamentos, os valores de %NNC não apresentaram o comportamento esperado, visto que foram maiores que a porcentagem de nitrogênio total (%NT) o que é impossível, já que esta última engloba o nitrogênio não-caséico. Estes resultados podem estar ligados à dificuldade de homogeneização da amostra,

ou mais provavelmente à sensibilidade do método analítico, já que as concentrações a serem medidas eram bastante baixas. Por isto tais resultados não serão objeto de análise e discussão.

A importância dos dados de porcentagem de nitrogênio não-caséico, residiria na possibilidade de discussão da qualidade e quantidade de proteína, que está passando no permeado: proteínas do soro e caseína, em função dos parâmetros de processo variados.

A Figura 21, mostra a variação do fluxo de permeado , $\mathbf{J_p}$, com o tempo de ultrafiltração, **t** , para os processamentos de concentração em batelada, realizados à temperatura de 35°C e pressão de 3 bar, utilizando-se as seis membranas CARBOSEP escolhidas: M8 , M3 e M9 , respectivamente com pesos moleculares médios de corte de 50000, 150000 e 300000 Daltons e CARBOSEP M6, M14 e M45, respectivamente com diâmetros médios de poro de 0,08 μm, 0,14 μm e 0,45 μm.

A Figura 22 mostra a variação do fluxo de permeado, $\mathbf{J_p}$, com o fator de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$, para os processamentos de concentração em batelada, realizados à temperatura de 35 °C e pressão de 3 bar, utilizando-se as seis membranas CARBOSEP escolhidas: M8, M3, M9, M6, M14 e M45.

A Figura 23 apresenta a variação do fator de concentração volumétrica, **Fcv** , com o tempo de ultrafiltração, **t** , para os processamentos de concentração em batelada, realizados à temperatura de 35 °C e pressão de 3 bar, utilizando-se as seis membranas CARBOSEP escolhidas: M8, M3 , M9, M6, M14 e M45.

Pode-se observar nas Figuras 21 e 22, que todas as membranas apresentaram um notável decréscimo do fluxo de permeado inicial, desde os primeiros instantes da ultrafiltração. O fluxo de permeado caiu para a metade ao se atingir F_{cv} igual a 1,5.

Este comportamento corresponde à formação dos depósitos ou incrustações e da camada de polarização por concentração sobre a membrana, que passa então a controlar o processo, não havendo diferenças significativas entre a maioria das membranas usadas. A partir de F_{cv} igual a 1,5 formaram-se patamares de fluxo que mantiveram-se até o final dos processamentos, quando se atingiu F_{cv} em torno de 4,0 a 4,5. Não se pôde prosseguir com a concentração, devido ao elevado volume morto da unidade e a pequena capacidade do tanque de alimentação.

Tabela 8 - Resumo dos resultados dos Processamentos UBLC1, UBLC2 , UBLC3, UBLC4, UBLC5, UBLC6, UBLC7 e UBLC8, de concentração de leite coagulado enzimaticamente, na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40

PROCESSAMENTO UBLC1 - Unidade MICROCARBOSEP 40 6/05/94

P = 3 bar Membrana M45 (0,45 mícron) % proteína inicial = 2,94

T = 35 C Ja = 1493,3 l/h.m2 (2 bar e 30 C) V = 1920ml

t (min)	Jp (l/h.m2)	Fcv	% NT	%NNP	%Proteína	Rp (*)	%Sólidos Totais	%Cinzas	%Lactose
9,0	59,2	1,1	0,0607	0,0340	0,1706	94,2	5,5271	0,5219	4,95
111,0	41,7	1,5	0,0567	0,0333	0,1494	94,9	5,7438	0,5198	4,57
169,0	37,0	2,0	0,0693	0,0352	0,2174	92,6	5,7494	0,5492	5,89
209,0	37,0	2,5	0,0945	0,0383	0,3587	87,8	5,9868	0,5014	5,21
239,0	43,0	3,0	0,1335	0,0440	0,5710	80,6	6,1613	0,6423	5,72
269,0	40,0	4,0	0,1693	0,0478	0,7750	73,6			

PROCESSAMENTO UBLC2 - Unidade MICROCARBOSEP 40 1/09/94

P = 3 bar Membrana M14 (0,14 mícron) % proteína inicial = 2,84

T = 35 C Ja = 392 l/h.m2 (2 bar e 30 C) V = 1766ml

t (min)	Jp (l/h.m2)	Fcv	% NT	%NNP	%Proteína	Rp (*)	%Sólidos Totais	%Cinzas	%Lactose
8,0	76,5	1,1	0,0494	0,0280	0,1370	95,2	5,5772	0,4079	4,67
65,0	60,0	1,5	0,0521	0,0292	0,1462	94,9	5,7533	0,4003	4,49
110,0	56,8	2,0	0,0583	0,0321	0,1674	94,1	5,9529	0,4867	4,67
135,0	55,2	2,5	0,0697	0,0351	0,2207	92,2		0,3759	4,83
150,0	58,2	3,0	0,1070	0,0381	0,4401	84,5	6,0759	0,5081	4,57
160,0	56,8	3,5	0,1306	0,0442	0,5511	80,6	6,3048	0,4851	4,64
173,0	52,2	4,0	0,1453	0,0478	0,6223	78,1			

PROCESSAMENTO UBLC3 - Unidade MICROCARBOSEP 40 17/08/94

P = 3 bar Membrana M6 (0,08 mícron) % proteína inicial = 3,01

T = 35 C Ja = 365 l/h.m2 (2 bar e 30 C) V = 1916ml

t (min)	Jp (l/h.m2)	Fcv	% NT	%NNP	%Proteína	Rp (*)	%Sólidos Totais	%Cinzas	%Lactose
10,6	52,5	1,1	0,0529	0,0366	0,1039	96,5	5,3959	0,4337	4,75
132,8	39,6	1,5	0,0505	0,0407	0,0621	97,9	5,6014	0,4313	4,64
205,1	30,5	2,0	0,0540	0,0397	0,0908	97,0	5,8497	0,4348	4,91
263,6	28,2	2,5	0,0541	0,0443	0,0625	97,9	5,5469	0,3973	4,46
301,7	27,7	3,0	0,0876	0,0417	0,2927	90,3	6,1200	0,4879	4,43
322,6	26,0	3,5	0,0850	0,0460	0,2494	91,7	6,3171	0,4394	4,57

PROCESSAMENTO UBLC4 - Unidade MICROCARBOSEP 40 26/08/94

P = 3 bar Membrana M9 (300000 Daltons) % proteína inicial = 2,98

T = 35 C Ja = 210 l/h.m2 (2 bar e 30 C) V=2014ml

t (min)	Jp (l/h.m2)	Fcv	% NT	%NNP	%Proteína	Rp (*)	%Sólidos Totais	%Lactose
13,0	48,8	1,1	0,0362	0,0247	0,0733	97,5	5,3117	4,58
140,4	32,3	1,5	0,0370	0,0289	0,2361	92,1	5,5762	4,72
230,0	30,2	2,0	0,0422	0,0310	0,2695	91,0	5,6253	4,91
285,0	27,4	2,5	0,0430	0,0383	0,2747	90,8	5,7112	4,58
325,0	33,6	3,0	0,0470	0,0370	0,2998	89,9	6,0293	5,29
345,0	36,5	3,5	0,0636	0,0378	0,4059	86,4	6,1820	5,03
360,0	36,5	4,0	0,0694	0,0408	0,4425	85,2		

Continuação da Tabela 8

PROCESSAMENTO UBLC5 - Unidade MICROCARBOSEP 40 24/08/94

P = 3 bar Membrana M3 (150000 Daltons) % proteína inicial = 3,03

T = 35 C Ja = 389 l/h.m2 (2 bar e 30 C) V=1867ml

t (min)	Jp (l/h.m2)	Fcv	% NT	%NNP	%Proteína	**Rp** (*)	%Sólidos Totais	%Lactose
11,9	51,1	1,1	0,0375	0,0309	0,0422	98,6	5,6223	4,75
97,8	39,3	1,5	0,0322	0,0293	0,0187	99,4	5,6274	4,53
165,8	35,4	2,0	0,0383	0,0294	0,0569	98,1	5,8381	4,33
201,8	34,9	2,5	0,0395	0,0314	0,0516	98,3	5,9697	4,24
228,0	36,8	3,0	0,0397	0,0313	0,0534	98,2	6,0769	4,71
248,2	38,6	3,5	0,0450	0,0360	0,0573	98,1	6,2583	5,21
258,5	39,0	4,0	0,0502	0,0349	0,0974	96,8	6,4317	5,36

PROCESSAMENTO UBLC6 - Unidade MICROCARBOSEP 40 19/08/94

P = 3 bar Membrana M8 (50000 Daltons) % proteína inicial = 3,03

T = 35 C Ja = 250 l/h.m2 (2 bar e 30 C) V = 1800ml

t (min)	Jp (l/h.m2)	Fcv	% NT	%NNP	%Proteína	**Rp** (*)	%Sólidos Totais	%Cinzas	%Lactose
9,5	67,2	1,1	0,0483	0,0299	0,1176	96,1	5,08	0,38	4,28
89,5	42,2	1,5	0,0551	0,0363	0,1197	96,0	5,20	0,29	4,48
149,5	39,2	2,0	0,0524	0,0312	0,1356	95,5	5,26	0,29	4,28
189,5	36,0	2,5	0,0506	0,0364	0,0906	97,0	5,49	0,37	4,68
209,5	44,1	3,0	0,0602	0,0309	0,1873	93,8	5,81	0,46	4,72
227,0	45,5	3,5	0,0713	0,0347	0,2334	92,3	5,80	0,44	4,44
238,0	53,0	4,0	0,0866	0,0379	0,3107	89,7			

PROCESSAMENTO UBLC7 - Unidade MICROCARBOSEP 40 21/09/94

P = 5 bar Membrana M6 (0,08 mícron) % proteína inicial = 2,98

T= 35 C Ja = 307 l/h.m2 (2 bar e 30 C) V= 1761ml

t (min)	Jp (l/h.m2)	Fcv	% NT	%NNP	%Proteína	**Rp** (*)
15,0	35,2	1,1	0,0497	0,0260	0,1508	94,9
137,5	30,4	1,5	0,0418	0,0271	0,0937	96,9
220	25,6	2,0	0,0463	0,0275	0,1203	96,0
272,5	27,7	2,5	0,0475	0,0317	0,1007	96,6
310,0	30,4	3,0	0,0510	0,0335	0,1119	96,2
330,0	32,4	3,5	0,0615	0,0356	0,1653	94,5

PROCESSAMENTO UBLC8 - Unidade MICROCARBOSEP 40 16/09/1994

P = 5 bar Membrana M8 (50000 Daltons) % proteína inicial = 3,02

T = 35 C Ja = 284 l/h.m2 (2 bar e 30 C) V = 1780ml

t (min)	Jp (l/h.m2)	Fcv	% NT	%NNP	%Proteína	**Rp** (*)
17,0	38,40	1,1	0,0396	0,0304	0,0587	98,1
150,0	29,44	1,5	0,0405	0,0357	0,0310	99,0
230,0	29,12	2,0	0,0434	0,0324	0,0701	97,7
280,0	29,80	2,5	0,0487	0,0337	0,0958	96,8
311,0	31,90	3,0	0,0540	0,0390	0,0959	96,8
332,0	32,00	3,5	0,0713	0,0409	0,1938	93,6

(*) - Coeficiente de retenção de proteína , **Rp** , calculado a partir da relação Cp/Ci , onde Cp = concentração de proteína no permeado e Ci = concentração inicial de proteína no leite .

V - Volume inicial de leite coagulado

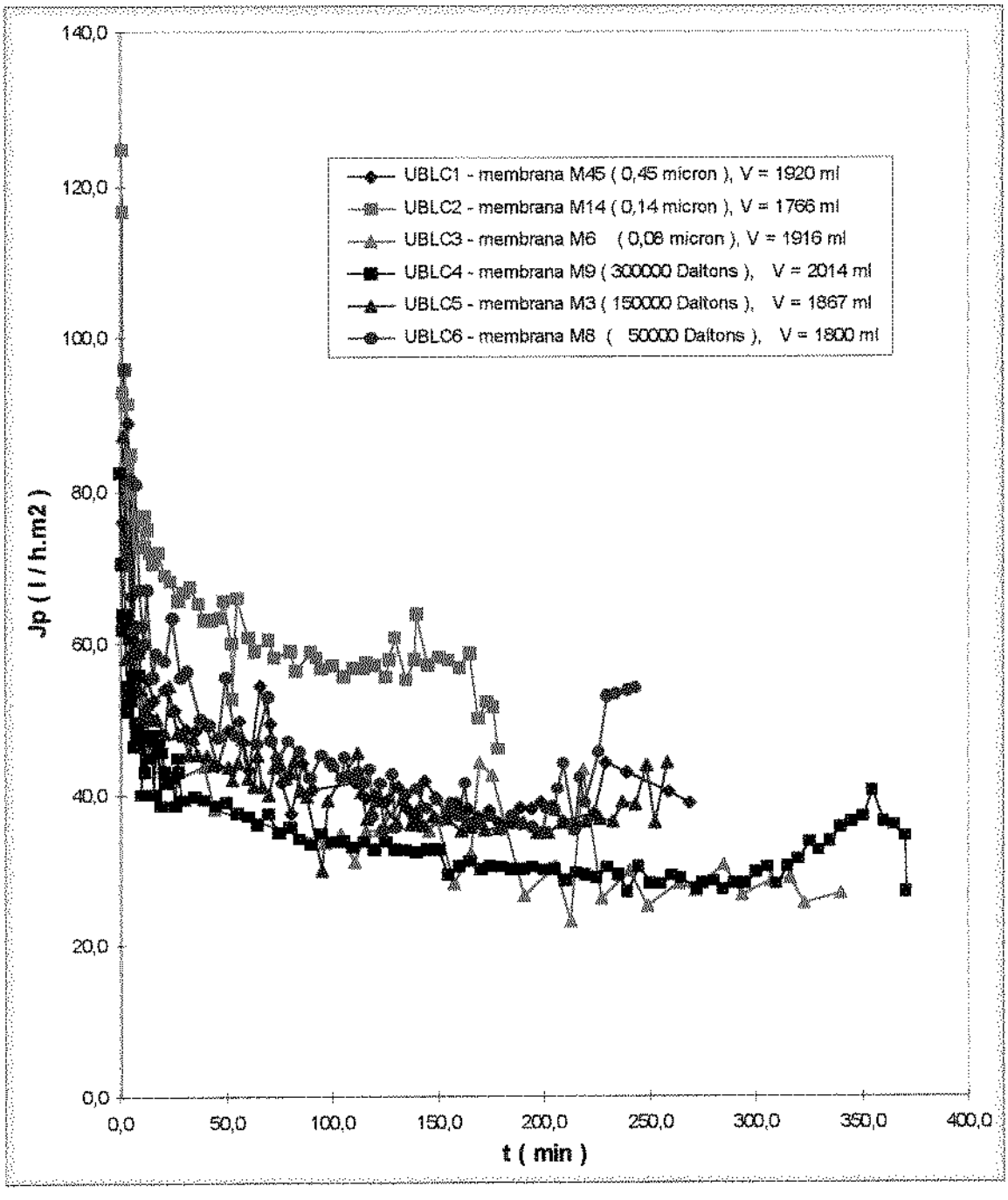

Figura 21 - Curvas de variação do fluxo de permeado, $\mathbf{J_p}$, com o tempo de ultrafiltração, **t** , para processamentos de concentração em batelada, realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40, com leite coagulado e as membranas CARBOSEP M8, M3 e M9, respectivamente com pesos moleculares médios de corte de 50000, 150000 e 300000 Daltons e CARBOSEP M6, M14 e M45, respectivamente com diâmetro médio de poro de 0,08 μm, 0,14 μm e 0,45 μm. **P** = 3 bar e **T** = 35 °C. **V** é o volume inicial de leite.

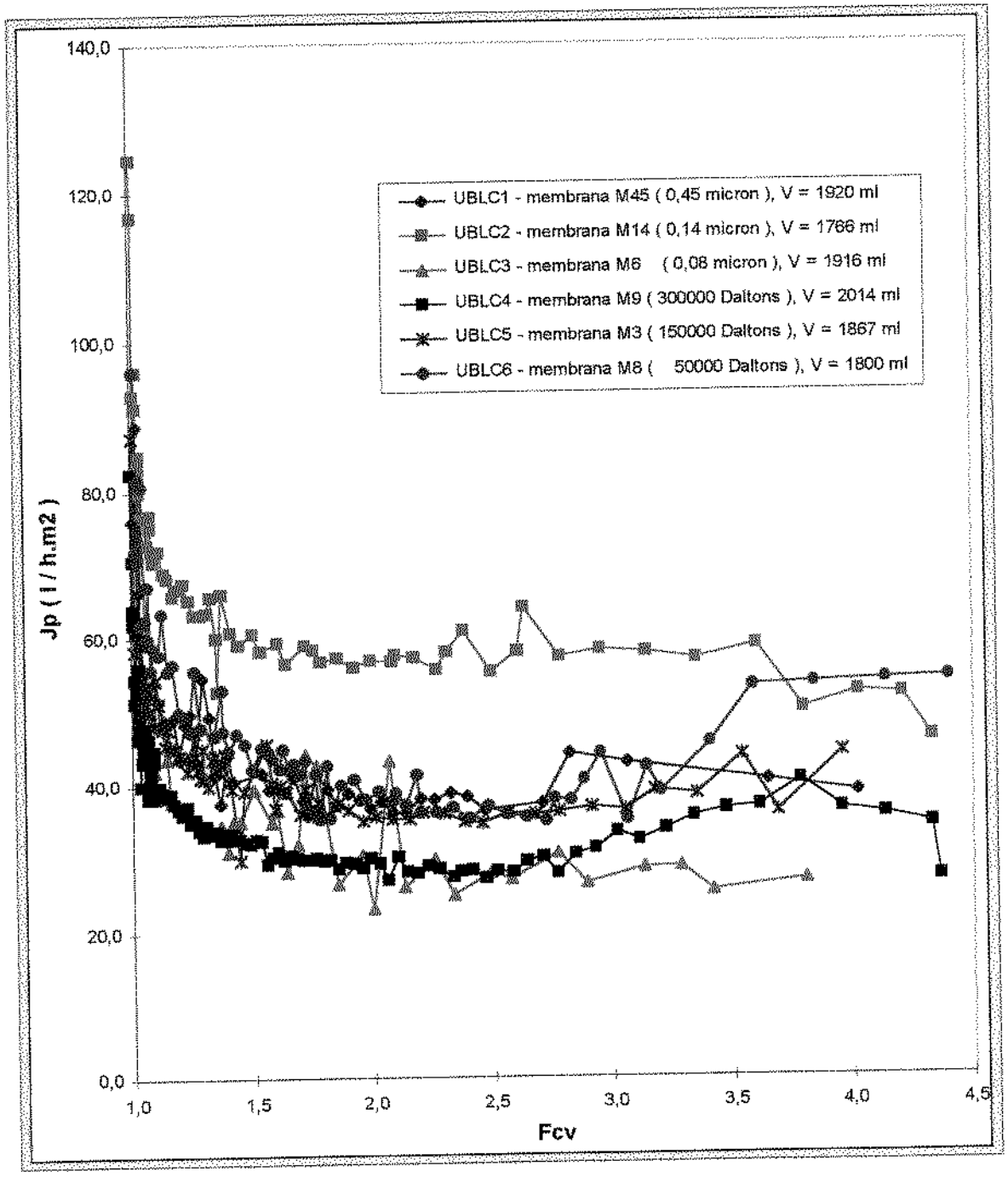

Figura 22 - Curvas de variação do fluxo de permeado, $\mathbf{J_p}$, com o fator de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$, para os processamentos de concentração em batelada, realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40, com leite coagulado e as membranas CARBOSEP M8, M3 e M9, respectivamente com pesos moleculares médios de corte de 50000, 150000 e 300000 Daltons e CARBOSEP M6, M14 e M45, respectivamente com diâmetros médios de poro de 0,08 μm, 0,14 μm e 0,45 μm. **P** = 3 bar e **T** = 35 °C. **V** é o volume inicial de leite.

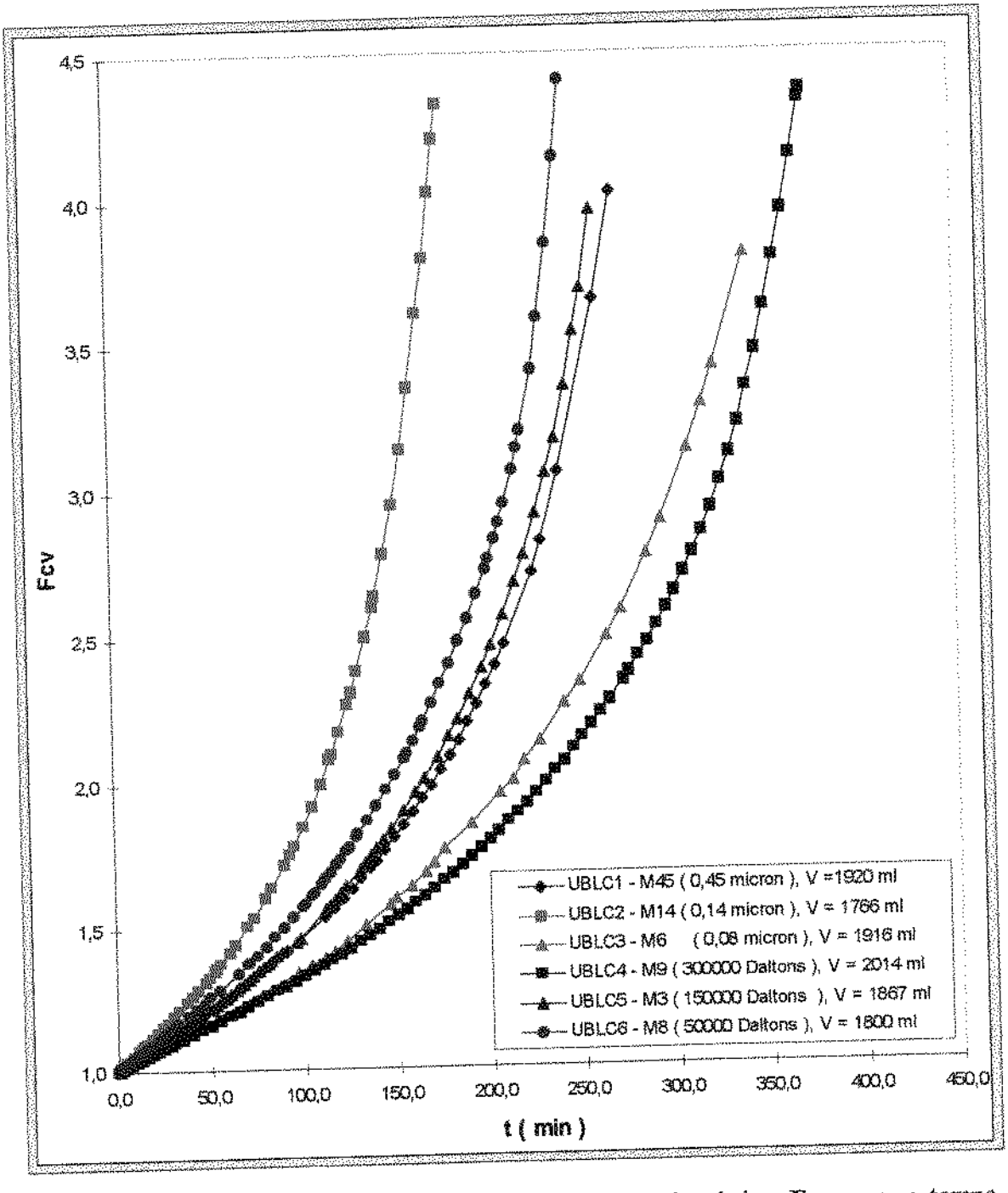

Figura 23 - Curvas de variação do fator de concentração volumétrica, F_{cv} , com o tempo de ultrafiltração, **t** , para processamentos de concentração em batelada, realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40, com leite coagulado e as membranas: CARBOSEP M8, M3 e M9, respectivamente com pesos moleculares médios de corte de 50000, 150000 e 300000 Daltons e CARBOSEP M6, M14 e M45, respectivamente com diâmetro médio de poro de 0,08 μm, 0,14 μm e 0,45 μm. **P** = 3 bar e **T** = 35 °C. **V** é o volume inicial de leite.

