



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Engenharia de Alimentos

**ULTRAFILTRAÇÃO DO CALDO FILTRADO DE LODO DECANTADO
DA USINA AÇUCAREIRA**

José de Ribamar Macedo Costa
(Químico Industrial)

Prof. Dr. Luiz Antonio Viotto
(Orientador)

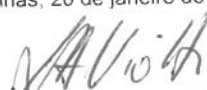
Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia de Alimentos
da Universidade Estadual de Campinas para obtenção do título de
Mestre em Engenharia de Alimentos

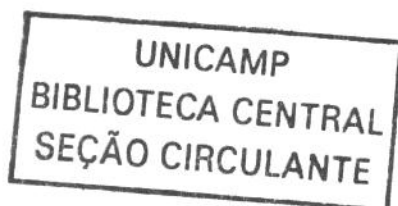
Campinas – SP
2002

PARECER

Este exemplar corresponde à redação final da tese defendida por **José de Ribamar Macedo Costa** aprovada pela Comissão Julgadora em 20 de janeiro de 2003.

Campinas, 20 de janeiro de 2003.


Prof. Dr. Luiz Antônio Viotto
Presidente da Banca

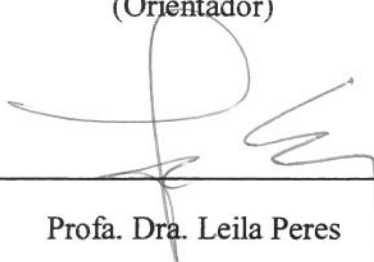


200307556

BANCA EXAMINADORA



Prof. Dr. Luiz Antonio Viotto
(Orientador)



Profª. Dra. Leila Peres
(Membro)

Prof. Dr. Gil Eduardo Serra
(Membro)



Profª. Dra. Maria Ângela de Almeida Meirelles
(Suplente)

Campinas, ____ de _____ de 2002.

*“Feliz aquele que transfere o que
sabe e aprende o que ensina”*

Cora Coralina.

*“Todo aquele que quiser nos mostrar
uma verdade não a expresse em
palavras, mas nos coloque em posição
tal que possamos vê-la por nós
mesmos”*

José Ortega y Gasset

À Deus, todo louvor, glória e agradecimentos

Aos meus pais pelo incentivo e apoio.
À minha família pelo apoio e confiança.
Aos amigos, que tanto nos ajudam nos momentos difíceis.
À Deus.
Dedico.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Luiz Antonio Viotto, pela oportunidade e orientação na realização deste trabalho.

À banca examinadora pela correções e sugestões apresentadas.

À minha família e aos insubstituíveis amigos Liane Satake, Sueli Ohata, Robson Silveira, Leon, Thaís, Duda, Lígia, Taniele, Thiago, Francisco Matias, Wagner Roberto, Flávio Silva, Brito Neto e Alaécio que com sua alegria, entusiasmo e apoio contribuíram de forma marcante para a finalização desta etapa da vida.

Ao Prof. Dr. Gil Eduardo Serra pela contribuição dada a qual foi decisiva deste a concepção e realização deste trabalho de pesquisa, assim como pelas agradáveis e super instrutivas conversas que pudemos ter.

À Prof^a. Dra. Maria Ângela de Almeida Meirelles, À Prof^a. Dra. Maria Isabel Rodrigues, que através de seus ensinamentos, exemplos e oportunidades oferecidas possibilitaram a construção de uma nova concepção de mundo a qual possibilitou este enorme crescimento alcançado, tanto profissional como pessoal.

A todas as técnicas do Departamento de Tecnologia de Alimentos e em especial à Ana Kon, Beth, Ana Maria e à aluna de iniciação científica do Laboratório de Frutas Carolina, pelo apoio imprescindível, assim como pelos momentos de alegria vividos durante a realização deste trabalho.

À USINA ESTER S.A., pelo fornecimentos da matéria-prima e apoio oferecido.

UM AGRADECIMENTO ESPECIAL ao irmão que encontrei nesta vida, JOSÉ OLIM, com o qual dividi momentos de alegrias e de tristezas, de dificuldades, de esperança, de sonhos... o amigo com quem tive momentos felizes. OBRIGADO POR SER MEU AMIGO.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo - FAPESP pelo apoio financeiro recebido.

RESUMO

Caldo filtrado do lodo decantado da usina açucareira foi ultrafiltrado à temperatura de 40°C, até o fator de concentração FC2 em uma unidade piloto, utilizando uma membrana tubular de poli (fluoreto de vinilideno) da Ultraflow, modelo UFM1SP70, massa molar de corte 70 kDa, área efetiva de aproximadamente 0,12 m², pressão máxima de 7,09x10⁵ Pa e temperatura máxima de 44,5°C. Amostras do material de alimentação, do retentado e do permeado a fatores de concentração FC1,5 e FC2 foram tomadas para análise de composição química e medidas de propriedades físicas. Para as condições operacionais de pressão transmembrana na faixa de 0,91x10⁵ Pa e 1,62x10⁵ Pa e de velocidade tangencial entre 2,85 m/s e 3,4 m/s foi possível avaliar, através do planejamento experimental, o efeito destes parâmetros sobre a porcentagem de variação da cor do caldo filtrado, da turbidez, do teor de dextranas e sobre o fluxo global de permeado, também até fator de concentração FC2, obtendo-se uma redução de cor e de turbidez do material tratado de até 92% e 98,34%, respectivamente. Foi observada ainda uma redução do teor de dextranas no caldo processado de até 86,66%. Foi possível verificar que o aumento da pressão transmembrana e da velocidade tangencial melhorou o fluxo de permeado, sendo que à pressão de 1,62x10⁵ Pa e velocidade tangencial de 3,4 m/s foi obtido o maior fluxo global de permeado (17,33 kg/(h.m²

SUMMARY

Sugar mill filtered juice was ultra filtered within the temperature of 40°C, up to the concentration factor FC2 in a pilot unit, using a polivinilidene difluoride tubular membrane from Ultraflow, model UFM1SP70, molecular weight cut-off 70 kDa, permeation area of 0,12 m², maximum pressure of 7,09x10⁵ Pa and maximum temperature of 44,5°C. Feeding material samples, retentate and permeate to concentration factors FC1,5 e FC2 were taken for chemical composition analyzes and physical properties measurements. For the operational conditions of transmembrane pressure on the 0,91x10⁵ Pa and 1,62x10⁵ Pa range and tangential velocity between 2.85 m/s and 3.4 m/s it was possible to evaluate, using the experimental design, the effects of these parameters over the percentage of color variation of the filtered juice, of the dextrans content, and over the permeated global flux, up to the concentration factor FC2 too, obtaining a color and turbidity reduction of the treated material up to 92% and 98,34%, respectively. It was also observed a reduction of dextrans within the