Os processamentos UBLC2, UBLC5 e UBLC6, realizados respectivamente com as membranas M14 (0,14 μm), M3 (150000 Daltons) e M8 (50000 Daltons), partiram de um volume inicial de leite coagulado de cerca de 1800 ml.

Os processamentos UBLC1, UBLC3 e UBLC4, realizados respectivamente com as membranas M45 (0,45 μm), M6 (0,08 μm) e M8 (300000 Daltons), partiram de um volume inicial de leite coagulado de cerca de 2000 ml.

Como pode ser observado na Figura 23, para os processamentos com volume inicial de leite coagulado de 1800 ml, a membrana de microfiltração M14 (0,14 μm) apresentou os melhores resultados de fluxo de permeado, atingindo em menor tempo os mesmos fatores de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$. Para os processamentos com volume inicial de leite coagulado em torno de 2000 ml, a membrana de microfiltração M45 (0,45 μm) apresentou os melhores resultados de fluxo de permeado.

Como se observa na Tabela 8, obtiveram-se coeficientes de retenção de proteína iniciais de: 94% para a M45 e 95% para a M14, que são considerados ainda satisfatórios. Para as membranas de ultrafiltração usadas (M3 , M9 e M8), obtiveram-se maiores coeficientes de retenção de proteína iniciais, que variam de 96 a 98%.

Em processos de separação por membranas, observa-se que um maior fluxo de permeado sempre está associado a um menor coeficiente de retenção de proteína, devendo isto ser considerado na seleção da membrana mais adequada, de forma a se obter um balanço entre o **maior fluxo de permeado e o maior coeficiente de retenção de proteína, simultaneamente possíveis**.

A obtenção de coeficientes de retenção de proteína iniciais de: 94% para a M45 e 95% para a M14, que são considerados ainda satisfatórios, demonstra a possibilidade de também se usar membranas de microfiltração CARBOSEP, para realizar a ultrafiltração de leite coagulado, obtendo-se inclusive um maior fluxo que o obtido para as membranas de UF. Anteriormente a este trabalho de tese, apenas membranas minerais para microfiltração de alumina CERAVER, com diâmetro médio de poro de 0,2 μm e 0,8 μm haviam sido usadas na concentração de leite coagulado (BENASSAR *et alii*, 1982; ATTIA *et alii*, 1988; VALMONT S.A., 1988; ATTIA *et alii*, 1991a; ATTIA *et alii*, 1991b e ATTIA *et alii*, 1993).

O sucesso da utilização de membranas de microfiltração CARBOSEP na concentração de leite coagulado, é conseqüência da deposição sobre a membrana, da camada de polarização por concentração, que embora seja mais permeável que a formada pelo leite, permitindo um maior fluxo de permeado, ainda proporciona o elevado coeficiente de retenção inicial de 95% obtido.

Em alguns processamentos, como pode ser observado na Figura 22, foi verificado um novo aumento do fluxo após o estabelecimento de um patamar inicial. Este comportamento pode ser explicado pelo possível arraste de parte da camada de polarização pelo escoamento tangencial do concentrado, que tem sua viscosidade continuamente aumentada. Como já foi comentado anteriormente este comportamento já foi verificado por Howell[1] na UF de suspensões de células de leveduras de panificação e por Lessa e Lizardo na UF de suspensões de látex de poli(cloreto de vinila) (LESSA & LIZARDO, 1991). Verifica-se também que mais a frente o fluxo volta novamente a cair .

No caso do processamento UBLC6 realizado com a membrana M8 de 50000 Daltons, o fluxo aumentou a partir do tempo de 200 minutos de forma mais significativa, tendo o processamento sido interrompido sem que o fluxo tivesse voltado novamente a cair, o que deveria ocorrer mantidas as mesmas condições de operação.

A Figura 24, mostra a variação do coeficiente de retenção de proteína, $\mathbf{R_p}$, com o fator de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$, para os processamentos de concentração em batelada, realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40 com leite integral coagulado enzimaticamente, à temperatura de 35 °C e pressão de 3 bar, utilizando-se as seis membranas CARBOSEP escolhidas: M8, M3 , M9, M6, M14 e M45.

A Figura 25, mostra a variação do coeficiente de retenção de proteína, $\mathbf{R_p}$, com o tempo de ultrafiltração, t , para os processamentos de concentração em batelada, realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40 com leite integral coagulado enzimaticamente realizados, à temperatura de 35 °C e pressão de 3 bar, utilizando-se as seis membranas CARBOSEP: M8, M3 , M9, M6, M14 e M45.

[1] HOWELL,J.A.(I Escola Latino Americana de Processos com Membranas).Comunicação pessoal, 1994.

Verifica-se nas Figuras 24 e 25, para todas as membranas à exceção da membrana M3, uma queda do coeficiente de retenção de proteína, $\mathbf{R_p}$ (definido de acordo com a fórmula (b), em relação à concentração inicial de proteína no leite), com $\mathbf{F_{cv}}$ e com o **tempo**, como era esperado para o caso de processamentos de concentração, já que o aumento da concentração de proteína no lado do concentrado com o decorrer da concentração, faz aumentar a importância da pressão osmótica para a transferência de massa, devendo aumentar a perda de proteína pelo permeado. A queda foi maior para as membranas M45 e M14 que apresentam as porosidades mais elevadas.

Para a membrana M3 (150000 Daltons) o coeficiente de retenção de proteína, $\mathbf{R_p}$, manteve-se bastante elevado durante todo o processamento, o que pode indicar ter ocorrido uma maior compactação da camada de polarização por concentração durante o processo, confirmada também por um desempenho inferior em termos de fluxo (Figura 22), ao obtido para a membrana M8 (50000 Daltons).

Já a membrana M8 (50000 Daltons), que apresentou uma oscilação no fluxo de permeado, ocorrendo um aumento a partir de F_{cv} igual a 3,0 (Figura 22), apresentou uma queda concomitante do coeficiente de retenção de proteína (Figura 24).

Outro comportamento não esperado é o da membrana M6 (0,08 μm), que apresentou no início um coeficiente de retenção de proteína maior que o da membrana M8 (50000 Daltons). Este comportamento, bem como o comportamento da membrana M6, em relação ao fluxo de permeado (Figura 22), quando se obteve um fluxo inferior ao obtido para as membranas de ultrafiltração, leva a supor que no início deste processamento pode ter ocorrido algum problema, tal como uma momentânea sobre-pressão, que levou a uma compactação prematura da camada de polarização, diminuindo o fluxo e aumentando o coeficiente de retenção de proteína.

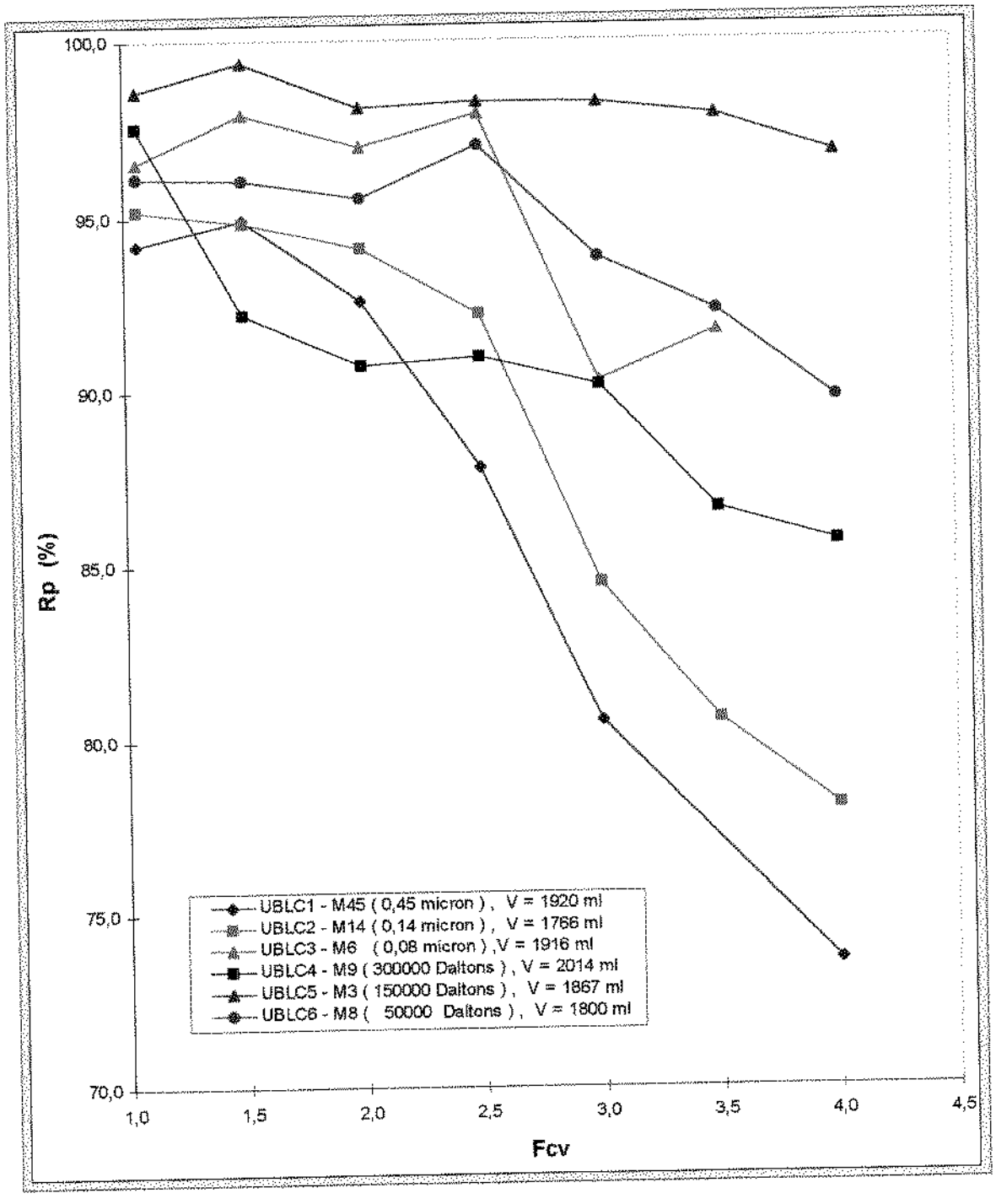

Figura 24 - Curvas do coeficiente de retenção de proteína, $\mathbf{R_p}$, versus o fator de concentração volumétrica, $\mathbf{F_{cv}}$, para os processamentos de concentração em batelada, realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40 com leite coagulado, utilizando-se as membranas CARBOSEP: M8, M3, M9, M6, M14 e M45. **T** = 35 °C e **P** = 3 bar. **V** é o volume inicial de leite.

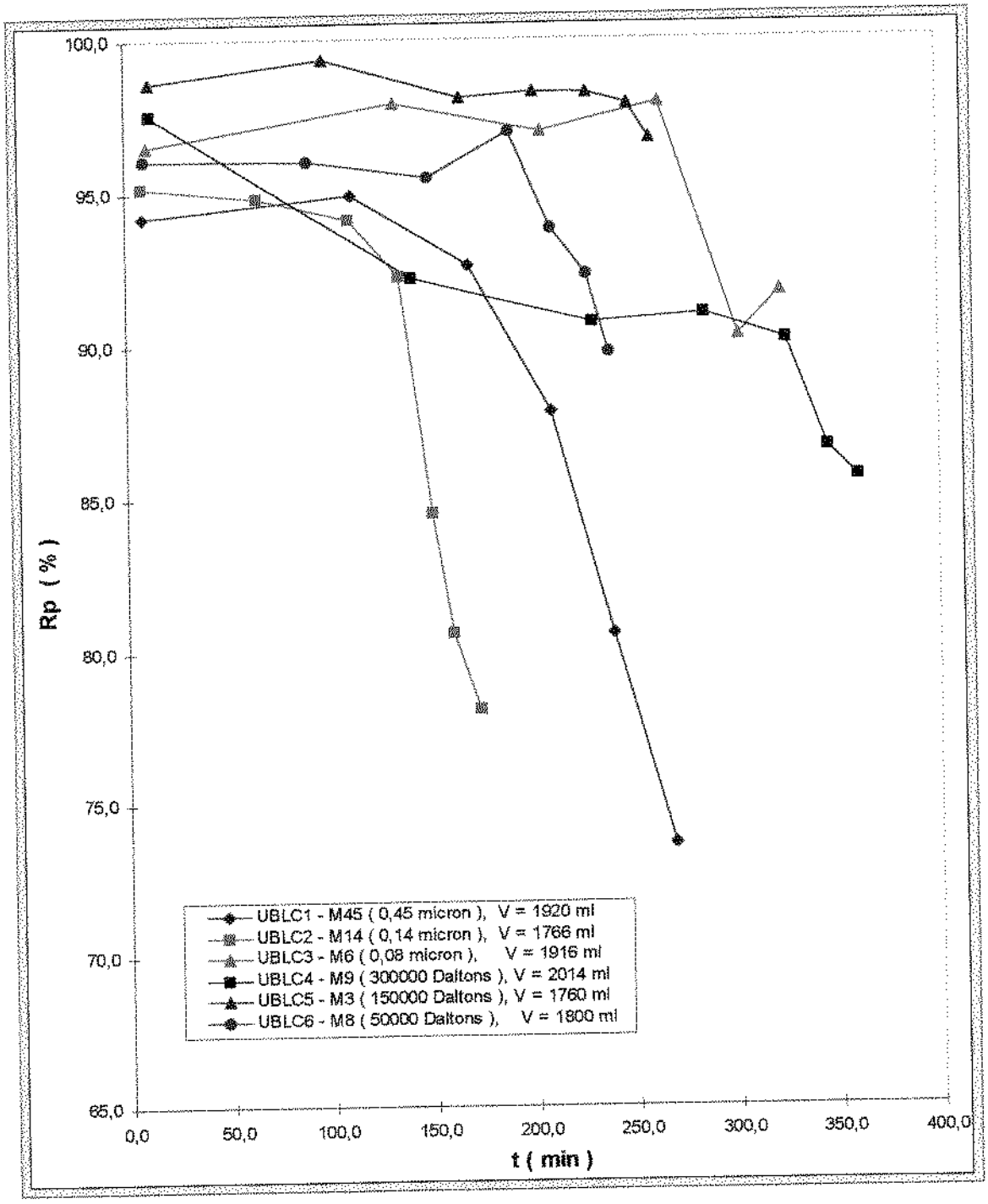

Figura 25 - Curvas de variação do coeficiente de retenção de proteína, $\mathbf{R_p}$, com o tempo de ultrafiltração, t, para os processamentos de concentração em batelada, realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40 com leite coagulado, utilizando-se as membranas : CARBOSEP M8, M3, M9, M6, M14 e M45. **T** = 35 °C e **P** = 3 bar. **V** é o volume inicial de leite.

A Figura 26 traz a variação de fluxo de permeado, $\mathbf{J_p}$, versus tempo de ultrafiltração, **t** , para as membranas M6 (0,08 μm) e M8 (50000 Daltons), utilizadas em processamentos realizados a duas pressões distintas: 3 bar (processamentos UBLC3 e UBLC6) e 5 bar (processamentos UBLC7 e UBLC8). Verifica-se neste caso que, a utilização de uma pressão maior não proporcionou melhor desempenho das membranas, especialmente para a membrana de menor porosidade (M8).

Parece ter havido à pressão de 5 bar, uma maior compactação da camada de polarização por concentração, reduzindo-se o fluxo e provocando-se um aumento do coeficiente de retenção de proteína, especialmente para a membrana M8 de menor porosidade, como pode ser visto na Figura 27, que traz a variação do coeficiente de retenção de proteína, $\mathbf{R_p}$ (definido de acordo com a fórmula (b), em relação à concentração inicial de proteína no leite), com o tempo, **t** .

Devido à maior dificuldade de limpeza das membranas, verificada após os processamentos realizados à pressão de 5 bar, quando se necessitou utilizar 3 a 4 ciclos de limpeza e também ataque enzimático para se recuperar parcialmente os fluxos de água pura originais, os processamentos a esta pressão foram reduzidos a dois : um com membrana de microfiltração e outro com membrana de ultrafiltração. Nos processamentos realizados à pressão de 3 bar, foram necessários de 2 ou no máximo 3 ciclos de limpeza para a recuperação satisfatória dos fluxos originais de água pura das membranas.

Os efeitos somados da baixa velocidade tangencial (1,2 m/s) e da maior pressão utilizadas, deve ter levado a uma maior compactação da camada de polarização e entupimento dos poros da membrana, aumentando a fração irreversível do *fouling* .

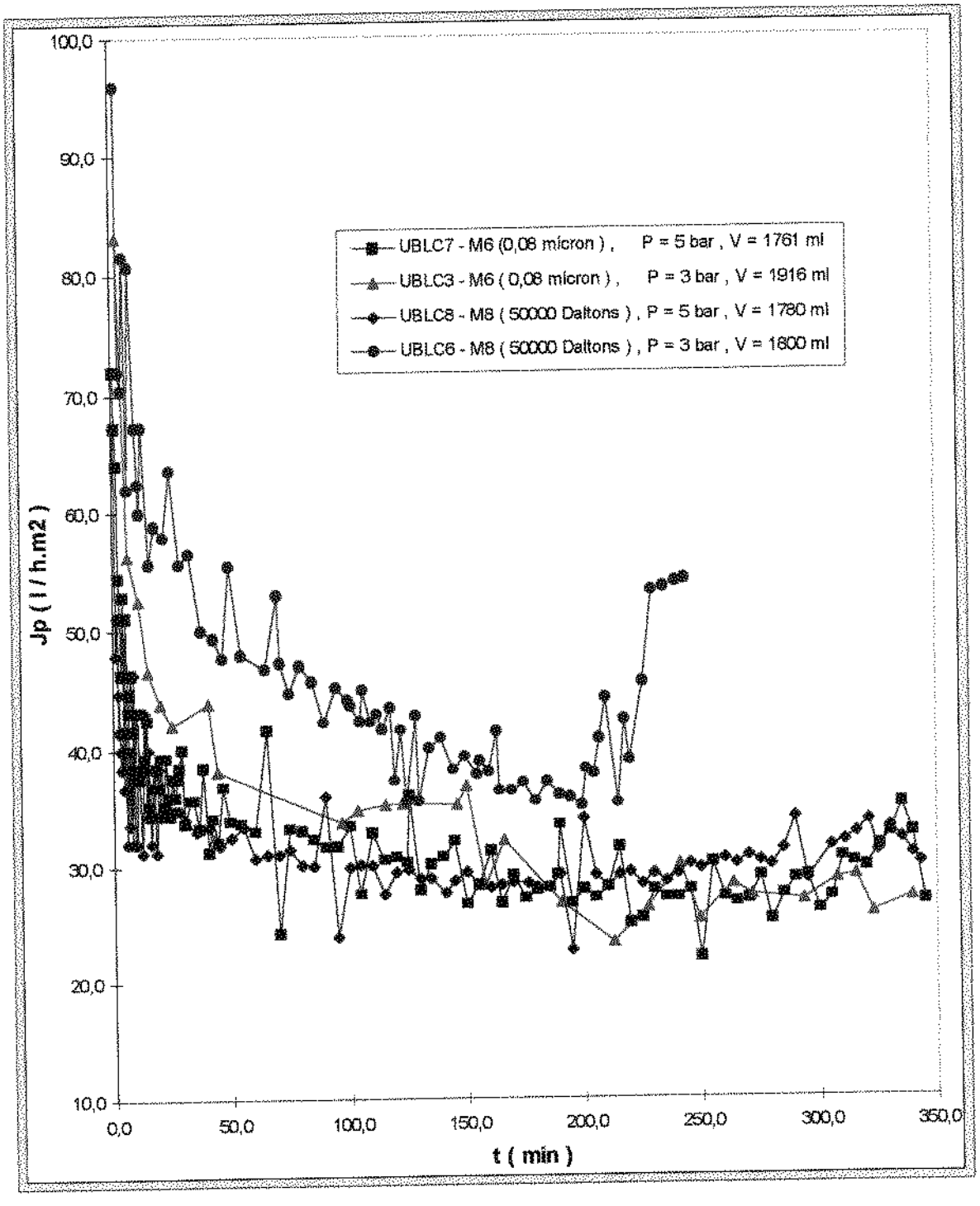

Figura 26 - Curvas de variação do fluxo de permeado, J_p , com o tempo de ultrafiltração, **t** , para os processamentos UBLC3, UBLC6, UBLC7 e UBLC8, realizados na unidade MICROCARBOSEP 40, com leite integral coagulado enzimaticamente e as membranas: M6 (0,08 μm) e M8 (50000 Daltons), à temperatura de 35 °C e às pressões de 3 e 5 bar.

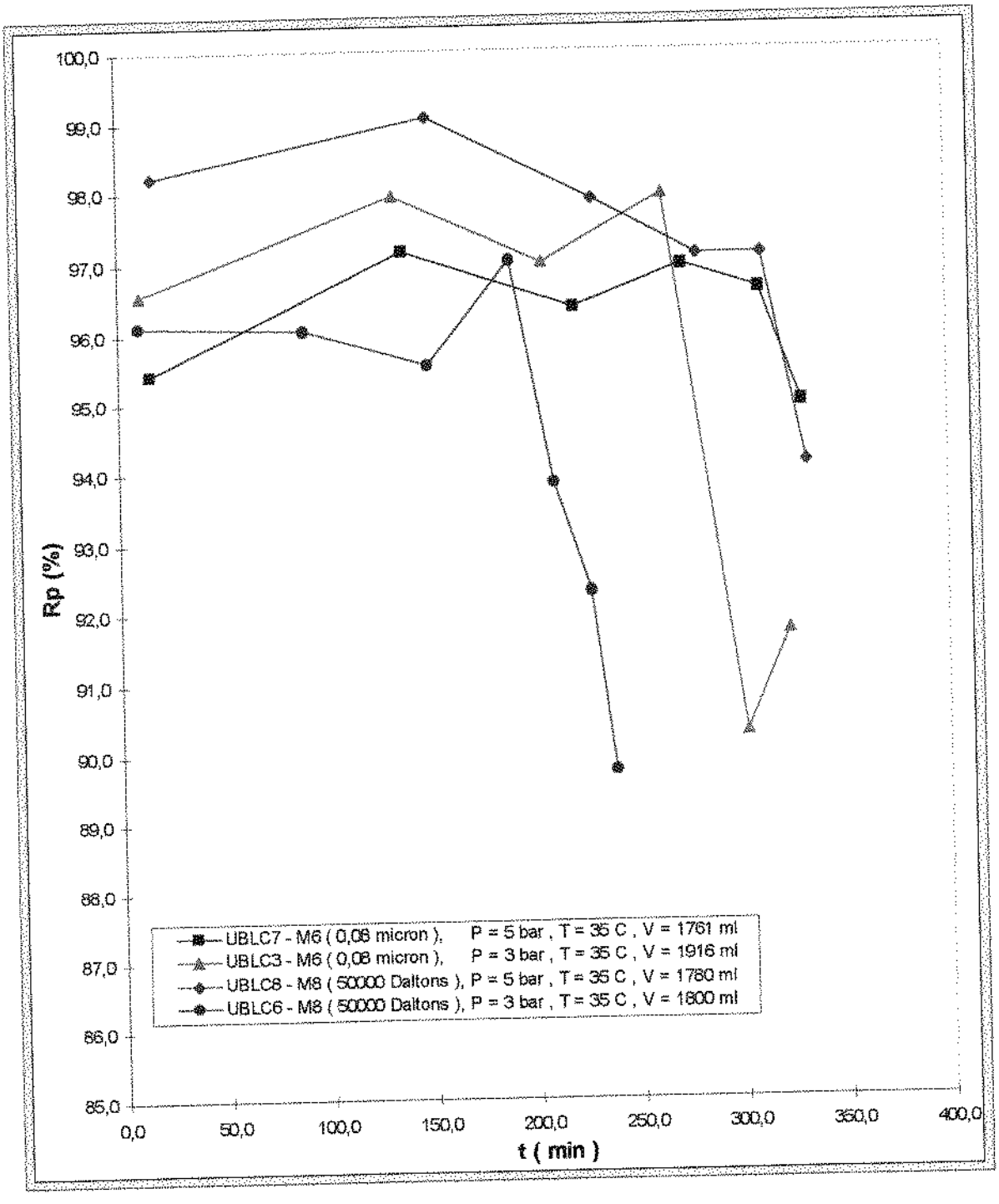

Figura 27 - Curvas de variação do coeficiente de retenção de proteína, **Rp** , com o tempo de ultrafiltração, **t** , para processamentos UBLC3, UBLC6, UBLC7 e UBLC8, realizados na unidade MICROCARBOSEP 40, com leite integral coagulado enzimaticamente e as membranas: M6 (0,08 μm) e M8 (50000 Daltons), à temperatura de 35 °C e às pressões de 3 e 5 bar. V é o volume inicial de leite.

Como se pode observar na Tabela 8, os resultados obtidos para a porcentagem de lactose, que variou de 4,2 a 5,2% ; para a porcentagem de sólidos totais, que variou de 5,5 a 6,0% e para a porcentagem de cinzas, que variou de 0,40 a 0,55%; estão dentro da faixa esperada para permeados de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente, visto que os valores devem estar próximos aos obtidos para permeados de UF de leite integral, já que o pH do leite coagulado foi mantido na faixa de 6,6 a 6,7 , não havendo como ocorre na coagulação ácida, a liberação de sais de fósforo e potássio complexados à caseína, que aumentaria o teor de cinzas e sólidos totais do permeado. A lactose por apresentar um coeficiente de rejeição aproximadamente igual a zero, apresenta concentrações muito parecidas para o permeado e o leite coagulado original.

De acordo com a literatura (RENNER & ABD EL-SALAM, 1991), permeados de UF de leite integral apresentam valores médios de 4,5% para lactose; 5,4% para sólidos totais e 0,49% para cinzas.

Verificou-se que no processamento UBLC1, em que se utilizou a membrana de microfiltração de maior porosidade (M45 - 0,45μm), obtiveram-se os maiores valores de porcentagens de sólidos totais e de cinzas, tendo-se como conseqüência um menor coeficiente de retenção de proteína, comportamento que era esperado.

Os dados experimentais detalhados, obtidos para cada um dos processamentos realizados, estão apresentados na forma de 27 tabelas: Tabela A.1 à Tabela A.27, na seção **ANEXO**, no final da tese.

VI . CONCLUSÕES

Através da realização dos processamentos de concentração de leite integral e leite integral coagulado enzimaticamente por ultrafiltração, na unidade piloto CARBOSEP 2S 37 e na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40, pôde-se avaliar o notável aumento do fluxo de permeado obtido para o leite integral coagulado, que é conseqüência das características da camada de polarização por concentração formada. Este aumento de fluxo de permeado é desejado, desde que se preserve um coeficiente de retenção de proteína satisfatório, visto que um maior fluxo de permeado leva a uma menor área de membrana necessária, com as vantagens de redução do custo de investimento, menor consumo de energia e economia de espaço, dentre outras.

A seleção da membrana e a determinação das melhores condições de operação de um processo que envolve separação por membranas, são portanto realizadas para proporcionar o maior fluxo de permeado possível, combinado com o mínimo coeficiente de retenção de proteína admissível para a viabilidade econômica do processo.

Os processamentos realizados confirmaram, para o leite e também para o leite integral coagulado enzimaticamente, a grande influência dos depósitos ou incrustações iniciais (*fouling*) e da camada de polarização por concentração, sobre a transferência de massa, ligada à eficiência de separação da membrana e especialmente sobre o desempenho da membrana, refletido na drástica queda do fluxo de permeado, ainda nos instantes iniciais do processo.

Nos processamentos de concentração realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37, com leite integral e a membrana M4, o aumento da pressão de 4 para 5 bar foi benéfico ao desempenho , pois resultou num aumento do fluxo de permeado.

Já os processamentos de concentração de leite integral coagulado enzimaticamente, realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37 com a membrana M4 e na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40 com as membranas M8 e M6, mostraram que o uso das pressões de 4 bar e 3 bar, respectivamente, proporcionaram melhor desempenho em termos de fluxo de permeado que o uso da pressão de 5 bar. Visto que processamentos realizados na unidade piloto CARBOSEP 2S 37 para o leite integral coagulado enzimaticamente, **sem** concentração,

mostraram um aumento do fluxo de permeado com o aumento da pressão, o efeito de compactação da camada de polarização por concentração, ocorrido durante o processo de concentração a maior pressão, parece ter sido responsável pela diminuição do fluxo à pressão de 5 bar.

Este resultado diverso sobre a influência da pressão na UF de leite e de leite coagulado, tem certamente relação com a constituição da camada de polarização por concentração, formada em cada caso.

Na ultrafiltração de leite integral na unidade piloto CARBOSEP 2S 37, a **4 bar**, os resultados de desempenho em termos de fluxo de permeado foram semelhantes para os dois tipos de membrana CARBOSEP utilizadas: M4 (20000 Daltons) e M6 (0,08μm). Já para o leite integral coagulado enzimaticamente, o melhor desempenho a 4 bar, foi o da membrana de microfiltração M6 com diâmetro médio de poro de 0,08 μm.

A possibilidade do uso de uma membrana de microfiltração CARBOSEP na UF de leite e leite coagulado ficou demonstrada, tendo proporcionado ainda melhores resultados de fluxo para o leite coagulado. Este resultado é conseqüência da camada de polarização por concentração formada dinamicamente sobre a membrana, que se comporta durante o processo como uma membrana secundária, de menor porosidade que a membrana primária.

A formação da membrana secundária faz com que membranas com diâmetro de poro médio adequadas para o uso em microfiltração, possam ser usadas na concentração de leite, que é composto por micelas de caseína com diâmetros variando de 0,025 a 0,130 μm (RENNER & ABD EL-SALAM, 1991) e por moléculas de baixo peso molecular como as proteínas do soro (a β-lactoglobulina em pH na faixa de 3,5 a 7,5 , apresenta-se na forma de um dímero com 36000 Daltons e a α-lactoalbumina tem peso molecular de 14000 Daltons (WEBB *et alii*, 1974)), espécies portanto, com tamanho inferior ao diâmetro médio de poro de uma membrana de microfiltração. Consegue-se ainda, devido à camada de polarização por concentração, um coeficiente de retenção de proteína de até 96 a 98%, comparável aos obtidos quando se usam membranas com porosidades indicadas para ultrafiltração.

Nos processamentos realizados com leite integral, obtiveram-se fluxos de permeado iniciais em torno de 60 $l/h.m^2$ e valores elevados do coeficiente de retenção de proteína, que foram de 97% para a membrana M4 e 99% para a membrana M6, mostrando uma boa efici-

ência de separação das membranas utilizadas, para leite integral. Estes valores obtidos são semelhantes aos relatados na literatura (GOUDÉDRANCHE *et alii*, 1980, ATTIA *et alii*, 1988), para tais condições de operação com leite.

Os valores de porcentagem de lactose e porcentagem de sólidos totais obtidos para o permeado de leite integral, variaram respectivamente de 4,0 a 5,0% e de 5,0 a 6,0%, para todos os processamentos e estão de acordo com os valores médios relatados na literatura (RENNER & ABD EL-SALAM, 1991), para permeados de UF de leite integral: 4,5% para lactose; 5,4% para sólidos totais.

No processamento UPLC2 realizado na unidade CARBOSEP 2S 37com leite integral coagulado enzimaticamente, e a membrana de microfiltração M6, com diâmetro médio de poro de 0,08 μm, obteve-se um elevado fluxo de permeado inicial em torno de 300 $l/h.m^2$, que após os instantes iniciais caiu drasticamente para cerca de 130 $l/h.m^2$, tendo então permanecido constante até um fator de concentração volumétrica igual a 2,0 , quando apresentou um novo aumento para cerca de 150 $l/h.m^2$.

Para os demais processamentos realizados na unidade CARBOSEP 2S 37com leite integral coagulado enzimaticamente : UPLC1 e UPLC3, nos quais se utilizou a membrana de ultrafiltração M4, com peso molecular de corte de 20000 Daltons, os fluxos de permeado iniciais foram bastante inferiores, em torno de 80 $l/h.m^2$, mas mais elevados que os obtidos para o leite integral, não apresentando uma queda tão pronunciada, estabelecendo-se patamares por volta de 60 $l/h.m^2$, que foram mantidos até o término dos processamentos .

Os valores dos coeficientes de retenção de proteína obtidos para os processamentos UPLC1 e UPLC3, ambos realizados com a membrana M4, variaram de 94 a 95% e embora sejam inferiores aos obtidos para o leite integral, mostraram também uma boa eficiência de separação da membrana M4 para o leite integral coagulado enzimaticamente. Esta diferença observada era esperada e é conseqüência da camada de polarização por concentração formada ser mais fechada para o leite.

O processamento UPLC2, apesar do elevado volume inicial de leite usado (180 l), foi interrompido quando se atingiu um fator de concentração volumétrica em torno de 3,5 , já que o grande aumento da viscosidade do leite coagulado concentrado levou à parada das

bombas. O valor de perda de carga no momento da queda das bombas foi de 4,0 bar, que parece ser o limite de perda de carga para a operação da unidade CARBOSEP 2S 37.

A perda de carga observada para o processamento UPLC2 foi maior que as observadas para os processamentos UPLC1 e UPLC3, realizados a 35°C, o que pode ser explicado pelas características das partículas de coágulo que formam o concentrado, visto que no processamento UPLC2 foi usada a temperatura de 40°C, na qual começa a ocorrer o fenômeno chamado na fabricação de queijos de cozimento da massa, no qual os grânulos de coágulo começam a se tornar mais elásticos, contraindo-se e expulsando líquido, formando aglomerados de massa, dificultando-se o escoamento especialmente nos feixes de membranas, aumentando portanto a perda de carga.

É interessante comentar que o aspecto do concentrado do processamento UPLC2, retirado dos módulos de membranas, correspondeu à descrição feita anteriormente, com grumos elásticos agregados, tendo havido após o processamento UPLC2, uma maior dificuldade na limpeza da unidade, em relação aos outros dois processamentos.

O processamento UPLC2, após ter atingido o fator de concentração volumétrica de 2,0 , apresentou um inesperado aumento do fluxo de permeado de 130 para 150 $l/h.m^2$, que pode ser explicado pela remoção de parte da camada de polarização por concentração, pelo próprio fluido que escoa tangencialmente e que tem sua viscosidade gradualmente aumentada. Este comportamento foi constatado na UF de outros fluidos, tais como suspensões de látex de poli(cloreto de vinila) (LESSA & LIZARDO, 1991) e suspensões de células de leveduras de panificação, por Howell[1].

Na comparação entre os processamentos para leite e leite coagulado, observou-se que para os processamentos com leite, verificou-se um decaimento progressivo do fluxo de permeado (o fluxo diminui de 45 até 10 $l/h.m^2$), significando um aumento contínuo do *fouling* da membrana durante a concentração. Para o leite coagulado este decaimento foi muito menos drástico (o fluxo diminui de 75 até 60 $l/h.m^2$ quando se usou a membrana M4 e ficou estável, em torno de 130 $l/h.m^2$, quando se usou a membrana M6), verificando-se uma região em que se forma um patamar, na qual a camada de polarização por concentração deve estar completamente desenvolvida e ainda não sofreu o processo de compactação. Este comporta-

[1] HOWELL,J.A.(I Escola Latino Americana de Processos com Membranas).Comunicação pessoal, 1994.

mento distinto deve ser conseqüência das diferenças de constituição das camadas de polarização, para o leite e para o leite coagulado.

A limpeza das membranas após a UF de leite coagulado, foi mais difícil que para o leite integral, tendo-se que efetuar mais de um ciclo de limpeza, envolvendo inclusive uma etapa de ataque enzimático.

Esta maior dificuldade de limpeza pode estar associada ao processo de pré-coagulação enzimática do leite, em que moléculas da fração κ-caseína que ajudam a estabilizar externamente as micelas de caseína, são atacadas de forma específica pela renina, ocorrendo a destruição das micelas e posterior polimerização das moléculas de caseína liberadas, com íons cálcio, formando-se um gel ou coágulo.

O estudo deste gel obtido da coagulação por renina, realizado através de microscopia eletrônica de varredura, mostra uma estrutura formada por um retículo bastante poroso, constituído por agregados de micelas de caseína polimerizadas, ligados entre si , apresentando grandes vazios internos, que aumentam à medida que estes agregados ou *clusters* vão se tornando mais densos e elásticos, conforme a temperatura aumenta, resultando numa estrutura mais aberta, com maior permeabilidade (LAGOUEYTE, 1994).

Este tipo de retículo que permite fluxos de permeado maiores, parece também proporcionar, entretanto, uma maior incrustação da membrana, visto que pela sua maior porosidade deve reter menos proteínas do soro e sais de cálcio e fósforo, provavelmente levando a um maior grau de obstrução dos poros e canais internos da membrana , aumentando o *fouling* irreversível.

Os processamentos de concentração com leite coagulado realizados na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40, onde variaram-se a porosidade da membrana e a pressão, mostraram mais uma vez, conforme já havia ocorrido para os processamentos na unidade piloto, um melhor desempenho em termos de fluxo também para as membranas de microfiltração, CARBOSEP M14 e M45, respectivamente com diâmetros médios de poro de 0,14 μm e de 0,45μm , tendo a membrana M14 apresentado os melhores fluxos inicias e de patamar (respectivamente, 125 e 60 $l/h.m^2$). Para as demais membranas os fluxos iniciais situaram-se em torno de 60 a 80 $l/h.m^2$ e os fluxos de patamares em torno de 30 a 40 $l/h.m^2$.

Nos processamentos realizados na unidade MICROCARBOSEP 40 para as membranas M6 (0,08 μm) e M8 (50000 Daltons) a duas pressões distintas: 3 bar e 5 bar, verificou-se que a utilização de uma pressão maior não proporcionou melhor desempenho das membranas em termos de fluxo de permeado, especialmente para a membrana M8 que teve o fluxo de permeado de patamar diminuído de cerca de 50 para 35 $l/h.m^2$.

Parece ter havido à pressão de 5 bar, uma maior compactação da camada de polarização por concentração, reduzindo-se o fluxo e provocando-se um aumento do coeficiente de retenção de proteína, especialmente para a membrana M8 de menor porosidade.

Na unidade MICROCARBOSEP 40, devido à limitações da bomba disponível operou-se com uma velocidade tangencial de escoamento de apenas 1,2 m/s, bastante inferior à velocidade de 4 a 5 m/s, considerada adequada para minimizar a espessura da camada de polarização por concentração, o que deve ter agravado o efeito da camada de polarização por concentração sobre o processo.

Para as membranas de microfiltração M45 e M14, foram obtidos coeficientes de retenção de proteína iniciais de: 94% e 95% respectivamente, que são considerados ainda satisfatórios. Para as membranas de ultrafiltração usadas (M3 , M9 e M8), obtiveram-se maiores coeficientes de retenção de proteína iniciais, que variam de 96 a 98%.

A obtenção de bons coeficientes de retenção de proteína iniciais : 94% para a M45 e 95% para a M14, demonstra mais uma vez a possibilidade de também se usar membranas de microfiltração CARBOSEP, para realizar a ultrafiltração de leite coagulado, obtendo-se inclusive um maior fluxo que o obtido para as membranas de UF.

Para os processamentos realizados na unidade MICROCARBOSEP 40, os resultados obtidos para a porcentagem de lactose que variou de 4,2 a 5,2% , para a porcentagem de sólidos totais que variou de 5,5 a 6,0% e para a porcentagem de cinzas que variou de 0,40 a 0,55%, estão dentro da faixa esperada para permeados de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente, visto que os valores devem estar próximos aos obtidos para permeados de UF de leite integral, já que o pH do leite coagulado foi mantido na faixa de 6,6 a 6,7 .

De acordo com a literatura (RENNER & ABD EL-SALAM, 1991), permeados de UF de leite integral apresentam valores médios de 4,5% para lactose; 5,4% para sólidos totais e 0,49% para cinzas.

Verificou-se que no processamento UBLC1, em que se utilizou a membrana de microfiltração de maior porosidade (M45 - 0,45μm), obtiveram-se os maiores valores de porcentagens de sólidos totais, tendo-se como conseqüência um menor coeficiente de retenção de proteína, comportamento que era esperado.

Os processamentos realizados com leite integral coagulado enzimaticamente, na unidade piloto CARBOSEP 2S 37, demonstraram a viabilidade do desenvolvimento de produtos semelhantes aos queijos tipo *petit suisse*, ou outro queijo mole que não envolvam a coagulação ácida, já que em todos os processamentos realizados, o pH natural do leite (6,6 - 6,7) foi mantido constante.

A realização de um estudo através de microscopia eletrônica de varredura, da camada de polarização por concentração e dos depósitos formados pelo leite coagulado enzimaticamente e mantido a pH de 6,6 no decorrer da UF, teria sido bastante interessante, mas envolveria a destruição das membranas CARBOSEP usadas neste trabalho.

Quanto ao grave problema de limpeza das membranas enfrentado após a operação das unidades com leite coagulado, que poderia inviabilizar a aplicação comercial do processo, cabe lembrar que instalações industriais são formadas por baterias de estágios de ultrafiltração normalmente em paralelo, sendo que em cada um dos estágios se efetua uma parte da concentração total, o que suaviza problemas de limpeza.

A observação visual da adsorção da vitamina riboflavina do leite, possivelmente pelo suporte poroso de carbono das membranas CARBOSEP, que ocorre no início do processo, leva a crer que esta molécula tem algum papel na formação do *fouling* da membrana, além das proteínas e sais de cálcio e fósforo.

As membranas para microfiltração CARBOSEP apresentaram portanto os melhores resultados na UF de leite coagulado e seu uso para esta finalidade não havia sido ainda relatado anteriormente, constituindo-se por isso o estudo realizado, em uma contribuição relevante ao estudo da UF de leite coagulado.

VII . REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ASCHAFFENBURG, R. & DREWRY, J. New procedure for the routine determination of various non-casein proteins of milk. In: INTERNATIONAL DAIRY CONGRESS, 15. London, 1958. *Proceedings...* International Dairy Federation, 1958. 3v. p.1631-7.

2. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS (AOAC). *Official Methods of Analysis*. 16 ed. Arlington : AOAC, 1995.

3. ATHERTON, H. V. & NEWLANDER, J. A. *Chemistry and testing of dairy products.* Westport: AVI Publishing Co., 1981. 396p.

4. ATTIA, H. , BENASSAR, M. , LAUGADE, A., ROUVIERE, J. , TARODO DE LA FUENTE, B. Ultrafiltration with a microfiltration membrane of acid skimmed and fat-enriched milk *coagula* : hydrodynamic, microscopic and rheological approaches. *Journal of Dairy Research,* V. 60, p.161-74, 1993.

5. ATTIA, H. , BENASSAR, M. , TARODO DE LA FUENTE, B. Ultrafiltration sur membrane minérale de laits acidifiés à divers pH par vie biologique ou chimique et de *coagulum* lactique . *Le Lait* , v. 69, p.13-32, 1988.

6. ATTIA, H. , BENASSAR, M. , TARODO DE LA FUENTE, B. Study of the fouling of inorganic membranes by acidified milks using scanning electron microscopy and electrophoresis. I . Membrane with pore diameter 0.2 μm . *Journal of Dairy Research,* v.58, p.39-50, 1991a.

7. ATTIA, H. , BENASSAR, M. , TARODO DE LA FUENTE, B. Study of the fouling of inorganic membranes by acidified milks using scanning electron microscopy and electrophoresis. II. Membrane with pore diameter 0.8 μm . *Journal of Dairy Research,* v.58, p.51-65, 1991b.

8. BARBANO, D. M. , SCIANCALEPORE, V. , RUDAN, A. Characterization of milk proteins in ultrafiltration permeate. *Journal of Dairy Science,* v.71, p.2655-7,

9. BENASSAR, M. , ROULEAU, D. , MAYER, R. , TARODO DE LA FUENTE, B. Ultrafiltration of milk on mineral membranes : improved performance . *Journal of the Society of Dairy Technology*, v. 35 , p 43-48, 1982.

10.BRASIL. Ministério da Agricultura. Secretaria de Defesa Agropecuária. Laboratório Nacional de Referência Animal - LANARA .*Métodos analíticos oficiais de controle de produtos de origem animal e seus ingredientes*: II. Métodos físicos e químicos. Brasília., 1981.

11.BRULE, G. , MAUBOIS, J.-L. , VANDEWEGHE, J. , FAUQUANT, J. , GOUDÉDRANCHE, H. Utilization de l'ultrafiltration sur membrane pour la fabrication de fromages du type pâte fraîche . *Revue Laitiére Française*, v. 328, 1975.

12.CHERYAN, M. Modeling of ultrafiltration processes. In: CHERYAN, M.(Ed.), *Ultrafiltration Handbook.* Lancaster: Technomic Publ. Co., 1986. cap. 4 e 5 , p.73-125.

13.COSTA, R. C. *Obtenção de lactose a partir de permeado de soro de queijo e de leite.* Campinas, 1995. Tese de Mestrado - Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP.

14.DAUFIN, G. , MERIN, U. , KERHERVE, F. , LABBE, J. , QUEMERAIS, A., BOUSSER, C. Cleaning of inorganic membranes after whey and milk ultrafiltration. *Biotechnology and Bioengineering*, v. 38, p 82-9, 1991.

15.FAUQUANT, J. , MAUBOIS, J.-L. , PIERRE, A. Microfiltration du lait sur membrane minérale. *La Technique Laitiere*, n. 1028, p. 21-3, 1987.

16.FRIEDLANDER, H. Z. & RICKES, R.N. . Membrane separation processes. *Chemical Engineering*, v.73, p. 111-6, 1966.

17.GERSTER, D. & VEYRE, R. Mineral ultrafiltration membranes in industry. In: SOURIRAJAN, S , MATSUURA, T. (Ed.) *Reverse osmosis and ultrafiltration.* ASC Symposium Series 280, 1985. cap. 17, p.225-30

18.GILLOT, J. & GARCERA ,D. New ceramic filter media for cross-flow microfiltration and ultrafiltration . In : FILTRA 84 - SSF, 1984, Paris. Proceedings....

19.GOUDÉDRANCHE, H. , MAUBOIS, J.-L. , DUCRUET, P. , MAHAUT, M. Utilization of the new mineral membrane for making semi- hard cheeses . *Desalination*, 35, p 243-58, 1980.

20.INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION. *Determination of the total nitrogen content of milk by Kjeldahl method* : FIL-IDF 20. Brussels: International Dairy Federation. , 1962.

21.INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION. *Determination of casein content of milk*: FIL-IDF 29. Brussels: International Dairy Federation. , 1964.

22.LAGOUEYTE, N. , LABLEE, J. , LAGAUDE, A. , TARODO DE LA FUENTE, B. Temperature affects microstructure of renneted mil gel. *Journal of Food Science*, v.59 , p.956 - 9, 1994.

23.LESSA, M.A.F. & LIZARDO, J.Z. Processo de ultrafiltração de látex polimérico. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS, 1, 1991, São Paulo. *Anais*... São Paulo: Associação Brasileira de Polímeros, 1991. p.634-7.

24.LOEB, S., SOURIRAJAN, S. Sea water demineralization by means of an osmotic membrane. *Advanced Chemistry Series* , v.28, p.117, 1963.

25.MAHAUT, M. , KOROLCZUK, J. , PANNETIER, R. , MAUBOIS, J.-L. Eléments de fabrication de fromage de type pâte molle de lait de chèvre à caractère lactique par ultrafiltration de lait acidifié et coagulé . *Technique Laitiere & Marketing*, n. 1011, p 24-8, 1986.

26.MAHAUT, M. , MAUBOIS, J.-L. , ZINK, A. , PANNETIER, R. , VEYRE, R. Eléments de fabrication de fromages frais par ultrafiltration sur membrane de *coagulum* de lait . *La Technique Laitiere*, n. 981, p 9-13, 1982.

27.MARCINKOWSY, A. *et alii* . *Journal of American Chemistry Society*. v.88, 1966. p.5744. In: THOMAS,D.G. *Dynamic Membranes* : Their technological and engineering aspects. In: SOURIRAJAN,S.(Ed.) *Reverse osmosis and synthetic membranes*. Ottawa: National Research Council, 1977. cap. 14, p.295-312.

28.MAUBOIS, J. -L . Recent Developments of Ultrafiltration in Dairy Industries . In : E. DRIOLI & M. NAKAGAKI (Eds). *Membrane and Membrane Processes.* New York: Plenum Press, 1986.

29.MAUBOIS, J. -L, MOCQUOT, G. ; VASSAL, L. Procédé de traitement du lait et de sous-produits latiers . Brevet Français n° 2 052 121, 1969.

30.MELLO, E. M. *Obtenção e caracterização de concentrado protéico de soro de queijo por ultrafiltração.* Campinas, 1989. Tese de Mestrado - Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP.

31.PASILAC A/S , Denmark, Ernst Buchbjerg; Poul Bjerre. *A process for increasing the capacity of systems for membrane filtration of milk products.* Int. CL A23C 9/142, GB 2 128 464 A, 2 maio 1984.

32.PEDERSEN, P.J. & OTTOSEN, N. Manufacture of fresh cheese by ultrafiltration In: IDF Special Issue 9201. *New applications of membrane processes.* 1992, cap. 6, p 67-76.

33.PERES, L. , ROIG, S. M. , BITTENCOURT, E. , CANEPPELE, M. L. L. , ZAIA, F. L. Ultrafiltração usando membranas minerais - aplicação na área de laticínios. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA, 9, 1992, Salvador. *Anais* Salvador: Associação Brasileira de Engenharia Química, 1992. p.173-82.

34.PERES, L. , ROIG, S. M. , BITTENCOURT, E. , GAZIOLA, L. , RASZL, F. V. Ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente utilizando membranas minerais. In : CONGRESSO ÍBERO- AMERICANO DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS, 1, 1995, Campinas. Anais Campinas,1995.

35.RAUTENBACH, R. & ALBRECHT, R. 1989 *Membrane Processes.*Bath: John Wiley & Sons Ltd., 1989, cap. 5, p.131-173.

36.RENNER, E. & ABD EL-SALAM, M.H. *Application of Ultrafiltration in Dairy Industry .* Barking : Elsevier Science Publishers, 1991. p.4-5, 19, 21, 113.

37.RIBEIRO, E. P. *Aplicação de ultrafiltração de leite no processo de fabricação de iogurte.* Campinas, 1989. Tese de Mestrado - Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP.

38.RIBEIRO, E. P. *Aplicação de ultrafiltração de leite no processo de fabricação de queijo prato.* Campinas, 1995. Tese de Doutorado - Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP.

39.SCHAEGIS, P. Application en agro-alimentaire des membranes écrans. *Le Lait*, v.64, p.85-101, 1984.

40.STENNE, P. Procédé de fabrication d'aliments protéiques, notamment de fromages. Brevet Français n° 2 232 999, 1973.

41.TECH SEP. *Instruction book*: 2S 37 CARBOSEP Pilot, 1989.

42.THOMAS, D. G. *Dynamic Membranes :* Their technological and engineering aspects. In: SOURIRAJAN,S. (Ed.) *Reverse osmosis and synthetic membranes.* Ottawa: National Research Council, 1977. cap. 14, p.295-312.

43.TONG, P. S. , BARBANO, . M. , RUDAN, A. characterization of proteinaceous membrane foulants and flux decline during the early stages of whole milk ultrafiltration. *Journal of Dairy Science*, v.71, p 2655-7, 1988.

44.UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA. Coordenadoria Geral de Bibliotecas, Editora UNESP. *Normas para publicações da* UNESP. São Paulo: Editora UNESP, 1994. 4v. , v.4: Dissertações e Teses - Do trabalho científico ao livro.

45.UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA. Coordenadoria Geral de Bibliotecas, Editora UNESP. *Normas para publicações da* UNESP. São Paulo: Editora UNESP, 1994. 4v. , v.2: Referências Bibliográficas.

46.VALMONT S.A, France, Bernard Dieu; Jean Cuq; Blas Tarodo de la Fuente; Michel Benassar; Jean- Marc Desroches. *Process and device for manufacture of cheese with the aid of microfiltration.* Int. CL A23C 19/05 , 19/024, FR 2 608 016 A1, 17 jun. 1988.

47.VAN DENDER, A. G. F. Contribuição ao estudo da ultrafiltração de leite na fabricação de queijo Minas Frescal. Campinas, 1995. Tese de Doutorado - Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP.

48.VETIER, C. , BENASSAR, M. , TARODO DE LA FUENTE, B. Study of the fouling of a mineral microfiltration membrane using scanning electron microscopy and physicochemical analysis in the processing of milk. *Journal of Dairy Research*, v.55, p 381-400, 1988.

49.VEYRE, R. Les membranes minérales d' ultrafiltration de troisième génération. *Biofutur*, octubre, 1983.

50.VEYRE, R. Utilization des membranes minérales CARBOSEP en industrie agro-alimentaire.*Le Lait*, v.64, p.261-75, 1984.

51.VIOTTO, W. H. . *Ultrafiltração de soro doce de queijo Minas Frescal:* o efeito do pré-tratamento do soro no desempenho da membrana e na composição e solubilidade do concentrado protéico de soro. Campinas, 1993. Tese de Doutorado - Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP.

52.WEBB,B. H., JOHNSON,A. H., ALFORD, J. A. *Fundamentals of Dairy Chemistry*. 2. ed. Westport: The AVI Publishing Company, 1978. p.348, 464 e 465.

ANEXO

Tabelas com dados experimentais detalhados obtidos para todos os processamentos realizados.

Tabela A.1 - Resultados das análises de % nitrogênio total e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do Processamento UPL1 de UF de leite integral na unidade CARBOSEP 2S 37 .

PROCESSAMENTO UPL1 - Unidade CARBOSEP 2S 37 — 17/05/90

P = 4 bar — T = 55 C — V=150 l — Membrana M4 (20.000 Daltons)

t (min)	% NITROGÊNIO TOTAL					
	Permeado			Concentrado		
	massa (g)	vol. HCl	% NT	massa (g)	vol. HCl	% NT
15,0	0,6935	0,800	0,0234	0,2198	4,8000	0,6101
	0,2822	0,500	0,0261	0,3077	7,5000	0,6944
25,0	0,4742	0,700	0,0280	0,2569	6,5000	0,7170
	0,2469	0,500	0,0298	0,2125	5,9000	0,7836
35,0	0,3834	0,700	0,0346	0,2210	6,5000	0,8335
	0,3756	0,700	0,0353	0,2595	7,5000	0,8234
45,0	0,3672	0,700	0,0361	0,3610	11,0000	0,8777
	0,6503	0,900	0,0295	0,3072	9,5000	0,8874
55,0	0,3527	0,700	0,0376	0,2976	10,8000	1,0448
	0,2827	0,800	0,0573	0,2488	8,3000	0,9536
65,0	0,3159	0,800	0,0513	0,3848	9,9000	0,7391
	0,2456	0,700	0,0540	0,2436	8,9000	1,0466
75,0	0,2622	0,700	0,0506	0,2292	9,2000	1,1509
	0,2454	0,700	0,0540	0,3463	13,6000	1,1362
85,0	0,4076	0,900	0,0470	0,2692	11,6000	1,2426
	0,2958	0,800	0,0548	0,3115		
95,0	0,3683	0,800	0,0440	0,4703	2,6000	1,6037
	0,4008	0,900	0,0478	0,3306	1,7000	1,4840
105,0	0,4105	1,000	0,0538	0,2768	1,7000	1,7725
	0,2499	0,600	0,0413	0,3015	1,9000	1,8216
115,0	0,3377	0,800	0,0480	0,3775	2,2000	1,6876
	0,2878	0,700	0,0461	0,3639	2,0500	1,6299
125,0	0,4125	0,900	0,0464	0,2752	1,8000	1,8892
	0,2334	0,500	0,0316	0,2784	1,8000	1,8675
135,0	0,2206	0,500	0,0334	0,2299	1,2000	1,4970
	0,2584	0,600	0,0399	0,2529	1,7000	1,9400

t (min)	% SÓLIDOS TOTAIS				
	Concentrado				
	placa+areia (g)	amostra (g)	placa+areia+am. (g)	placa+areia+amostra seca (g)	% Sólidos Totais
15,0	52,3152	4,8049	57,1201	53,0249	14,77
	81,7602	5,1787	86,9389	82,5248	14,76
25,0	72,9514	5,1065	78,0579	73,6539	13,76
	58,8749	5,1045	63,9794	59,5760	13,73
35,0	55,1259	5,1492	60,2751	55,9769	16,53
	58,5051	5,2313	63,7364	59,3763	16,65
45,0	49,1439	4,9862	54,1301	49,9032	15,23
	72,7159	5,3310	78,0469	73,5353	15,37
55,0	54,3996	5,1935	59,5931	55,3542	18,38
	59,2269	5,2272	64,4541	60,1886	18,40
65,0	64,9036	5,1821	70,0857	65,9912	20,99
	49,5595	5,7097	55,2692	50,7602	21,03
75,0	52,4428	5,1279	57,5707	53,5914	22,40
	58,8598	5,0784	63,9382	59,9953	22,36
85,0	65,4652	5,1776	70,6428	66,7195	24,23
	55,6271	5,3440	60,9711	56,9119	24,04
95,0	60,3042	5,0968	65,4010	61,6348	26,11
	57,2549	5,1379	62,3928	58,5906	26,00
105,0	55,8911	4,5841	60,4752	57,1757	28,02
	55,5815	4,5950	60,1765	56,8752	28,15
115,0	64,1300	4,1175	68,2475	65,3689	30,09
	57,5688	4,9810	62,5498	59,0860	30,46
125,0	56,4380	4,3954	60,8334	57,8646	32,46
	56,5508	4,8230	61,3738	58,1260	32,66
135,0	59,1363	5,3552	64,4915	60,9952	34,71
	57,7130	6,2793	63,9923	59,8915	34,69

Tabela A.2 - Resultados das análises de % nitrogênio total, % nitrogênio não-protéico e % de nitrogênio não-caséico das amostras de permeado e concentrado do Processamento UPL2, de ultra-filtração leite integral na unidade CARBOSEP 2S 37 .

PROCESSAMENTO UPL2 - Unidade CARBOSEP 2S 37 V=100 l

P = 4 bar T=50 C Membrana M6 (0,08 micron) 21/01/92

% NITROGÊNIIO TOTAL (%NT)

	Permeado			Concentrado		
t (min)	massa (g)	vol. HCl	% NT	massa (g)	vol. HCl	% NT
11,7	0,2437	0,60	0,0458	0,2384	4,2	0,4999
	0,2282	0,55	0,0424	0,3128	5,5	0,4977
36,0	0,2902	0,75	0,0539	0,3032	8,4	0,7984
	0,2499	0,55	0,0387	0,2201	6,3	0,8190
55,8	0,2280	0,55	0,0425	0,2296	8,0	1,0090
	0,2841	0,55	0,0341	0,2151	7,6	1,0146
63,8	0,2243	0,55	0,0432	0,2950	12,1	1,1943
	0,2405	0,55	0,0403	0,2279	8,9	1,1276
86,7	0,2134	0,55	0,0454	0,2130	13,3	1,8220
	0,2249	0,55	0,0431	0,2171	13,6	1,8356

% NITROGÊNIIO NÃO - PROTÉICO (%NNP)

	Permeado				Concentrado			
t (min)	massa 1 (g)	massa2 (g)	vol. HCl	% NNP	massa 1 (g)	massa2 (g)	vol. HCl	% NNP
11,7	4,9125	5,4166	1,3	0,0235	5,0470	5,2517	1,50	0,0281
	5,0682	5,1961	1,4	0,0249	5,0672	5,1254	1,38	0,0258
36,0	5,0126	5,1468	1,3	0,0248	4,9562	5,3090	1,25	0,0226
	5,0158	5,1465	1,3	0,0242	5,0297	5,3538	1,50	0,0277
55,8	5,0672	5,3526	1,4	0,0253	5,0126	5,2176	1,43	0,0268
	5,0362	5,1808	1,4	0,0251	5,0158	5,0813	1,40	0,0269
63,8	5,0764	5,2387	1,4	0,0258	5,0698	5,2441	1,58	0,0297
	5,0968	5,1732	1,4	0,0260	4,9125	5,2441	1,58	0,0306
86,7	5,0968	5,0755	1,4	0,0265	5,0764	5,1296	1,63	0,0315
	5,0698	5,0645	1,4	0,0267	5,0968	5,1437	1,55	0,0295

% NITROGÊNIO NÃO - CASÉICO (%NNC)

	Permeado				Concentrado			
t (min)	massa1	massa2 (g)	vol. HCl	%NNC	massa1	massa2 (g)	vol. HCl	%NNC
	4,8679	4,9958	0,85	0,0368	5,0746	5,0181	3,0	0,1580
11,7	4,8679	4,8831	0,75	0,0313	5,0746	5,3368	3,1	0,1568
	5,1486	4,8325	0,85	0,0359	5,0864	5,0738	4,0	0,2165
36,0	5,1486	4,9988	0,80	0,0318	5,0864	5,1734	4,0	0,2123
	5,0722	4,8505	0,80	0,0333	4,9475	4,8783	4,1	0,2376
55,8	5,0722	4,9316	0,88	0,0372	4,9475	4,9169	4,1	0,2358
	5,1914	5,1691	0,90	0,0361	5,6404	4,8997	5,8	0,2965
63,8	5,1914	4,9484	0,90	0,0377	5,6404	4,9152	5,8	0,2996
	5,1951	4,8687	0,85	0,0353	6,0929	4,9829	6,8	0,3214
86,7	5,1951	4,9339	0,85	0,0349	6,0929	5,0012	8,5	0,4033

Continuação da Tabela A.2

Resultados das análises de % cinzas e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do Processamento UPL2, de ultrafiltração leite integral na unidade CARBOSEP 2S 37 .

PROCESSAMENTO UPL2 - Unidade CARBOSEP 2S 37 **21/01/92**

P = 4 bar **T=50 C** **V=100 l** **Membrana M6 (0,08 micron)**

% CINZAS

t (min)	concentrado					permeado				
	cadinho (g)	amostra (g)	cad.+ amostra (g)	amostra calcinada (g)	cinzas %	cadinho (g)	amostra (g)	cad.+ amostra (g)	amostra calcinada (g)	cinzas %
11,7	37,6620	5,8401	43,5021	37,6953	0,57	36,6201	5,0320	41,6521	36,6341	0,28
	33,3814	5,7209	39,1023	33,4113	0,52	42,4030	4,8950	47,2980	42,4146	0,24
36,0	41,9021	5,2692	47,1713	41,9415	0,75	36,2264	5,4190	41,6454	36,2474	0,39
	31,9923	5,5349	37,5272	32,0327	0,73	30,9090	5,3160	36,2250	30,925	0,30
55,8	31,7064	5,8642	37,5706	31,7596	0,91	33,4235	5,1947	38,6182	33,4411	0,34
	35,0131	5,0607	40,6738	35,0650	1,03	31,9719	5,2015	37,1734	31,9876	0,30
63,8	39,367	4,8948	44,2618	39,4236	1,16	37,8394	5,1358	42,9752	37,8505	0,22
	31,0774	4,5014	35,5788	31,1204	0,96	33,5818	5,1126	38,6944	33,6006	0,37
86,7	29,1230	5,0394	34,1624	29,1869	1,27	20,1746	5,9737	26,1483	20,1974	0,38

% SÓLIDOS TOTAIS

t (min)	permeado					concentrado				
	placa + areia (g)	amostra (g)	pl. + areia amostra (g)	amostra seca (g)	sólidos totais %	placa+ areia (g)	amostra (g)	pl.+areia+ amostra (g)	amostra seca (g)	sólidos totais %
11,7	52,2399	4,9042	57,1441	52,4826	4,95	56,9069	5,3131	62,2200	57,5456	12,02
	47,3975	5,0356	52,4331	47,6437	4,89	72,9629	4,9589	77,9218	73,5655	12,15
36,0	65,7721	4,9042	70,7428	66,0415	4,95	66,9395	4,9135	71,8530	67,7457	16,41
	57,8014	4,8147	62,6161	58,0606	5,38	55,0058	4,8407	59,8465	55,8074	16,56
55,8	53,5553	5,2461	58,8014	53,8435	5,49	59,6008	4,8647	64,4655	60,5639	19,80
	53,3928	5,0173	58,4101	53,6651	5,43	59,2920	4,8821	64,1741	60,2527	19,68
63,8	56,0770	5,0262	61,1032	56,3569	5,57	59,2696	5,4714	64,7410	60,5158	22,78
	59,1793	4,9042	64,2275	59,4617	4,95	56,9530	5,3275	62,2805	58,1523	22,51
86,7	43,2234	5,1421	48,3655	43,5176	5,72	59,0714	4,6881	63,7595	60,5713	31,99

Tabela A.3 - Resultados das análises de % nitrogênio total , % nitrogênio não-protéico e % de nitrogênio não-caséico das amostras de permeado e concentrado do Processamento UPL3, de ultrafiltração leite integral, na unidade CARBOSEP 2S 37

PROCESSAMENTO UPL3 - Unidade CARBOSEP 2S 37 9/04/92
P= 5bar T= 55 C V=180 l Membrana M4 (20000 Daltons)

% NITROGÊNIO TOTAL (NT)

t (min)	Permeado massa (g)	Permeado vol. HCl	Permeado % NT	Concentrado massa (g)	Concentrado vol. HCl	Concentrado % NT
9,0	0,2166	0,40	0,0277			
	0,1893	0,45	0,0396			
79,8	0,2880	0,75	0,0572	0,2323	7,1	0,8835
	0,2041	0,55	0,0514	0,3154	9,2	0,8503
111,0	0,3451	0,85	0,0564	0,3885	16,2	1,2340
	0,2907	0,75	0,0567	0,3720	15,5	1,2324
141,0	0,1892	0,50	0,0475	0,2453	14,0	1,6857
	0,1826	0,45	0,0410	0,2460	14,4	1,7235
168,3	0,2014	0,55	0,0521	0,2592	19,5	2,2253
	0,1917	0,50	0,0469	0,2915	21,9	2,2254

% NITROGÊNIO NÃO - PROTÉICO (NNP)

t (min)	Permeado massa 1 (g)	Permeado massa2 (g)	Permeado vol. HCl	Permeado % NNP	Concentrado massa 1 (g)	Concentrado massa2 (g)	Concentrado vol. HCl	Concentrado % NNP
9,0	5,4205	5,3485	1,175	0,0202				
	5,4205	5,2486	1,150	0,0200				
79,8	5,0462	5,3570	1,625	0,0316	5,0542	5,3586	2,100	0,0420
	5,0462	5,2728	1,700	0,0338	5,0542	5,5710	2,250	0,0436
111,0	5,2351	5,3055	1,450	0,0270	5,3766	5,1313	1,950	0,0380
	5,2351	5,3488	1,700	0,0321	5,3766	5,5416	2,100	0,0382
141,0	5,1298	5,3005	1,725	0,0336	5,1174	5,4055	2,100	0,0412
	5,1298	5,3318	1,750	0,0340	5,1174	5,3397	2,075	0,0411
168,3	5,1421	5,7763	1,725	0,0308	5,2441	5,3406	2,100	0,0407
	5,1421	5,6652	1,750	0,0319	5,2441	4,7930	1,950	0,0417

% NITROGÊNIO NÃO - CASEICO (NNC)

t (min)	Permeado massa1	Permeado massa2 (g)	Permeado vol. HCl	Permeado %NNC	Concentrado massa1	Concentrado massa2 (g)	Concentrado vol. HCl	Concentrado %NNC
9,0	5,2574	5,0374	0,65	0,0255				
	5,2574	4,9125	0,65	0,0261				
79,8	5,1353	5,0682	0,95	0,0432	5,6122	4,9857	5,60	0,2891
	5,1353	5,0884	0,90	0,0401	5,6122	4,9497	5,55	0,2885
111,0	5,0830	5,0470	1,55	0,0788	5,0938	5,1548	5,95	0,3281
	5,0830	5,0672	1,40	0,0698	5,0938	4,9994	5,75	0,3265
141,0	5,2446	5,0362	1,05	0,0482	5,1027	5,5264	8,35	0,4330
	5,2446	5,1352	1,10	0,0501	5,1027	5,4775	8,30	0,4342
168,3	5,1106	4,9506	1,00	0,0474	4,4803	5,0126	7,90	0,5137
	5,1106	4,9295	1,05	0,0505	4,4803	5,0158	8,00	0,5200

Continuação da Tabela A . 3

Resultados das análises de % cinzas e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do Processamento UPL3, de utrafiltração de leite integral na unidade CARBOSEP 2S 37.

% CINZAS										
	permeado					concentrado				
t (min)	cadinho (g)	amostra (g)	cadinho + amostra (g)	amostra (g)	cinzas %	cadinho (g)	amostra (g)	cadinho + amostra (g)	amostra (g)	cinzas %
9,0	33,2351	5,2650	33,2561	0,0210	0,40					
	39,3783	5,1323	39,3931	0,0148	0,29					
79,8	32,8534	5,0764	32,8795	0,0261	0,51	36,2645	5,1083	36,3142	0,0497	0,97
	27,7410	5,0968	27,7610	0,0200	0,39	34,2655	5,1802	34,3156	0,0501	0,97
111,0	37,8576	5,2249	37,8871	0,0295	0,56	33,1378	5,2240	33,1962	0,0584	1,12
	33,0308	5,1286	33,0560	0,0252	0,49	31,9654	5,1918	32,0278	0,0624	1,20
141,0	60,5130	5,0968	60,5397	0,0267	0,52	36,4488	5,0942	36,5211	0,0723	1,42
	59,0468	5,0698	59,0715	0,0247	0,49	33,5994	5,2029	33,6756	0,0762	1,46
168,3	60,4948	5,1700	60,5215	0,0267	0,52	30,9169	5,0040	31,0016	0,0847	1,69
	60,3824	5,0651	60,4057	0,0233	0,46	37,6635	5,0345	37,7493	0,0858	1,70

% SÓLIDOS TOTAIS										
	permeado					concentrado				
t (min)	placa + areia (g)	amostra (g)	placa+areia+ amostra (g)	amostra seca (g)	sólidos totais %	placa + areia (g)	amostra (g)	placa+areia+ amostra (g)	amostra seca (g)	sólidos totais %
9,0	62,2413	67,3715	62,4616	0,2203	4,2942					
	59,3083	64,3453	59,5231	0,2148	4,2644					
79,8	53,9683	58,6910	54,2308	0,2625	5,5583	57,5009	62,4680	58,3687	0,8678	17,47
	58,8777	63,3472	59,1252	0,2475	5,5375	56,2773	61,2680	57,1550	0,8777	17,59
111,0	67,3998	72,1896	67,6755	0,2757	5,7560	73,0958	78,2875	74,3286	1,2328	23,75
	47,2420	52,0986	47,5219	0,2799	5,7633	58,8905	63,5255	59,9997	1,1092	23,93
141,0	60,7772	65,0509	61,0283	0,2511	5,8755	75,5652	80,3652	77,0783	1,5131	31,52
	44,5027	49,5085	44,7965	0,2938	5,8692	45,4281	50,4950	47,0210	1,5929	31,44
168,3	61,2752	66,1673	61,5695	0,2943	6,0158	57,9744	62,6862	59,7830	1,8086	38,38
	57,5349	62,7325	57,8443	0,3094	5,9527	54,9664	59,7459	56,7971	1,8307	38,30

Tabela A.4 - Resultados das análises de % nitrogênio total , % cinzas e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do Processamento UPL4 , de ultrafiltração de leite integral na unidade CARBOSEP 2S 37 .

PROCESSAMENTO UPL4 - Unidade CARBOSEP 2S37 — 20/02/92

P= 4Bar — T= 55 C — V=212 l — Membrana M6 (0,08 mícron)

t (min)	% NITROGÊNIO TOTAL (NT)						% CINZAS				
	Permeado			Concentrado			concentrado				
	massa (g)	vol. HCl	% NT	massa (g)	vol. HCl	% NT	cadinho (g)	amostra (g)	cadinho amostra (g)	mostra (g)	cinzas %
11,9	0,6779	0,80	0,0243								
	0,5215	0,70	0,0259								
102,7	0,2305	0,45	0,0260	0,2546	5,0	0,5531	29,2533	5,1630	29,3023	0,0490	0,95
	0,2074	0,40	0,0217	0,2646	7,3	0,7927	32,8419	5,2229	32,9	0,0539	1,03
146,8	0,1962	0,40	0,0229	0,2095	9,0	1,2550	30,7799	4,9907	30,8449	0,0650	1,30
	0,2049	0,45	0,0292	0,1868	7,9	1,2271	38,1683	5,0297	38,2320	0,0637	1,27
171,2	0,2139	0,50	0,0350	0,2200	12,3	1,6344	35,3889	5,5885	35,4612	0,0723	1,29
	0,2633	0,75	0,0569	0,1915	10,9	1,6703	31,0701	5,2428	31,1445	0,0744	1,42
209,8	0,1889	0,65	0,0634	0,1988	14,9	2,2080	40,8759	5,3336	40,9600	0,0841	1,58
	0,2150	0,60	0,0488	0,2398	18,1	2,2272	37,2855	5,6255	37,3710	0,0855	1,52

t (min)	% SÓLIDOS TOTAIS									
	permeado					concentrado				
	placa+ areia (g)	amostra (g)	placa+areia + amostra (g)	amostra seca (g)	sólidos totais %	placa+ areia (g)	amostra (g)	l.+areia amostra (g)	amostra seca (g)	sólidos totais %
11,9	52,6941	57,6090	52,9168	0,2227	4,53					
	42,7649	47,2025	42,9665	0,2016	4,54					
102,7	70,3579	75,0459	70,6159	0,2580	5,50	43,8371	48,1728	44,5607	0,7236	16,69
	57,0064	62,1262	57,2862	0,2798	5,47	53,1382	58,2900	53,9949	0,8567	16,63
146,8	54,9907	59,2164	55,2284	0,2377	5,63	45,6123	50,3989	46,6943	1,0820	22,60
	58,1927	63,1829	58,4739	0,2812	5,64	62,3922	67,8103	63,6249	1,2327	22,75
171,2	60,8293	65,4661	61,1002	0,2709	5,84	59,2588	64,1426	60,6680	1,4092	28,85
	59,0812	64,7013	59,4103	0,3291	5,86	56,9848	61,7690	58,3638	1,3790	28,82
209,8	72,8297	77,4076	73,0995	0,2698	5,89	44,1215	49,0442	45,9660	1,8445	37,47
	59,5705	64,1450	59,8394	0,2689	5,88	57,3857	62,0800	59,1465	1,7608	37,51

Tabela A . 5 - Resultados das análises de % nitrogênio total , % cinzas e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do processamento UPLC1 de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente, na unidade CARBOSEP 2S 37 .

PROCESSAMENTO UPLC1 - Unidade CARBOSEP 2S 37 — 15/01/91

P = 4 bar — T = 35 C — V = 98 l — Membrana M4 (20000 Daltons)

	% NITROGÊNIO TOTAL					
	permeado			concentrado		
t (min)	massa (g)	vol. HCl	% NT	massa (g)	vol. HCl	% NT
0,0	1,7051	0,90	0,0119	0,3463	5,00	0,4025
	1,7354	0,95	0,0125	0,2555	3,85	0,4148
0,8	1,9641	3,35	0,0466	0,2669	5,10	0,5331
	1,8376	3,00	0,0442	0,2612	5,00	0,5336
7,2	1,8711	3,80	0,0559	0,2846	6,75	0,6683
	1,9143	4,10	0,0592	0,3479	8,20	0,6677
12,2	1,8237	3,65	0,0549	0,3532	8,50	0,6824
	1,8422	3,80	0,0567	0,3690	9,25	0,7122
17,2	1,8130	3,60	0,0545	0,3635	9,45	0,7389
	1,7178	3,55	0,0566	0,4848	12,60	0,7427
22,2	1,8077	3,60	0,0546	0,4356	12,65	0,8300
	1,7596	3,60	0,0561	0,3830	11,30	0,8416
32,2	1,9015	3,90	0,0565	0,2506	10,65	1,2109
	1,8216	3,90	0,0590	0,2621	10,95	1,1910
37,2	1,7133	4,00	0,0644	0,3756	18,95	1,4496
	1,6870	4,15	0,0680	0,3161	15,45	1,4009
42,2	2,2598	5,50	0,0681	0,3690	21,85	1,7038
	1,8281	4,55	0,0691	0,2653	16,90	1,8279

	% CINZAS									
	permeado					concentrado				
t (min)	cadinho (g)	amostra (g)	cadinho + amostra (g)	amostra (g)	cinzas %	cadinho (g)	amostra (g)	cadinho + amostra (g)	amostra (g)	cinzas %
0,0	33,0550	5,0145	33,0586	0,0036	0,0718	38,2379	5,5561	38,2779	0,0400	0,7199
	33,2423	4,8365	33,2446	0,0023	0,0476	39,3649	5,6419	39,4073	0,0424	0,7515
0,8	35,8973	5,0736	35,9209	0,0236	0,4652	33,1526	5,7821	33,1945	0,0419	0,7247
	34,2294	5,3133	34,2514	0,0220	0,4141	35,9002	5,9868	35,9420	0,0418	0,6982
7,2	33,6151	5,0933	33,6391	0,0240	0,4712	37,6578	4,9755	37,7089	0,0511	1,0270
	32,4281	5,1006	32,4512	0,0231	0,4529	33,2644	6,4413	33,3234	0,0590	0,9160
12,2	34,9986	5,1980	35,0216	0,0230	0,4425	34,9997	5,034	35,0389	0,0392	0,7787
	36,3970	5,2421	36,4221	0,0251	0,4788	33,2420	4,8558	33,2820	0,0400	0,8238
17,2	33,1532	5,1023	33,1769	0,0237	0,4645	33,2683	5,2041	33,3135	0,0452	0,8685
	36,5641	4,9353	36,5861	0,0220	0,4458	51,4302	5,0072	51,4740	0,0438	0,8747
22,2	36,5647	5,0834	36,5816	0,0169	0,3325	31,9550	5,4808	32,0054	0,0504	0,9196
	36,3988	5,2192	36,4216	0,0228	0,4368	33,0530	5,0974	33,0981	0,0451	0,8848
32,2	34,2282	5,0803	34,2462	0,0180	0,3543	33,0504	3,6948	33,1007	0,0503	1,3614
	36,2211	5,1646	36,2421	0,0210	0,4066	39,3613	3,9305	39,4125	0,0512	1,3026
37,2	31,5970	5,0483	31,6258	0,0288	0,5705	31,6012	5,2071	31,6693	0,0681	1,3078
	38,2339	5,1140	38,2615	0,0276	0,5397	36,6122	5,0478	36,6803	0,0681	1,3491
42,2	33,5808	5,1595	33,6099	0,0291	0,5640	33,6162	5,0822	33,6900	0,0738	1,4521
	33,7075	4,9906	33,7362	0,0287	0,5751	33,5849	5,1045	33,6590	0,0741	1,4517

	% SÓLIDOS TOTAIS									
	permeado					concentrado				
t (min)	placa+ areia (g)	amostra (g)	pl.+areia. amostra (g)	amostra seca (g)	sólidos totais %	placa+ areia (g)	amostra (g)	pl.+areia. amostra (g)	amostra seca (g)	sólidos totais %
0,0	69,3988	74,3422	69,4194	0,0206	0,42	69,0184	75,0971	69,7235	0,7051	11,60
	74,0702	78,9254	74,0914	0,0212	0,44	66,1602	72,8976	66,9291	0,7689	11,41
0,8	66,3964	71,4275	66,6680	0,2716	5,40	60,7790	66,4171	61,4911	0,7121	12,63
	78,3957	83,3862	78,6664	0,2707	5,42	69,8585	75,6260	70,5730	0,7145	12,39
7,2	60,2825	65,3899	60,5672	0,2847	5,57	68,1724	73,0599	68,9752	0,8028	16,43
	71,0555	76,1823	71,3436	0,2881	5,62	87,0843	92,3594	87,9170	0,8327	15,79
12,2	66,0298	71,2352	66,3278	0,2980	5,72	64,5280	71,3419	65,6167	1,0887	15,98
	58,1542	63,3442	58,4453	0,2911	5,61	70,5571	75,9303	71,4048	0,8477	15,78
17,2	83,9258	88,9518	84,2120	0,2862	5,69	69,0890	74,0213	69,9382	0,8492	17,22
	70,3934	75,3623	70,6725	0,2791	5,62	86,1589	90,7021	86,9191	0,7602	16,73
22,2	67,6017	72,7070	67,8956	0,2939	5,76	71,9827	79,7261	73,4152	1,4325	18,50
	83,1641	88,2501	83,4555	0,2914	5,73	59,2978	66,6963	60,6525	1,3547	18,31
32,2	68,7314	73,8199	69,0123	0,2809	5,52	81,8901	87,1556	83,1406	1,2505	23,75
	57,0884	62,1857	57,3765	0,2881	5,65	75,0529	80,3854	76,3381	1,2852	24,10
37,2	59,4897	64,6349	59,7934	0,3037	5,90	82,1600	91,2936	84,8427	2,6827	29,37
	72,0786	77,1829	72,3724	0,2938	5,76	69,2389	78,0296	71,8222	2,5833	29,39
42,2	65,9973	70,1249	66,2380	0,2407	5,83	71,5610	76,7783	73,3310	1,7700	33,93
	60,0612	65,1606	60,3626	0,3014	5,91	60,8648	66,8985	62,9122	2,0474	33,93

Tabela A . 6 - Resultados das análises de nitrogênio total e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do Processamento UPLC3, de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente na unidade CARBOSEP 2S 37.

PROCESSAMENTO UPLC3 - Unidade CARBOSEP 2S 37 7/11/90

P = 5 bar T= 35 C V=100 l Membrana M4 (20000 Daltons)

	NITOGÊNIO TOTAL					
	Permeado			Concentrado		
t (min)	massa (g)	vol. HCl	% NT	massa (g)	vol. HCl	% NT
0,0				0,3600	5,60	0,4747
				0,3002	4,20	0,4216
9,0	0,2325	0,53	0,0442	0,1977	4,15	0,6322
	0,2465	0,50	0,0385	0,2299	4,50	0,5919
14,0	0,2209	0,50	0,0430	0,2008	4,20	0,6304
	0,2009	0,45	0,0394	0,1975	4,20	0,6409
19,0				0,3058	7,50	0,7554
				0,2293	5,55	0,7383
24,0	0,2099	0,50	0,0452	0,2700	8,75	1,0021
	0,2421	0,50	0,0431	0,3447	12,10	1,0924
29,0	0,2271	0,50	0,0432	0,2986	11,15	1,1604
	0,2020	0,48	0,0431	0,3520	13,40	1,1867
34,0	0,2197	0,50	0,0432	0,2957	13,80	1,4554
	0,2120	0,50	0,0448	0,2054	10,50	1,5868

	% SÓLIDOS TOTAIS				
	permeado				
t (min)	placa+ areia (g)	pl.+areia+ amostra (g)	placa+areia amostra seca (g)	amostra seca (g)	sólidos totais %
9,0	60,6617	65,7467	60,9458	0,2841	5,59
	77,9292	82,9685	78,2081	0,2789	5,53
14,0	75,4939	80,5068	75,7714	0,2775	5,54
	67,9976	73,2265	68,2891	0,2915	5,57
24,0	71,7478	76,7793	72,0236	0,2758	5,48
	67,2756	72,3164	67,5570	0,2814	5,58
29,0	53,5314	58,6106	53,8170	0,2856	5,62
	71,3939	76,3622	71,6752	0,2813	5,66
34,0	76,3529	81,2570	76,6293	0,2764	5,64
	55,2783	60,2486	55,5617	0,2834	5,70

	% SÓLIDOS TOTAIS				
	concentrado				
t (min)	placa+ areia (g)	pl.+areia+ amostra (g)	placa+areia amostra seca (g)	amostra seca (g)	sólidos totais %
0,0	69,8888	76,3283	70,6293	0,7405	11,50
	66,9472	72,3655	67,5628	0,6156	11,36
9,0	64,3558	71,1820	65,3163	0,9605	14,07
	73,1998	78,0121	73,8730	0,6732	13,99
14,0	67,1298	72,8195	67,9826	0,8528	14,99
	60,8857	66,8341	61,7104	0,8247	13,86
19,0	81,5817	86,2626	82,2954	0,7137	15,25
	64,5963	69,7421	65,4152	0,8189	15,91
24,0	68,2506	73,0207	69,2059	0,9553	20,03
	78,9498	83,6514	79,9222	0,9724	20,68
29,0	65,5709	70,6668	66,7127	1,1418	22,41
	65,5100	70,4426	66,6188	1,1088	22,48
34,0	68,7703	73,7594	70,1105	1,3402	26,86
	77,9138	82,4090	79,1360	1,2222	27,19

Tabela A . 7- Resultados das análises de % nitrogênio total e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do processamento UPLC4a , de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente, com Fcv = 1,0 , sem limpeza intermediária da membrana , na unidade CARBOSEP 2S 37.

PROCESSAMENTO UPLC4a - Unidade CARBOSEP 2S 37						29/09/90
Fcv = 1,0			Membrana M4 (20000 Daltons)			
P = 3 bar			T = 35 C			V = 75,0 l
	% Nitrogênio Total					
	Permeado			Concentrado		
t (min)	massa (g)	vol. HCl	% NT	massa (g)	vol. HCl	% NT
0,0	0,2424	0,50	0,0338			
	0,2261	0,45	0,0302			
10,0	0,2023	0,50	0,0404	0,2500	3,30	0,3370
	0,2130	0,50	0,0384	0,1815	2,50	0,3444
25,0	0,1961	0,45	0,0348	0,2044	4,45	0,5650
	0,2060	0,50	0,0397	0,2366	4,95	0,5456
40,0	0,2168	0,45	0,0315	0,2179	2,75	0,3180
	0,2553	0,50	0,0320			

	% Sólidos Totais				
	permeado				
t (min)	placa+ areia (g)	placa+areia+ amostra (g)	amostra (g)	amostra seca (g)	sólidos totais, %
0,0	71,3852	76,2844	4,8992	71,6420	5,24
	68,6310	73,6346	5,0036	68,8904	5,18
10,0	51,9101	57,0330	5,1229	52,1617	4,91
	51,9797	57,0600	5,0803	52,2320	4,97
25,0	74,9474	79,9839	5,0365	75,2141	5,30
	71,1977	76,1953	4,9976	71,4667	5,38
40,0	44,6729	49,7870	5,1141	44,9369	5,16
	53,2969	58,4264	5,1295	53,5680	5,29

	% Sólidos Totais				
	concentrado				
t (min)	placa+ areia (g)	placa+areia+ amostra (g)	amostra (g)	amostra seca (g)	sólidos totais, %
0,0	52,4918	61,3048	8,8130	53,5130	11,5874
	55,7117	62,9091	7,1974	56,6524	13,0700
10,0	53,0654	58,3664	5,3010	53,8165	14,1690
	54,9154	61,0218	6,1064	55,7980	14,4537
25,0	55,9823	61,8751	5,8928	56,8320	14,4193
	54,4826	59,8322	5,3496	55,2694	14,7076
40,0	54,5091	60,4170	5,9079	55,3492	14,2199
	57,5664	64,8950	7,3286	58,5790	13,8171

Tabela A .8 - Resultados das análises de % nitrogênio total e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do processamento UPLC4b , de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente, com Fcv = 1,0 , sem limpeza intermediária da membrana , na unidade CARBOSEP 2S 37.

PROCESSAMENTO UPLC4b - Unidade CARBOSEP 2S 37						29/09/90
Fcv = 1,0				Membrana M4 (20000 Daltons)		
P= 4 bar		T= 35 C			V = 75,0 l	
	% Nitrogênio Total					
	Permeado			Concentrado		
t (min)	massa (g)	vol. HCl	% NT	massa (g)	vol. HCl	% NT
55,0	0,2233	0,45	0,0305			
	0,2040	0,40	0,0267			
70,0	0,2417	0,40	0,0226	0,2337	5,50	0,6163
	0,2318	0,40	0,0235	0,2254	5,45	0,6330
85,0	0,1980	0,45	0,0344	0,2266	5,15	0,5936
	0,2056	0,45	0,0332	0,206	4,4	0,5541
	% Sólidos Totais					
	permeado					
t (min)	placa+ areia (g)	placa+areia+ amostra (g)		amostra (g)	amostra seca (g)	sólidos totais, %
55,0	61,2757	66,4675		5,1918	61,5205	4,72
	50,7295	55,8255		5,0960	50,9874	5,06
70,0	46,2476	51,4103		5,1627	46,5098	5,08
	55,3221	60,4039		5,0818	55,5865	5,20
85,0	58,5264	63,5644		5,0380	58,7489	4,42
	52,9176	58,0080		5,0904	53,166	4,88
	% Sólidos Totais					
	concentrado					
t (min)	placa+ areia (g)	placa+areia+ amostra (g)		amostra (g)	amostra seca (g)	sólidos totais, %
55,0	53,4732	58,2817		4,8085	54,1228	13,51
	56,9084	61,4581		4,5497	57,5424	13,93
70,0	72,0925	79,7862		7,6937	73,1905	14,27
	73,7611	80,0286		6,2675	74,6581	14,31
85,0	67,5763	75,5475		7,9712	68,6939	14,02
	73,4646	82,0701		8,6055	74,7042	14,40

Tabela A .9 - Resultados das análises de % nitrogênio total e % sólidos totais das amostras de permeado e concentrado do processamento UPLC4c , de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente, com Fcv = 1,0 , sem limpeza intermediária da membrana , na unidade CARBOSEP 2S 37.

PROCESSAMENTO UPLC4c - Unidade CARBOSEP 2S 37						29/09/90
Fcv = 1,0			Membrana M4 (20000 Daltons)			
P= 5 bar		T= 35 C		V = 75,0 l		
	% Nitrogênio Total					
	permeado			concentrado		
t (min)	massa (g)	vol. HCl	% NT	massa (g)	vol. HCl	% NT
85,0	0,2143	0,45	0,0318	0,2037	5,25	0,6737
	0,2057	0,40	0,0265	0,2272	5,45	0,6280
100,0	0,2364	0,40	0,0231	0,2337	5,40	0,6047
	0,2036	0,40	0,0268	0,2398	5,75	0,6290
115,0	0,2005	0,43	0,0306	0,2977	6,95	0,6162
	0,2002	0,40	0,0272	0,1975	4,70	0,6192
	% Sólidos Totais					
	permeado					
t (min)	placa+ areia (g)	placa+areia+ amostra (g)		amostra (g)	amostra seca (g)	sólidos totais, %
85,0	53,8507	58,7855		4,9348	54,1022	5,10
	58,2982	63,3076		5,0094	58,5611	5,25
100,0	66,8538	71,7900		4,9362	67,0856	4,70
	58,2226	63,3493		5,1267	58,4742	4,91
115,0	51,9487	56,9295		4,9808	52,1944	4,93
	62,7390	67,7509		5,0119	62,9734	4,68
	% Sólidos Totais					
	concentrado					
t (min)	placa+ areia (g)	placa+areia+ amostra (g)		amostra (g)	amostra seca (g)	sólidos totais, %
85,0	71,5907	79,6178		8,0271	72,4012	10,10
	71,8640	78,4548		6,5908	72,7837	13,95
100,0	72,7741	80,4606		7,6865	73,7206	12,31
	73,4407	84,5308		11,0901	74,8629	12,82
115,0	74,7705	82,3707		7,6002	76,4986	22,74
	79,3337	86,4312		7,0975	80,9555	22,85

Tabela A . 10 - Resultados das análises de % nitrogênio total , % nitrogênio não-protéico para o Processamento UBLC1 de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.

PROCESSAMENTO UBLC1 - Unidade MICROCARBOSEP 40

Membrana M45 (0,08 micron) Ja = 1493,3 l/h.m2 (2 bar e 30 C)

P = 3 bar T = 35 C % Proteína Inicial = 2,94 6/05/94

tempo (min)	% NITROGÊNIO TOTAL (NT)		
	massa (g)	vol. HCl	% NT
9,0	1,1869	1,95	0,0635
	0,7683	1,20	0,0604
	0,7910	1,25	0,0611
111,0	0,7838	1,15	0,0567
	0,7808	1,05	0,0520
	0,7532	1,05	0,0539
169,0	0,7682	1,30	0,0654
	0,8008	1,65	0,0797
	0,7656	1,45	0,0732
209,0	0,8614	2,15	0,0965
	0,8097	1,95	0,0931
	0,8059	2,00	0,0959
239,0	0,7825	2,70	0,1334
	0,7818	2,70	0,1335
	0,8020	2,95	0,1422
269,0	0,7613	3,25	0,1650
	0,7830	3,40	0,1679
	0,7814	3,45	0,1707

tempo (min)	% NITROGÊNIO NÃO-PROTÉICO (NNP)			
	massa1 (g)	massa2 (g)	vol. HCl	%NNP
9,0	5,0882	5,2095	1,60	0,0341
	5,0882	5,1216	1,60	0,0347
	5,0882	5,3778	1,60	0,0331
111,0	5,4774	5,0982	1,65	0,0334
	5,4774	5,0733	1,60	0,0325
	5,4774	5,0176	1,65	0,0339
169,0	5,0455	5,0831	1,60	0,0353
	5,0455	5,0829	1,60	0,0353
	5,0455	5,1009	1,60	0,0351
209,0	5,0878	5,0684	1,75	0,0384
	5,0878	5,0893	1,75	0,0382
	5,0878	5,0812	1,85	0,0404
239,0	5,1077	5,0299	1,95	0,0429
	5,1077	5,0301	2,00	0,0440
	5,1077	5,0322	2,05	0,0451
269,0	4,9422	5,0088	2,05	0,0468
	4,9422	5,0179	2,15	0,0490
	4,9422	5,0393	2,10	0,0477

Tabela A . 11 - Resultados das análises de % nitrogênio não-caséico , % sólidos totais e % cinzas, para o Processamento UBLC1 , de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.

tempo (min)	% NITROGÊNIO NÃO-CASÉICO (NNC)			
	massa1 (g)	massa2 (g)	vol. HCl	%NNC
9,0	5,0146	5,0995	1,15	0,0635
	5,0146	5,1128	0,80	0,0441
	5,0146	5,0262	0,85	0,0477
111,0	5,0679	5,1099	0,80	0,0437
	5,0679	5,1211	0,85	0,0463
	5,0679	5,0810	0,00	0,0000
169,0	5,0348	5,2014	1,10	0,0594
	5,0348	5,2996	1,05	0,0556
	5,0348	5,3123	0,95	0,0502
209,0	5,0428	5,1971	1,20	0,0647
	5,0428	5,1247	1,20	0,0656
	5,0428	5,0936	1,25	0,0688
239,0	5,1110	5,0842	1,80	0,0979
	5,1110	5,0620	1,75	0,0956
	5,1110	5,1060	1,85	0,1002
269,0	5,1456	5,3433	2,25	0,1156
	5,1456	5,2163	2,35	0,1237
	5,1456	5,1505	0,00	0,0000
tempo (min)	% SÓLIDOS TOTAIS			
	placa+areia (g)	amostra (g)	pl.+areia+ am. seca (g)	% Sólidos Totais
9,0	56,0420	5,0116	56,3197	5,5411
	58,3934	5,0862	58,6738	5,5130
111,0	57,6009	5,0834	57,8939	5,7639
	56,9629	5,1389	57,2585	5,7522
169,0	61,0166	5,1784	61,3136	5,7354
	59,7294	5,0942	60,0230	5,7634
209,0	57,6009	5,0834	57,8939	5,7639
	56,9629	5,1389	57,2585	5,7522
239,0	56,8370	4,9689	57,1284	5,8645
	74,4979	5,0989	74,8094	6,1092
269,0	58,5964	5,0379	58,9068	6,1613
tempo (min)	% CINZAS			
	cadinho (g)	amostra (g)	cad.+amostra (g)	%Cinzas
9,0	59,5267	5,0373	59,5518	0,4983
	62,4448	5,0786	62,4725	0,5454
111,0	59,7792	5,0887	59,8070	0,5463
	59,1560	5,1092	59,1814	0,4971
169,0	69,9876	5,5110	70,0175	0,5426
	72,0597	5,4872	72,0902	0,5558
209,0	59,7792	5,0887	59,8070	0,5463
	59,1560	5,1092	59,1814	0,4971
239,0	71,8995	5,1570	71,9257	0,5080
	69,0255	5,0324	69,0504	0,4948
269,0	70,2958	5,2627	70,3296	0,6423
	71,7121	5,0893	71,7556	0,8547

Tabela A .12 -Dados experimentais de tempo , t , fluxo de permeado , Jp e fator de concentração volumétrica , Fcv , para o Processamento UBLC1 , de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.

PROCESSAMENTO UBLC1 - Unidade MICROCARBOSEP 40				6/05/94
P = 3 Bar	Membrana M45 (0,08 micron)		V = 1920ml	
T = 35 C	Ja = 1493,3 l/h.m2 (2 bar e 30 C)			
t (min)	Vperm (ml)	vazão (l/h)	fluxo, Jp (l/h.m2)	Fcv
0,0	0,0			1,0
1,0	9,5	0,6	76,0	1,0
2,0	18,3	0,5	70,4	1,0
4,0	40,5	0,7	88,8	1,0
5,0	48,8	0,5	66,4	1,0
6,0	56,4	0,5	60,8	1,0
7,0	63,2	0,4	54,4	1,0
8,0	71,0	0,5	62,4	1,0
9,0	78,4	0,4	59,2	1,0
10,0	85,1	0,4	53,6	1,0
13,0	105,9	0,4	55,5	1,1
16,0	125,6	0,4	52,5	1,1
21,0	159,4	0,4	54,1	1,1
26,0	191,5	0,4	51,4	1,1
31,0	222,0	0,4	48,8	1,1
36,0	252,3	0,4	48,5	1,2
41,0	283,1	0,4	49,3	1,2
46,0	310,5	0,3	43,8	1,2
51,0	340,8	0,4	48,5	1,2
56,0	371,9	0,4	49,8	1,2
61,0	399,0	0,3	43,4	1,3
66,0	433,1	0,4	54,6	1,3
71,0	464,0	0,4	49,4	1,3
76,0	490,0	0,3	41,6	1,3
81,0	513,5	0,3	37,6	1,4
86,0	541,1	0,3	44,2	1,4
91,0	566,5	0,3	40,6	1,4
111,0	670,7	0,3	41,7	1,5
116,0	695,4	0,3	39,5	1,6
121,0	720,2	0,3	39,7	1,6
126,0	744,7	0,3	39,2	1,6
131,0	770,4	0,3	41,1	1,7
136,0	794,2	0,3	38,1	1,7
139,0	807,8	0,3	36,3	1,7
144,0	833,9	0,3	41,8	1,8
149,0	858,6	0,3	39,5	1,8
154,0	882,0	0,3	37,4	1,8
159,0	906,3	0,3	38,9	1,9
164,0	930,1	0,3	38,1	1,9
169,0	953,2	0,3	37,0	2,0
174,0	976,9	0,3	37,9	2,0
179,0	999,6	0,3	36,3	2,1
184,0	1022,3	0,3	36,3	2,1
189,0	1046,2	0,3	38,2	2,2
194,0	1070,0	0,3	38,1	2,3
199,0	1094,4	0,3	39,0	2,3
204,0	1118,4	0,3	38,4	2,4
209,0	1141,2	0,3	36,5	2,5
224,0	1211,5	0,3	37,5	2,7
229,0	1239,1	0,3	44,2	2,8
239,0	1292,8	0,3	43,0	3,1
259,0	1393,8	0,3	40,4	3,6

Tabela A .13 - Resultados das análises de % nitrogênio total e % nitrogênio não-protéico, para o Processamento UBLC2, de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente, na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.

PROCESSAMENTO UBLC2 - Unidade MICROCARBOSEP 40

P= 3 bar — Membrana M14 (0,14 micron) — V=1766ml

T = 35 C — Ja = 392 l/h.m2 (2 bar e 30 C) — 1/09/94

	% NITROGÊNIO TOTAL (NT) (PERMEADO)			
tempo (min)	massa (g)		vol. HCl	% NT
8,0	0,8994		1,45	0,0491
	0,8578		1,40	0,0497
	0,8638		1,40	0,0494
65,0	0,7100		1,15	0,0494
	0,7080		1,25	0,0538
	0,7166		1,25	0,0532
110,0	0,8690		1,65	0,0579
	0,8237		1,55	0,0574
	0,8165		1,60	0,0597
135,0	0,7337		1,65	0,0685
	0,7182		1,65	0,0700
	0,7361		1,70	0,0704
150,0	0,8631		3,00	0,1059
	0,8064		2,80	0,1058
	0,8086		2,90	0,1093
160,0	0,7767		3,60	0,1413
	0,7182		2,95	0,1252
	0,7419		3,05	0,1253
173,0	0,7137		3,30	0,1409
	0,7453		3,60	0,1472
	0,7321		3,55	0,1478
	% NITROGÊNIO NÃO-PROTÉICO (NNP) (PERMEADO)			
tempo (min)	massa1 (g)	massa2 (g)	vol. HCl	%NNP
8,0	5,0324	5,1644	1,25	0,0272
	5,0324	5,1640	1,35	0,0294
	5,0324	5,1374	1,25	0,0273
65,0	5,0591	5,2075	1,30	0,0279
	5,0591	5,2169	1,35	0,0289
	5,0591	5,2560	1,45	0,0308
110,0	5,0745	5,1657	1,50	0,0323
	5,0745	5,1018	1,45	0,0317
	5,0745	5,1841	1,50	0,0322
135,0	5,0142	5,6119	1,75	0,0352
	5,0142	5,2275	1,65	0,0356
	5,0142	4,5772	1,40	0,0345
150,0	5,0481	5,2384	1,60	0,0342
	5,0481	5,0830	1,85	0,0408
	5,0481	5,2842	1,85	0,0392
160,0	5,1453	5,2668	2,10	0,0438
	5,1453	5,1590	2,05	0,0437
	5,1453	4,8632	2,00	0,0452
173,0	5,0410	5,1198	2,20	0,0482
	5,0410	5,1156	2,20	0,0482
	5,0410	5,2514	2,20	0,0470

Tabela A .14 - Resultados das análises de % nitrogênio não-caséico, % sólidos totais e % cinzas para o Processamento UBLC2, de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente, na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40. (PERMEADO)

	% NITROGÊNIO NÃO-CASÉICO (NNC)			
tempo (min)	massa1 (g)	massa2 (g)	vol. HCl	%NNC
8,0	5,0775	5,0352	0,95	0,0525
	5,0775	5,0539	0,95	0,0523
	5,0775	5,0529	0,95	0,0523
65,0	5,1381	5,0711	0,95	0,0515
	5,1381	5,0801	1,00	0,0541
	5,1381	5,0416	1,00	0,0546
110,0	4,9932	5,1135	1,10	0,0609
	4,9932	5,0635	1,10	0,0615
	4,9932	5,0911	1,10	0,0611
135,0	5,0386	5,1563	1,30	0,0707
	5,0386	5,0582	1,20	0,0665
	5,0386	5,0523	1,25	0,0694
150,0	5,0915	5,1289	1,90	0,1028
	5,0915	5,0491	1,90	0,1044
	5,0915	5,2045	1,85	0,0987
160,0	5,1010	5,0837	2,10	0,1144
	5,1010	5,0889	2,15	0,1170
	5,1010	5,1109	2,15	0,1165
173,0	5,1232	5,2372	2,60	0,1369
	5,1232	5,1927	2,55	0,1355
	5,1232	5,0978	2,55	0,1380

	% SÓLIDOS TOTAIS				
tempo (min)	placa+areia (g)	amostra (g)	placa+areia+am. (g)	amostra seca (g)	sólidos totais, %
8,0	60,4875	5,0568	60,7657	0,2782	5,5015
	59,1316	4,9780	59,4130	0,2814	5,6529
65,0	58,7014	5,0488	58,9915	0,2901	5,7459
	61,9751	5,1939	62,2743	0,2992	5,7606
110,0	60,5953	4,9506	60,8896	0,2943	5,9447
	68,1403	5,0024	68,4385	0,2982	5,9611
135,0	59,9039	5,1144	60,2056	0,3017	5,8990
	58,4889	5,1381	58,7891	0,3002	5,8426
150,0	60,5834	5,0202	60,8881	0,3047	6,0695
	41,2064	5,0606	41,5142	0,3078	6,0823
173,0	57,7194	5,0765	58,0397	0,3203	6,3095
	62,1331	5,0348	62,4503	0,3172	6,3002

	% CINZAS				
tempo (min)	cadinho (g)	amostra (g)	cad,+amostra (g)	amostra (g)	cinzas %
8,0	59,5356	5,0273	59,5538	0,0182	0,3620
	71,3340	5,0251	71,3568	0,0228	0,4537
65,0	73,0662	5,0180	73,0858	0,0196	0,3906
	70,3916	4,9765	70,412	0,0204	0,4099
110,0	70,8984	5,0309	70,9227	0,0243	0,4830
	72,1042	5,0172	72,1288	0,0246	0,4903
135,0	62,4493	5,0214	62,4678	0,0185	0,3684
	63,4574	5,1133	63,4770	0,0196	0,3833
150,0	72,0366	5,1578	72,0635	0,0269	0,5215
	59,5601	5,1551	59,5856	0,0255	0,4947
160,0	62,4493	5,0214	62,4678	0,0185	0,3684
	63,4574	5,1133	63,4770	0,0196	0,3833
173,0	60,4521	4,9904	60,4750	0,0229	0,4589
	72,0722	4,9092	72,0973	0,0251	0,5113

Tabela A . 15 -Dados experimentais de tempo , t , fluxo de permeado , Jp , e fator de concentração volumétrica , Fcv , para o Processamento UBLC2 , de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.

PROCESSAMENTO UBLC2 - Unidade MICROCARBOSEP 40				
P = 3 bar	Membrana M14 (0,14 micron)		V = 1766ml	1/09/94
T = 35 C	Ja = 392 l/h.m2 (2 bar e 30 C)			
t (min)	Vperm (ml)	vazão (l/h)	fluxo , Jp (l/h.m2)	Fcv
0,5	7,8	0,9	124,8	1,0
1,0	15,1	0,9	116,8	1,0
1,5	20,9	0,7	92,8	1,0
2,0	26,9	0,7	96,0	1,0
2,5	32,6	0,7	91,2	1,0
3,0	38,3	0,7	91,2	1,0
3,5	43,5	0,6	83,2	1,0
4,0	48,7	0,6	83,2	1,0
4,5	54,0	0,6	84,8	1,0
5,0	59,0	0,6	80,0	1,0
8,0	87,7	0,6	76,5	1,1
11,0	115,0	0,5	72,8	1,1
12,0	124,6	0,6	76,8	1,1
13,0	134,0	0,6	75,2	1,1
14,0	143,0	0,5	72,0	1,1
15,0	151,8	0,5	70,4	1,1
18,0	178,8	0,5	72,0	1,1
21,0	204,7	0,5	69,1	1,1
24,0	230,3	0,5	68,3	1,1
27,0	255,0	0,5	65,9	1,2
30,0	280,0	0,5	66,7	1,2
33,0	305,3	0,5	67,5	1,2
37,0	337,9	0,5	65,2	1,2
40,0	361,6	0,5	63,2	1,3
43,0	385,3	0,5	63,2	1,3
47,0	417,0	0,5	63,4	1,3
49,0	433,4	0,5	65,6	1,3
52,0	455,9	0,5	60,0	1,3
53,0	462,5	0,4	52,8	1,4
55,0	479,0	0,5	66,0	1,4
60,0	517,0	0,5	60,8	1,4
63,3	541,4	0,4	59,2	1,4
70,0	592,2	0,5	60,7	1,5
73,0	614,0	0,4	58,1	1,5
80,0	665,8	0,4	59,2	1,6
83,0	687,0	0,4	56,5	1,6
90,0	738,6	0,4	59,0	1,7
92,8	759,0	0,4	58,3	1,8
95,0	774,6	0,4	56,7	1,8
100,0	810,4	0,4	57,3	1,8
105,0	845,3	0,4	55,8	1,9
110,0	880,8	0,4	56,8	2,0
115,0	916,2	0,4	56,6	2,1
116,0	923,4	0,4	57,6	2,1
120,0	952,0	0,4	57,2	2,2
125,0	986,7	0,4	55,5	2,3
127,0	1001,2	0,4	58,0	2,3
130,0	1024,0	0,5	60,8	2,4
135,0	1058,5	0,4	55,2	2,5
139,0	1087,5	0,4	58,0	2,6
140,0	1095,5	0,5	64,0	2,6
145,0	1131,3	0,4	57,3	2,8
150,0	1167,7	0,4	58,2	3,0
155,0	1203,8	0,4	57,8	3,1
160,0	1239,3	0,4	56,8	3,4
165,0	1276,0	0,4	58,7	3,6
169,0	1301,0	0,4	50,0	3,8
173,0	1327,1	0,4	52,2	4,0
176,0	1346,5	0,4	51,7	4,2
178,0	1358,0	0,3	46,0	4,3

Tabela A . 16 - Resultados das análises de % nitrogênio total , % nitrogênio não-protéico , % nitrogênio não-caséico , % sólidos totais e % cinzas , para o Processamento UBLC3, de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente , na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.

PROCESSAMENTO UBLC3 - Unidade MICROCARBOSEP 40 17/08/94

P = 3 bar Membrana M6 (0,08 micron) V=1916ml

T = 35 C Ja=365 l/h.m2 (2 bar e 30 C)

	% NITROGÊNIO TOTAL (NT			% NITROGÊNIO NÃO-PROTÉICO				% NITROGÊNIO NÃO-CASÉICO			
tempo (min)	massa (g)	vol. HCl	% NT	massa1 (g)	massa2 (g)	vol. HCl	%NNP	massa1 (g)	massa2 (g)	vol. HCl	%NNC
	0,7694	1,05	0,0528	5,0048	5,0924	1,40	0,0388	5,0913	5,0810	0,55	0,0321
	0,7751	0,00	0,0000	5,0048	5,1041	1,30	0,0360	5,0913	5,0133	0,60	0,0354
	0,7663	1,05	0,0530	5,0048	5,0421	1,25	0,0350	5,0880	5,0020	0,60	0,0355
132,8	0,8835	1,10	0,0481	5,1141	5,1436	1,25	0,0336	5,0956	5,0073	0,65	0,0384
	0,8424	1,15	0,0528	5,1141	5,1461	1,70	0,0456	5,0956	5,1371	0,60	0,0346
	0,7787	1,30	0,0645	5,1141	5,1457	1,60	0,0430	5,0714	5,0599	0,65	0,0382
205,1	0,7461	1,05	0,0544	5,0364	5,1386	1,45	0,0402	4,8948	5,2586	0,65	0,0381
	0,7585	1,05	0,0535	5,0364	5,1694	1,25	0,0345	4,8948	5,1205	0,65	0,0391
	0,7719	1,00	0,0501	5,0364	5,1267	1,60	0,0445	5,0714	5,0155	0,63	0,0370
263,6	0,9354	1,30	0,0537	5,0709	5,0271	1,45	0,0408	5,0653	5,2633	0,60	0,0339
	0,8931	1,25	0,0541	5,0709	5,0825	1,45	0,0404	5,0178	5,1366	0,68	0,0395
	0,9213	1,30	0,0546	5,0709	5,0596	1,85	0,0518	5,0178	5,0319	0,60	0,0358
301,7	0,7431	1,75	0,0910	5,0345	5,1679	1,55	0,0428	5,1227	5,0315	0,90	0,0526
	0,7585	1,65	0,0841	5,0345	5,1160	1,50	0,0418	5,1227	5,1035	0,70	0,0404
	0,7620	1,85	0,0939	5,0345	5,1057	1,45	0,0405	5,1835	5,0391	0,73	0,0418
322,6	0,8044	1,75	0,0841	5,0688	5,1510	1,70	0,0468	5,0776	5,4457	0,85	0,0463
	0,8329	1,90	0,0882	5,0688	5,1132	1,70	0,0471	5,0776	5,1982	0,75	0,0428
	0,8638	1,85	0,0828	5,0688	5,1512	1,60	0,0440	5,0653	5,0879	0,70	0,0409

	% SÓLIDOS TOTAIS					% CINZAS				
tempo (min)	placa+ areia (g)	amostra (g)	placa+areia+ amostra (g)	amostra seca (g)	sólidos totais %	cadinho (g)	amostra (g)	cadinho+ amostra (g)	amostra (g)	cinzas %
10,6	58,1400	5,2391	58,4234	0,2834	5,4093	71,3059	5,1384	71,3296	0,0237	0,4612
	67,1051	5,1055	67,3799	0,2748	5,3824	70,4177	5,0965	70,4384	0,0207	0,4062
132,8	61,7239	4,9613	61,9999	0,2760	5,5631	61,0681	5,0340	61,0940	0,0259	0,5145
	61,0904	5,0176	61,3717	0,2813	5,6063	59,1290	4,9418	59,1462	0,0172	0,3481
205,1	63,9122	5,2356	64,2123	0,3001	5,7319	73,0582	5,0609	73,0778	0,0196	0,3873
	58,5663	5,0565	58,8580	0,2917	5,7688	60,5165	5,0390	60,5408	0,0243	0,4822
263,6	61,2188	5,1016	61,5212	0,3024	5,9276	59,8351	5,0129	59,8558	0,0207	0,4129
	63,2043	5,0216	63,5005	0,2962	5,8985	59,9073	5,0298	59,9265	0,0192	0,3817
301,7	57,3702	5,0872	57,6808	0,3106	6,1055	59,3622	5,0868	59,3842	0,0220	0,4325
	57,3066	5,0191	57,6145	0,3079	6,1346	59,5355	5,1349	59,5634	0,0279	0,5433
322,6	75,4549	5,0909	75,7763	0,3214	6,3132	60,6500	5,1261	60,6764	0,0264	0,5150
	75,1320	5,0942	75,4540	0,3220	6,3209	59,5211	5,1405	59,5398	0,0187	0,3638

Tabela A.17 - Dados experimentais de tempo , t , fluxo de permeado , Jp , e fator de concentração volumétrica , Fcv , para o Processamento UBLC3 , de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente, na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.

PROCESSAMENTO UBLC3 - Unidade MICROCARBOSEP 40				
P= 3 bar	Membrana M6 (0,08 micron)		17/08/94	
T = 35 C	Ja = 365 l/h.m2 (2 bar e 30 C)		V=1916ml	
t (min)	Vperm (ml)	vazão (l/h)	fluxo (l/h.m2)	Fcv
0,0	0,0			1,0
2,0	20,8	0,6	83,2	1,0
6,2	50,3	0,4	56,2	1,0
14,5	101,9	0,3	46,6	1,1
20,0	132,1	0,3	43,9	1,1
25,0	158,4	0,3	42,1	1,1
40,0	240,7	0,3	43,9	1,1
44,2	260,7	0,3	38,1	1,2
96,8	482,1	0,3	33,7	1,3
103,8	512,5	0,3	34,7	1,4
115,8	561,7	0,3	35,2	1,4
122,8	592,6	0,3	35,3	1,4
145,9	699,6	0,3	35,1	1,6
149,8	717,5	0,3	36,7	1,6
157,8	745,8	0,2	28,3	1,6
165,8	777,9	0,2	32,1	1,7
190,4	880,0	0,2	26,6	1,8
212,6	957,9	0,2	23,3	2,0
226,9	1016,9	0,2	26,2	2,1
240,5	1067,8	0,2	29,9	2,3
249,1	1094,9	0,2	25,2	2,3
263,6	1146,0	0,2	28,2	2,5
271,4	1172,6	0,2	27,3	2,6
293,4	1252,8	0,2	26,7	2,9
307,6	1303,6	0,2	28,6	3,1
315,7	1332,9	0,2	28,9	3,3
322,6	1355,0	0,2	25,6	3,4
339,5	1412,1	0,2	27,0	3,8

Tabela A . 18 -Resultados das análises de % nitrogênio total , % nitrogênio não-protéico , % nitrogênio não-caséico e % sólidos totais , para o Processamento UBLC4, de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente, na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.

PROCESSAMENTO UBLC4 - Unidade MICROCARBOSEP 40

P = 3 bar — Membrana M9 (300000 Daltons) — V=2014ml

T = 35 C — Ja = 210 l/h.m2 (2 bar e 30 C) — 26/08/94

tempo (min)	% NITROGÊNIO TOTAL (NT)			% NITROGÊNIO NÃO-PROTÉICO (NNP)			
	massa (g)	vol. HCl	% NT	massa1 (g)	massa2 (g)	vol. HCl	%NNP
13,0	0,8830	1,10	0,0358	5,0964	5,2086	1,20	0,0260
	0,8642	1,15	0,0382	5,0964	5,1615	1,10	0,0240
	0,8751	1,05	0,0345	5,0964	5,1644	1,10	0,0240
140,4	0,8371	1,05	0,0360	5,0445	5,1570	1,25	0,0276
	0,8209	1,05	0,0367	5,0445	5,2144	1,35	0,0295
	0,8256	1,10	0,0383	5,0445	5,1746	1,35	0,0297
230,0	0,8588	1,20	0,0401	5,0410	5,2262	1,40	0,0305
	0,8493	1,30	0,0440	5,0410	5,2270	1,55	0,0338
	0,8424	1,25	0,0426	5,0410	5,1448	1,30	0,0288
285,0	0,8484	1,25	0,0423	5,0609	5,1838	1,60	0,0350
	0,8538	1,25	0,0421	5,0609	5,1258	1,95	0,0432
	0,8338	1,30	0,0448	5,0609	5,2555	1,70	0,0367
325,0	0,8229	1,40	0,0489	5,1197	5,0453	1,65	0,0367
	0,8397	1,35	0,0462	5,1197	5,1563	1,45	0,0316
	0,9068	1,45	0,0459	5,1197	5,1317	1,95	0,0426
345,0	0,8422	1,75	0,0597	5,0560	5,1667	1,70	0,0374
	0,8103	1,85	0,0656	5,0560	5,1157	1,75	0,0389
	0,8540	1,95	0,0656	5,0560	5,4847	1,80	0,0373
360,0	0,8510	1,95	0,0658	5,1182	5,0783	1,85	0,0409
	0,9040	2,15	0,0683	5,1182	5,1752	1,95	0,0423
	0,8159	2,10	0,0739	5,1182	5,1531	1,80	0,0392

tempo (min)	% NITROGÊNIO NÃO-CASEICO (NNC)			
	massa1 (g)	massa2 (g)	vol. HCl	%NNC
13,0	4,9300	4,9470	0,950	0,0447
	4,9300	4,9460	0,900	0,0415
	4,9300	5,0186	1,000	0,0472
140,4	5,0594	5,0417	1,050	0,0488
	5,0594	5,0650	1,125	0,0531
	5,0594	5,1502	1,150	0,0538
230,0	4,9096	4,9895	1,150	0,0572
	4,9096	5,0341	1,100	0,0535
	4,9096	5,1136	1,150	0,0558
285,0	5,1782	4,9781	1,100	0,0513
	5,1782	5,0183	1,050	0,0479
	5,1782	5,0545	1,200	0,0565
325,0	5,0488	4,8869	1,050	0,0505
	5,0488	4,9713	1,150	0,0558
	5,0488	4,7952	1,150	0,0579
345,0	4,9834	4,9685	1,200	0,0597
	4,9834	4,9751	1,250	0,0628
	4,9834	4,9956	1,200	0,0594
360,0	5,0710	5,0838	1,250	0,0604
	5,0710	5,1201	1,300	0,0629
	5,0710	5,1557	1,200	0,0565

tempo (min)	% SÓLIDOS TOTAIS				
	placa+areia (g)	amostra (g)	placa+areia+amostra (g)	amostra seca (g)	sólidos totais, %
13,0	65,5980	5,0705	65,8814	0,2834	5,5892
	50,2617	5,0554	50,5162	0,2545	5,0342
140,4	46,6282	5,9622	46,9603	0,3321	5,5701
	75,9932	5,0194	76,2734	0,2802	5,5823
230,0	57,2216	5,0835	57,2216	0,0000	0,0000
	61,7587	5,0397	62,0422	0,2835	5,6253
285,0	58,3676	5,1274	58,6610	0,2934	5,7222
	75,0521	5,0682	75,3410	0,2889	5,7002
325,0	76,7500	5,1575	77,0577	0,3077	5,9661
	57,5710	5,1900	57,8872	0,3162	6,0925
345,0	61,9166	5,0340	62,2278	0,3112	6,1820
	56,5496	5,0209	56,5496	0,0000	0,0000

Tabela A . 19 - Dados experimentais de tempo, t , fluxo de permeado, Jp e fator de concentração volumétrica , Fcv , para o Processamento UBLC4 , de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente, na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.

PROCESSAMENTO UBLC4 - Unidade MICROCARBOSEP40				26/08/94
P = 3 bar	Membrana M9 (300000 Daltons)			V = 2014ml
T = 35 C	Ja = 210 l/h.m2 (2 bar e 30 C)			
t (min)	Vperm (ml)	vazão (l/h)	fluxo, Jp (l/h.m2)	Fcv
0,0	0,0			
0,3	3,4	0,6	82,4	1,0
0,7	6,4	0,5	70,6	1,0
1,2	10,5	0,5	61,9	1,0
1,5	12,9	0,5	64,0	1,0
2,0	16,8	0,5	62,4	1,0
2,5	20,8	0,5	64,0	1,0
3,0	24,2	0,4	54,4	1,0
3,5	27,4	0,4	51,2	1,0
4,0	30,7	0,4	52,8	1,0
4,5	34,5	0,5	60,8	1,0
5,0	37,8	0,4	52,8	1,0
5,5	41,1	0,4	52,8	1,0
6,0	44,6	0,4	56,0	1,0
6,5	47,5	0,3	46,4	1,0
7,0	50,6	0,4	49,6	1,0
7,5	53,7	0,4	49,6	1,0
8,0	56,7	0,4	48,0	1,0
8,5	59,8	0,4	49,6	1,0
9,0	62,7	0,3	46,4	1,0
9,5	66,2	0,4	56,0	1,0
10,0	68,7	0,3	40,0	1,0
11,0	74,7	0,4	48,0	1,0
12,0	80,1	0,3	43,2	1,0
13,0	85,7	0,3	44,8	1,0
14,0	91,3	0,3	44,8	1,0
15,0	97,2	0,4	47,2	1,1
16,0	102,2	0,3	40,0	1,1
17,0	108,2	0,4	48,0	1,1
18,0	114,0	0,3	46,4	1,1
19,0	118,8	0,3	38,4	1,1
20,0	124,5	0,3	45,6	1,1
21,0	129,9	0,3	43,2	1,1
22,0	135,1	0,3	41,6	1,1
23,0	140,4	0,3	42,4	1,1
24,0	145,7	0,3	42,4	1,1
25,0	151,0	0,3	42,4	1,1
26,0	155,8	0,3	38,4	1,1
27,0	161,4	0,3	44,8	1,1
28,0	166,8	0,3	43,2	1,1
29,0	171,7	0,3	39,2	1,1
30,0	176,6	0,3	39,2	1,1
35,0	201,5	0,3	39,8	1,1
40,0	226,0	0,3	39,2	1,1
45,0	250,1	0,29	38,6	1,1
50,0	274,5	0,29	39,0	1,2
55,0	298,0	0,28	37,6	1,2
60,0	321,1	0,28	37,0	1,2
65,0	343,7	0,27	36,2	1,2
70,0	367,0	0,28	37,3	1,2
75,0	388,9	0,26	35,0	1,2
80,0	411,2	0,27	35,7	1,3
85,0	432,5	0,26	34,1	1,3
90,0	453,3	0,26	35,3	1,3
95,0	475,0	0,26	34,7	1,3

Continuação da Tabela A .19

t (min)	V (ml)	vazão (l/h)	fluxo (l/h.m2)	Fcv
100,0	496,0	0,25	33,6	1,3
105,5	519,3	0,25	33,9	1,3
110,0	537,8	0,25	32,9	1,4
115,0	558,8	0,25	33,6	1,4
120,0	579,3	0,25	32,8	1,4
125,0	600,3	0,25	33,6	1,4
130,0	620,8	0,25	32,8	1,4
135,0	641,1	0,24	32,5	1,5
140,0	661,3	0,24	32,3	1,5
145,0	681,8	0,25	32,8	1,5
150,0	702,2	0,24	32,6	1,5
155,0	720,6	0,22	29,4	1,6
160,0	739,6	0,23	30,4	1,6
165,0	759,0	0,23	31,0	1,6
170,0	777,8	0,23	30,1	1,6
175,0	796,9	0,23	30,6	1,7
180,0	815,8	0,23	30,2	1,7
185,0	834,6	0,23	30,1	1,7
190,0	853,4	0,23	30,1	1,7
195,0	872,3	0,23	30,2	1,8
200,0	891,0	0,22	29,9	1,8
205,0	909,8	0,23	30,1	1,8
210,0	927,7	0,21	28,6	1,9
215,0	946,2	0,22	29,6	1,9
220,0	964,6	0,22	29,4	1,9
225,0	982,7	0,22	29,0	2,0
230,0	1001,6	0,23	30,2	2,0
235,0	1020,0	0,22	29,4	2,0
240,0	1037,0	0,20	27,2	2,1
245,0	1056,0	0,23	30,4	2,1
250,0	1073,7	0,21	28,3	2,1
255,0	1091,3	0,21	28,2	2,2
260,0	1109,5	0,22	29,1	2,2
265,0	1127,5	0,22	28,8	2,3
272,0	1151,6	0,21	27,5	2,3
275,0	1162,2	0,21	28,3	2,4
280,0	1180,0	0,21	28,5	2,4
285,0	1197,1	0,21	27,4	2,5
290,0	1214,8	0,21	28,3	2,5
295,5	1234,2	0,21	28,2	2,6
300,0	1250,9	0,22	29,7	2,6
305,0	1269,8	0,23	30,2	2,7
310,0	1287,3	0,21	28,0	2,8
315,0	1306,4	0,23	30,6	2,8
320,0	1326,0	0,24	31,4	2,9
325,0	1347,0	0,25	33,6	3,0
330,0	1367,3	0,24	32,5	3,1
335,0	1388,5	0,25	33,9	3,2
340,0	1410,8	0,27	35,7	3,3
345,0	1433,6	0,27	36,5	3,5
350,0	1456,7	0,28	37,0	3,6
355,0	1482,0	0,30	40,5	3,8
360,0	1504,8	0,27	36,5	4,0
365,0	1527,2	0,27	35,8	4,1
370,0	1548,7	0,26	34,4	4,3
371,0	1552,1	0,20	27,2	4,4

Tabela A . 20 - Resultados das análises de % nitrogênio total , % nitrogênio não-protéico , % nitrogênio não-caséico e % sólidos totais, para o Processamento UBLC5, de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente , na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.

PROCESSAMENTO UBLC5 - Unidade MICROCARBOSEP 40 24/08/94

P = 3Bar Membrana M3 (150000 Daltons) V = 1867ml

T = 35 C Ja = 389 l/h.m2 (2 bar e 30 C)

% NITROGÊNIO TOTAL (NT)				% NITROGÊNIO NÃO-PROTÉICO (NNP)			
tempo (min)	massa (g)	vol. HCl	% NT	massa1 (g)	massa2 (g)	vol. HCl	%NNP
11,9	0,7394	0,00	0,0000	4,9976	5,2071	1,85	0,0408
	0,7263	1,00	0,0395	4,9976	5,1521	1,50	0,0335
	0,7693	0,95	0,0355	4,9976	5,2741	1,30	0,0283
97,8	0,7491	0,90	0,0345	5,0311	5,2108	1,20	0,0263
	0,7666	0,80	0,0300	5,0311	5,1936	1,50	0,0330
	0,7545	0,70	0,0266	5,0311	5,1825	1,30	0,0286
165,8	0,8318	1,30	0,0449	4,9979	5,1653	1,30	0,0289
	0,8368	1,10	0,0378	4,9979	5,1841	1,35	0,0299
	0,8486	1,15	0,0389	4,9979	5,1611	1,50	0,0334
201,8	0,8546	1,15	0,0387	4,9994	5,1746	1,40	0,0311
	0,8531	1,20	0,0404	4,9994	5,1820	1,40	0,0310
	0,8617	1,45	0,0483	4,9994	5,1737	1,45	0,0322
228,0	0,8763	1,25	0,0410	5,0001	5,2129	1,45	0,0320
	0,8587	1,15	0,0385	5,0001	5,2346	1,40	0,0307
	0,8649	1,45	0,0482	5,0001	5,1535	1,20	0,0268
248,2	0,7495	1,20	0,0460	5,0110	5,1132	1,65	0,0370
	0,7695	1,20	0,0448	5,0110	5,1842	1,60	0,0365
	0,7816	1,20	0,0441	5,0110	5,1542	1,55	0,0345
258,5	0,7599	1,85	0,0699	5,0886	5,0972	1,70	0,0376
	0,7503	1,35	0,0517	5,0886	5,0629	1,50	0,0334
	0,7665	1,30	0,0487	5,0886	5,1159	1,65	0,0364

% NITROGÊNIO NÃO-CASÉICO (NNC)					% SÓLIDOS TOTAIS				
tempo (min)	massa1 (g)	massa2 (g)	vol. HCl	%NNC	placa+ areia (g)	amostra (g)	placa+areia+ amostra (g)	amostra seca (g)	Sólidos Totais %
11,9	5,1333	5,4723	1,075	0,0476	56,4269	5,1349	56,7147	0,2878	5,6048
	5,1333	5,4681	0,950	0,0404	61,0214	5,1189	61,3101	0,2887	5,6399
	5,1333	5,1535	1,050	0,0490					
97,8	5,3196	5,0140	1,000	0,0455	57,7767	5,0014	58,0582	0,2815	5,6284
	5,3196	5,0570	1,000	0,0451	61,2993	5,0068	61,5810	0,2817	5,6263
	5,3196	5,1825	1,100	0,0499					
165,8	5,1289	5,0856	1,200	0,0590	60,1822	5,0473	60,4763	0,2941	5,8269
	5,1289	5,1045	0,950	0,0433	58,3743	5,1237	58,6740	0,2997	5,8493
	5,1289	5,1345	1,100	0,0523					
201,8	5,0639	5,2461	1,150	0,0549	59,3696	4,8975	59,6626	0,2930	5,9826
	5,0639	5,1105	1,000	0,0469	57,8955	5,0195	58,1945	0,2990	5,9568
	5,0639	5,0972	1,200	0,0596					
228,0	5,2522	5,0166	1,250	0,0615	59,8576	5,1875	60,1735	0,3159	6,0896
	5,2522	5,0443	1,150	0,0550	52,1452	5,0740	52,4529	0,3077	6,0642
	5,2522	5,0886	1,250	0,0606					
248,2	5,1890	5,0430	1,150	0,0557	58,8436	4,9124	59,1503	0,3067	6,2434
	5,1890	5,0886	1,250	0,0613	61,2003	4,9720	61,5122	0,3119	6,2731
	5,1890	5,0311	1,100	0,0527					
258,5	5,1591	5,1856	1,700	0,0878	58,4646	5,3188	58,8064	0,3418	6,4263
	5,1591	5,0718	1,525	0,0789	62,6161	5,1452	62,9473	0,3312	6,4371
	5,1591	4,9856	1,550	0,0818					

Tabela A . 21 - Dados experimentais de tempo , t , fluxo de permeado , Jp e fator de concentração volumétrica , Fcv , para o Processamento UBLC5 , de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente , na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.

PROCESSAMENTO UBLC5 - Unidade MICROCARBOSEP 40				
P = 3Bar	Membrana M3 (150000 Daltons)			V=1867ml
T = 35 C	Ja = 389 l/h.m2 (2 bar e 30 C)			24/08/94
t (min)	Vperm (ml)	vazão (l/h)	fluxo , Jp (l/h.m2)	Fcv
1,0	10,9	0,7	87,2	1,01
2,4	21,1	0,4	58,3	1,01
6,3	50,3	0,4	59,9	1,03
8,3	65,1	0,4	59,2	1,04
10,6	79,6	0,4	50,4	1,05
11,9	87,9	0,4	51,1	1,05
13,4	97,7	0,4	52,3	1,06
15,3	109,6	0,4	50,1	1,07
17,5	123,4	0,4	50,2	1,08
21,5	147,5	0,4	48,2	1,09
23,0	157,7	0,4	54,4	1,10
24,7	168,6	0,4	51,3	1,11
27,1	183,1	0,4	48,3	1,12
29,7	198,7	0,4	48,0	1,13
32,2	212,9	0,3	45,4	1,14
34,7	227,8	0,4	47,7	1,15
36,5	238,0	0,3	45,3	1,16
41,0	263,4	0,3	45,2	1,18
43,6	277,7	0,3	44,0	1,19
50,9	317,6	0,3	43,7	1,22
52,8	327,6	0,3	42,1	1,23
55,3	341,4	0,3	44,2	1,24
57,9	356,8	0,4	47,4	1,25
60,4	370,0	0,3	42,2	1,27
63,2	384,4	0,3	41,1	1,28
64,9	394,0	0,3	45,2	1,29
67,2	405,8	0,3	41,0	1,30
70,3	421,3	0,3	40,0	1,31
72,9	435,5	0,3	43,7	1,33
75,8	451,5	0,3	44,1	1,35
78,4	465,2	0,3	42,2	1,36
80,3	475,4	0,3	42,9	1,37
82,3	486,5	0,3	44,4	1,38
85,1	500,7	0,3	40,6	1,40
88,0	515,1	0,3	39,7	1,41
95,5	543,2	0,2	30,0	1,45
97,8	554,5	0,3	39,3	1,46
111,6	633,2	0,3	45,6	1,56
113,8	644,3	0,3	40,4	1,58
116,6	657,2	0,3	36,9	1,60
119,8	673,2	0,3	40,0	1,62
122,7	687,4	0,3	39,2	1,64
130,6	723,2	0,3	36,3	1,70
133,6	738,0	0,3	39,5	1,72
136,8	752,4	0,3	36,0	1,75
139,7	766,1	0,3	37,8	1,77
143,0	780,9	0,3	35,9	1,80
147,7	802,8	0,3	37,3	1,84

Continuação da Tabela A . 21

t (min)	Vperm (ml)	vazão (l/h)	fluxo (l/h.m2)	Fcv
154,2	832,7	0,3	36,8	1,90
160,7	861,3	0,3	35,2	1,96
165,8	884,1	0,3	35,8	2,01
172,5	913,7	0,3	35,3	2,08
178,8	941,6	0,3	35,4	2,15
183,6	963,4	0,3	36,3	2,21
190,1	992,8	0,3	36,2	2,29
196,6	1.021,2	0,3	35,0	2,38
201,8	1.043,9	0,3	34,9	2,46
208,5	1.074,2	0,3	36,2	2,57
214,8	1.102,6	0,3	36,1	2,68
219,9	1.125,8	0,3	36,4	2,78
226,5	1.156,2	0,3	36,8	2,91
232,6	1.184,0	0,3	36,5	3,06
237,0	1.205,5	0,3	39,1	3,17
243,2	1.235,4	0,3	38,6	3,35
248,2	1.262,8	0,3	43,8	3,54
252,6	1.282,7	0,3	36,2	3,69
258,5	1.315,3	0,3	44,2	3,96

Tabela A . 22 - Resultados das análises de % nitrogênio total , % nitrogênio não-protéico , % nitrogênio não-caséico , % sólidos totais e % cinzas , para o Processamento UBLC6, de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente, na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.

PROCESSAMENTO UBLC6 - Unidade MICROCARBOSEP 40 — 19/08/94

P= 3 bar — Membrana M8 (50000 Daltons)

T = 35 C — Ja = 250 l/h.m2 (2 bar e 30 C) — V=1800ml

	% NITROGÊNIO TOTAL			% NITROGÊNIO NÃO-PROTÉICO				% NITROGÊNIO NÃO-CASÉICO			
tempo (min)	massa (g)	vol. HCl	% NT	massa1 (g)	massa2 (g)	vol. HCl	%NNP	massa1 (g)	massa2 (g)	vol. HCl	%NNC
9,5	0,7758	1,50	0,0555	5,0787	5,0696	1,40	0,0312	4,9739	4,9896	0,750	0,0314
	0,7581	1,30	0,0493	5,0787	5,1467	1,05	0,0231	4,9739	5,0007	0,700	0,0282
	0,7579	1,25	0,0474	5,0787	5,1561	1,30	0,0285	4,9002	5,0880	0,700	0,0281
89,5	0,7591	0,00	0,0000	5,0840	5,1652	1,65	0,0361	5,0023	5,0444	0,750	0,0308
	0,7496	1,40	0,0536	5,0840	5,2260	1,40	0,0303	5,0023	5,0404	0,650	0,0247
	0,7618	1,50	0,0566	5,0840	5,2533	1,70	0,0366	5,0888	5,4601	0,800	0,0308
149,5	0,7553	1,70	0,0646	5,0539	5,2906	1,70	0,0365	5,0130	5,5873	0,800	0,0306
	0,7805	1,50	0,0552	5,0539	5,1279	1,40	0,0310	5,0130	5,0496	0,750	0,0307
	0,7514	1,30	0,0497	5,0539	5,2562	1,45	0,0314	5,0753	5,5640	0,725	0,0262
189,5	0,8154	1,80	0,0634	5,1155	5,2481	1,75	0,0374	5,0454	5,1153	0,725	0,0286
	0,8126	1,50	0,0530	5,1155	5,1592	1,35	0,0294	5,0454	5,0961	0,700	0,0272
	0,8337	1,40	0,0482	5,1155	5,2336	1,65	0,0354	5,0023	5,0444	0,750	0,0308
209,5	0,8117	1,70	0,0602	5,0409	5,1466	1,50	0,0332	5,1359	5,1833	0,850	0,0351
	0,7863	1,65	0,0603	5,0409	5,1476	1,40	0,0310	5,1359	5,1432	0,725	0,0280
	0,7796	1,50	0,0553	5,0409	5,1934	1,40	0,0307	5,0753	5,4892	0,850	0,0335
227,0	0,7653	1,90	0,0713	5,1636	5,1585	1,40	0,0302	4,9814	5,0842	0,900	0,0399
	0,7658	1,90	0,0713	5,1636	5,1005	1,65	0,0360	4,9814	5,0774	0,775	0,0323
	0,7717	2,20	0,0819	5,1636	5,1587	1,55	0,0334	5,0888	5,6403	0,950	0,0380
238,0	0,7811	2,35	0,0864	5,0624	5,1345	1,80	0,0398				
	0,7783	2,35	0,0867	5,0624	5,1646	1,70	0,0374				
	0,7667	2,2	0,0824	5,0624	5,1741	1,75	0,0384				

	% SÓLIDOS TOTAIS					% CINZAS				
tempo (min)	placa + areia (g)	amostra (g)	placa+areia+ amostra (g)	am. seca (g)	sólidos totais %	cadinho (g)	amostra (g)	cadinho + amostra (g)	amostra (g)	cinzas %
9,5	53,4929	5,0399	53,7501	0,2572	5,10	60,6565	5,0955	60,6816	0,0251	0,49
	53,9593	5,0961	54,2174	0,2581	5,06	60,9479	5,0627	60,9619	0,0140	0,28
89,5	55,3709	5,0542	55,6334	0,2625	5,19	59,8526	5,0548	59,8674	0,0148	0,29
	45,9730	5,2426	46,2456	0,2726	5,20	60,4415	5,0362	60,4562	0,0147	0,29
149,5	47,4760	5,0990	47,7442	0,2682	5,26	60,6518	5,1552	60,6662	0,0144	0,28
	60,1471	5,1351	60,4175	0,2704	5,27	60,4008	5,5491	60,4177	0,0169	0,30
189,5	77,1845	5,0563	77,4628	0,2783	5,50	60,5892	5,0662	60,6050	0,0158	0,31
	72,4483	5,0671	72,7261	0,2778	5,48	60,2003	5,0612	60,2218	0,0215	0,42
209,5	51,9996	5,0447	52,2849	0,2853	5,66	59,5379	5,6229	59,5658	0,0279	0,50
	76,0007	4,9886	76,2260	0,2253	5,97	58,6634	5,5923	58,6866	0,0232	0,41
227,0	76,3381	5,1596	76,6364	0,2983	5,78	60,7860	5,2196	60,8058	0,0198	0,38
	57,8624	5,1094	58,1602	0,2978	5,83	59,1288	5,1586	59,1550	0,0262	0,51

Tabela A . 23 - Dados Experimentais de Tempo , t , Fluxo de Permeado, Jp e fator de concentração volumétrica, Fcv , para o Processamento UBLC6, de ultrafilração de leite coagulado enzimaticamente, na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.

PROCESSAMENTO UBLC6 - Unidade MICROCARBOSEP 40				
P = 3 Bar	Membrana M8 (50000 Daltons)			V = 1800ml
T = 35 C	Ja = 250 l/h.m2 (2 bar e 30 C)			19/08/94
t (min)	Vperm (ml)	vazão (l/h)	fluxo , Jp (l/h.m2)	Fcv
0,0	0,0			1,00
2,0	24,0	0,72	96,0	1,01
3,0	33,0	0,54	72,0	1,02
4,0	41,8	0,53	70,4	1,02
5,0	52,0	0,61	81,6	1,03
6,5	63,6	0,46	61,9	1,04
7,5	73,7	0,61	80,8	1,04
9,5	90,5	0,50	67,2	1,05
10,5	98,3	0,47	62,4	1,06
11,5	105,8	0,45	60,0	1,06
12,5	114,2	0,50	67,2	1,07
15,5	135,1	0,42	55,7	1,08
17,5	149,8	0,44	58,8	1,09
21,5	178,7	0,43	57,8	1,11
24,5	202,5	0,48	63,5	1,13
28,5	230,3	0,42	55,6	1,15
32,0	255,0	0,42	56,5	1,17
37,6	290,0	0,38	50,0	1,19
42,3	319,0	0,37	49,4	1,22
46,3	342,8	0,36	47,6	1,24
49,5	365,0	0,42	55,5	1,25
54,5	395,0	0,36	48,0	1,28
64,5	453,4	0,35	46,7	1,34
69,5	486,5	0,40	53,0	1,37
70,6	493,0	0,35	47,3	1,38
74,5	514,8	0,34	44,7	1,40
79,5	544,2	0,35	47,0	1,43
84,5	572,8	0,34	45,8	1,47
89,5	599,2	0,32	42,2	1,50
94,5	627,4	0,34	45,1	1,54
99,5	655,0	0,33	44,2	1,57
100,6	661,0	0,33	43,6	1,58
104,5	681,6	0,32	42,3	1,61
105,8	688,9	0,34	44,9	1,62
109,5	708,4	0,32	42,2	1,65
112,0	721,8	0,32	42,9	1,67
114,5	734,8	0,31	41,6	1,69
117,8	752,7	0,33	43,4	1,72
119,5	760,6	0,28	37,2	1,73
122,6	776,7	0,31	41,5	1,76
124,5	785,1	0,27	35,4	1,77
128,6	807,0	0,32	42,7	1,81
129,5	811,0	0,27	35,6	1,82
134,5	836,0	0,30	40,0	1,87
139,5	861,5	0,31	40,8	1,92

Continuação da Tabela A . 23

t (min)	Vperm (ml)	vazão (l/h)	fluxo , Jp (l/h.m2)	Fcv
144,5	885,3	0,29	38,1	1,97
149,5	909,8	0,29	39,2	2,02
154,5	933,4	0,28	37,8	2,08
156,0	940,7	0,29	38,9	2,10
159,5	957,0	0,28	37,3	2,14
163,0	975,1	0,31	41,4	2,18
164,5	981,9	0,27	36,3	2,20
169,5	1004,6	0,27	36,3	2,26
174,5	1027,7	0,28	37,0	2,33
179,5	1049,8	0,27	35,4	2,40
184,5	1073,0	0,28	37,1	2,48
189,5	1095,5	0,27	36,0	2,56
194,5	1117,8	0,27	35,7	2,64
199,5	1139,7	0,26	35,0	2,73
201,2	1147,8	0,29	38,1	2,76
204,5	1163,4	0,28	37,8	2,83
206,8	1175,1	0,31	40,7	2,88
209,5	1190,0	0,33	44,1	2,95
214,5	1212,0	0,26	35,2	3,06
217,3	1226,8	0,32	42,3	3,14
219,5	1237,5	0,29	38,9	3,20
225,6	1272,2	0,34	45,5	3,41
229,5	1298,1	0,40	53,1	3,59
234,5	1331,5	0,40	53,4	3,84
239,5	1365,2	0,40	53,9	4,14
243,3	1390,9	0,41	54,1	4,40

Tabela A . 24 - Resultados das análises de % nitrogênio total e % nitrogênio não-protéico , para o processamento UBLC7, de ultrafiltração de leite coagulado enzimaticamente , na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40. (PERMEADO)

PROCESSAMENTO UBLC7 - Unidade MICROCARBOSEP							21/09/94
P= 5 bar	Membrana M6 (0,08 micron)					V=1761ml	
T= 35 C	Ja=307 l/h.m2 (2 bar e 30 C)					Leite : % proteína = 2,98	
	% NITROGÊNIO TOTAL (NT)			% NITROGÊNIO NÃO-PROTÉICO			
tempo (min)	massa (g)	vol. HCl	% NT	massa1 (g)	massa2 (g)	vol. HCl	%NNP
	0,7512	1,30	0,0497	5,0563	5,2323	1,20	0,0261
15,0	0,7238	1,25	0,0496	5,0563	5,2101	1,25	0,0273
	0,7428	1,10	0,0425	5,0563	5,2832	1,15	0,0247
	0,8625	1,05	0,0350	5,0610	5,3125	1,50	0,0320
137,5	0,7920	1,15	0,0417	5,0610	5,2532	1,30	0,0281
	0,8217	1,20	0,0419	5,0610	5,2032	1,20	0,0262
	0,8164	1,35	0,0475	5,0380	5,2478	1,25	0,0272
220	0,8591	1,35	0,0451	5,0380	5,1325	1,25	0,0278
	0,8503	1,00	0,0338	5,0380	4,2813	1,20	0,0320
	0,8269	1,45	0,0504	5,0303	5,1174	1,40	0,0312
272,5	0,8461	1,40	0,0475	5,0303	5,1896	1,45	0,0319
	0,8378	1,30	0,0446	5,0303	4,2882	1,20	0,0320
	0,8462	1,50	0,0509	5,0936	5,1904	1,60	0,0348
310,0	0,8432	1,50	0,0511	5,0936	5,1597	1,50	0,0328
	0,8174	1,35	0,0474	5,0936	5,1187	1,55	0,0342
	0,8495	2,05	0,0693	5,1774	5,18	1,40	0,0300
330,0	0,8188	1,80	0,0631	5,1774	5,1318	1,80	0,0389
	0,8866	1,85	0,0599	5,1774	5,1485	1,50	0,0323

Tabela A . 25 - Dados experimentais de , tempo , t , fluxo de permeado , Jp e Fcv , obtidos no Processamento UBLC7 , de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente , em batelada , na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.

PROCESSAMENTO UBLC7 - Unidade MICROCARBOSEP 40				21/09/94
P= 5Bar	Membrana M6(0,08 micron)			V=1761ml
T= 35 C	Ja=307 l/h.m2 (2 bar e 30 C)		Leite : % proteína = 2,98	
t (min)	Vperm. (ml)	vazão (l/h)	fluxo , Jp (l/h.m2)	Fcv
0,0	0,0			1,00
0,5	4,5	0,540	72,0	1,00
1,0	8,7	0,504	67,2	1,00
1,5	12,7	0,480	64,0	1,01
2,0	16,1	0,408	54,4	1,01
2,5	19,5	0,408	54,4	1,01
3,0	22,7	0,384	51,2	1,01
3,5	25,6	0,348	46,4	1,01
4,0	28,9	0,396	52,8	1,02
4,5	31,5	0,312	41,6	1,02
5,0	34,7	0,384	51,2	1,02
5,5	37,6	0,348	46,4	1,02
6,0	40,3	0,324	43,2	1,02
6,5	42,9	0,312	41,6	1,02
7,0	45,7	0,336	44,8	1,03
7,5	48,6	0,348	46,4	1,03
8,0	51,2	0,312	41,6	1,03
8,5	53,9	0,324	43,2	1,03
9,0	56,3	0,288	38,4	1,03
9,5	59,0	0,324	43,2	1,03
10,0	61,7	0,324	43,2	1,04
11,0	66,4	0,282	37,6	1,04
12,0	71,2	0,288	38,4	1,04
13,0	76,1	0,294	39,2	1,05
14,0	81,4	0,318	42,4	1,05
15,0	85,8	0,264	35,2	1,05
16,0	90,1	0,258	34,4	1,05
17,0	94,7	0,276	36,8	1,06
18,0	99,5	0,288	38,4	1,06
19,0	104,1	0,276	36,8	1,06
20,0	109,0	0,294	39,2	1,07
21,0	113,4	0,264	35,2	1,07
22,0	118,3	0,294	39,2	1,07
23,0	122,8	0,270	36,0	1,07
24,0	127,1	0,258	34,4	1,08
25,0	131,8	0,282	37,6	1,08
26,0	136,3	0,270	36,0	1,08
27,0	141,0	0,282	37,6	1,09
28,0	145,8	0,288	38,4	1,09
29,0	150,8	0,300	40,0	1,09
30,0	155,0	0,252	33,6	1,10
32,0	163,9	0,267	35,6	1,10
34,0	172,8	0,267	35,6	1,11
36,0	181,1	0,249	33,2	1,11
38,0	190,7	0,288	38,4	1,12
40,0	198,5	0,234	31,2	1,13
42,0	207,0	0,255	34,0	1,13
44,0	215,0	0,240	32,0	1,14
46,4	226,0	0,275	36,7	1,15
49,0	237,0	0,254	33,8	1,16
54,0	258,0	0,252	33,6	1,17

Continuação da Tabela A . 25

t (min)	V (ml)	vazão (l/h)	fluxo (l/h.m2)	Fcv
60,0	282,7	0,247	32,9	1,19
65,0	308,7	0,312	41,6	1,21
70,0	323,8	0,181	24,2	1,23
75,0	344,5	0,248	33,1	1,24
80,0	365,1	0,247	33,0	1,26
85,0	385,2	0,241	32,2	1,28
90,0	404,9	0,236	31,5	1,30
95,0	424,7	0,238	31,7	1,32
100,0	445,6	0,251	33,4	1,34
105,0	462,8	0,206	27,5	1,36
110,0	483,3	0,246	32,8	1,38
115,0	502,3	0,228	30,4	1,40
120,0	521,4	0,229	30,6	1,42
124,4	538,0	0,226	30,2	1,44
126,0	545,2	0,270	36,0	1,45
130,0	559,1	0,209	27,8	1,47
135,0	577,9	0,226	30,1	1,49
140,0	597,0	0,229	30,6	1,51
145,0	617,0	0,240	32,0	1,54
150,0	633,6	0,199	26,6	1,56
155,0	651,2	0,211	28,2	1,59
160,0	670,7	0,234	31,2	1,62
165,0	687,4	0,200	26,7	1,64
170,0	705,5	0,217	29,0	1,67
175,0	722,4	0,203	27,0	1,70
180,0	739,7	0,208	27,7	1,72
185,3	758,2	0,209	27,9	1,76
188,8	770,9	0,218	29,0	1,78
190,0	775,9	0,250	33,3	1,79
195,0	792,5	0,199	26,6	1,82
200,0	809,9	0,209	27,8	1,85
205,0	826,8	0,203	27,0	1,89
210,0	844,3	0,210	28,0	1,92
215,0	863,9	0,235	31,4	1,96
220,0	879,9	0,192	25,6	2,00
225,0	895,7	0,190	25,3	2,04
230,0	913,0	0,208	27,7	2,08
235,0	929,9	0,203	27,0	2,12
240,0	946,8	0,203	27,0	2,16
245,0	964,1	0,208	27,7	2,21
250,0	977,8	0,164	21,9	2,25
255,0	996,6	0,226	30,1	2,30
260,0	1013,5	0,203	27,0	2,36
265,0	1030,1	0,199	26,6	2,41
270,0	1046,9	0,202	26,9	2,47
275,0	1064,9	0,216	28,8	2,53
280,0	1080,6	0,188	25,1	2,59
285,0	1097,6	0,204	27,2	2,65
290,0	1115,5	0,215	28,6	2,73
295,0	1133,5	0,216	28,8	2,81
300,0	1149,7	0,194	25,9	2,88
305,0	1166,6	0,203	27,0	2,96
310,0	1185,6	0,228	30,4	3,06
315,0	1204,3	0,224	29,9	3,16
320,0	1222,8	0,222	29,6	3,27
325,8	1245,6	0,236	31,4	3,42
330,0	1262,6	0,243	32,4	3,53
335,0	1284,5	0,263	35,0	3,70
340,0	1304,9	0,245	32,6	3,86
345,0	1321,6	0,200	26,7	4,01

Tabela A . 26 - Resultados das análises de % nitrogênio total , % nitrogênio não-protéico e % nitrogênio não-caséico , para o Processamento UBLC8, de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente , na unidade MICROCARBOSEP 40 . (PERMEADO)

PROCESSAMENTO UBLC 8 - Unidade MICROCARBOSEP40											16/09/94
P= 5Bar			Membrana M8 (50000 Daltons)					V=1780ml			
T= 35 C			Ja=284 l/h.m2 (2 bar e 30 C)				Leite : % proteína = 3,02				
	% NITROGÊNIO TOTAL			% NITROGÊNIO NÃO-PROTÉICO				% NITROGÊNIO NÃO-CASÉICO			
tempo (min)	massa (g)	vol. HCl	% NT	massa1 (g)	massa2 (g)	vol. HCl	%NNP	massa1 (g)	massa2 (g)	vol. HCl	%NNC
17,0	0,8405	1,25	0,0427	5,0670	5,1323	1,40	0,0309	5,0109	5,0268	0,55	0,0314
	0,8294	1,15	0,0398	5,0670	5,1149	1,35	0,0299	5,0109	5,0630	0,65	0,0368
	0,8379	1,15	0,0394	5,0670	5,1602	1,25	0,0275	5,0109	5,0610	0,80	0,0453
150,0	0,8387	1,60	0,0548	5,0868	5,1001	1,65	0,0365	5,0921	5,0180	0,75	0,0422
	0,8573	1,20	0,0402	5,0868	5,0257	1,55	0,0348	5,0921	5,0298	0,55	0,0308
	0,8431	1,20	0,0409	5,0868	3,4578	0,90	0,0294	5,0921	5,0107	0,65	0,0366
230,0	0,8390	1,45	0,0496	5,0411	5,4682	1,70	0,0354	5,1426	5,0774	1,10	0,0605
	0,8457	1,30	0,0442	5,0411	5,1645	1,50	0,0331	5,1426	5,2034	1,00	0,0537
	0,8408	1,25	0,0427	5,0411	5,1987	1,45	0,0318	5,1426	5,0334	0,90	0,0499
280,0	0,8202	1,25	0,0438	5,2292	5,2227	1,60	0,0337	5,0688	5,0554	1,25	0,0701
	0,8565	1,60	0,0537	5,2292	5,2074	1,60	0,0338	5,0688	5,0720	1,10	0,0615
	0,8579	1,65	0,0552	5,2292	4,2858	2,00	0,0513	5,0688	5,0390	0,90	0,0506
311,0	0,8222	1,70	0,0594	5,0855	5,1767	2,00	0,0436	5,0735	5,0465	1,25	0,0701
	0,8379	1,60	0,0548	5,0855	5,1967	1,85	0,0402	5,0735	5,0763	1,10	0,0614
	0,8360	1,55	0,0533	5,0855	5,2279	1,75	0,0378	5,0735	5,0207	1,05	0,0592
332,0	0,8335	2,00	0,0689	4,9089	5,222	1,90	0,0426	4,9959	5,0895	1,55	0,0876
	0,8595	2,25	0,0752	4,9089	5,217	1,85	0,0415	4,9959	5,1120	1,35	0,0759
	0,8391	2,15	0,0736	4,9089	5,2305	1,80	0,0403	4,9959	5,0898	1,25	0,0706

Tabela A . 27 - Dados experimentais de tempo , t , fluxo de permeado , Jp e fator de concentração volumétrica, Fcv , obtidos para o Processamento UBLC8 , de ultrafiltração de leite integral coagulado enzimaticamente , em batelada , na unidade de bancada MICROCARBOSEP 40.

PROCESSAMENTO UBLC8 - Unidade MICROCARBOSEP40			Leite : % proteína = 3,02	
P= 5Bar	Membrana M8 (50000 Daltons)		V=1780ml	
T= 35 C	Ja=284 l/h.m2 (2 bar e 30 C)		16/09/1994	
t (min)	Vperm (ml)	vazão (l/h)	fluxo , Jp (l/h.m2)	Fcv
0,5	4,2	0,50	66,7	1,0
1,0	7,2	0,36	48,0	1,0
1,5	10,4	0,38	51,2	1,0
2,0	13,0	0,31	41,6	1,0
2,5	15,8	0,34	44,8	1,0
3,0	18,3	0,30	40,0	1,0
3,5	20,7	0,29	38,4	1,0
4,0	23,3	0,31	41,6	1,0
4,5	25,6	0,28	36,8	1,0
5,0	28,4	0,34	44,8	1,0
5,5	30,4	0,24	32,0	1,0
6,0	32,9	0,30	40,0	1,0
6,5	35,5	0,31	41,6	1,0
7,0	37,6	0,25	33,6	1,0
7,5	40,1	0,30	40,0	1,0
8,0	42,1	0,24	32,0	1,0
8,5	45,0	0,35	46,4	1,0
9,0	47,0	0,24	32,0	1,0
9,5	49,0	0,24	32,0	1,0
10,0	51,4	0,29	38,4	1,0
11,0	56,2	0,29	38,4	1,0
12,0	60,1	0,23	31,2	1,0
13,0	65,5	0,32	43,2	1,0
14,0	69,8	0,26	34,4	1,0
15,0	74,8	0,30	40,0	1,0
16,0	78,8	0,24	32,0	1,0
17,0	83,6	0,29	38,4	1,0
18,0	87,5	0,23	31,2	1,1
19,0	92,3	0,29	38,4	1,1
20,0	96,6	0,26	34,4	1,1
22,0	105,4	0,26	35,2	1,1
24,0	114,1	0,26	34,8	1,1
26,0	122,8	0,26	34,8	1,1
28,0	131,5	0,26	34,8	1,1
30,0	140,0	0,26	34,0	1,1
35,0	160,6	0,25	33,0	1,1
40,0	181,5	0,25	33,4	1,1
45,0	201,4	0,24	31,8	1,1
50,0	221,7	0,24	32,5	1,1
55,0	242,5	0,25	33,3	1,2
60,0	261,6	0,23	30,6	1,2
65,0	281,0	0,23	31,0	1,2
70,0	300,4	0,23	31,0	1,2
75,0	320,0	0,24	31,4	1,2
80,0	338,8	0,23	30,1	1,2
85,0	357,5	0,22	29,9	1,3
90,0	380,0	0,27	36,0	1,3
95,0	394,9	0,18	23,8	1,3
100,0	413,5	0,22	29,8	1,3
105,0	432,3	0,23	30,1	1,3
110,0	451,0	0,22	29,9	1,3

Continuação da Tabela A . 27

t (min)	Vperm (ml)	vazão (l/h)	fluxo , Jp (l/h.m2)	Fcv
115,0	468,1	0,21	27,4	1,4
120,0	486,5	0,22	29,4	1,4
125,0	505,0	0,22	29,6	1,4
130,0	523,0	0,22	28,8	1,4
135,0	541,0	0,22	28,8	1,4
140,8	561,0	0,21	27,6	1,5
145,0	576,0	0,21	28,6	1,5
150,0	594,4	0,22	29,4	1,5
155,0	612,0	0,21	28,2	1,5
160,0	629,5	0,21	28,0	1,5
165,0	647,1	0,21	28,2	1,6
170,0	664,9	0,21	28,5	1,6
176,4	687,6	0,21	28,4	1,6
180,0	700,2	0,21	28,0	1,6
185,0	717,7	0,21	28,0	1,7
190,0	735,9	0,22	29,1	1,7
195,0	750,0	0,17	22,6	1,7
200,0	771,2	0,25	33,9	1,8
205,0	789,3	0,22	29,0	1,8
210,0	806,8	0,21	28,0	1,8
215,0	824,9	0,22	29,0	1,9
220,0	843,2	0,22	29,3	1,9
225,0	860,8	0,21	28,2	1,9
230,0	879,0	0,22	29,1	2,0
235,0	896,8	0,21	28,5	2,0
240,0	915,0	0,22	29,1	2,1
245,0	933,7	0,22	29,9	2,1
250,0	952,2	0,22	29,6	2,2
255,0	971,0	0,23	30,1	2,2
260,0	990,0	0,23	30,4	2,3
265,0	1008,7	0,22	29,9	2,3
270,0	1027,8	0,23	30,6	2,4
275,0	1046,7	0,23	30,2	2,4
280,0	1065,3	0,22	29,8	2,5
285,0	1084,8	0,23	31,2	2,6
290,0	1106,0	0,25	33,9	2,6
295,0	1123,9	0,21	28,6	2,7
305,0	1163,2	0,24	31,4	2,9
311,0	1187,1	0,24	31,9	3,0
316,0	1207,5	0,24	32,6	3,1
321,0	1228,5	0,25	33,6	3,2
325,0	1244,0	0,23	31,0	3,3
330,0	1264,6	0,25	33,0	3,5
335,0	1284,6	0,24	32,0	3,6
340,0	1303,8	0,23	30,7	3,7
343,0	1315,0	0,22	29,9	3,8

ERRATA	
página	**alteração**
44	na **TABELA 2** substituir : V- volume inicial de leite coagulado por **V - volume inicial de leite**
50	na **TABELA 4** substituir: a) no Processamento UPLC2, a pressão **P** de 5 por **4 bar**; b) no Processamento UPLC3, a pressão **P** de 4 por **5 bar**; c) V - volume inicial de leite por **V - volume inicial de leite coagulado**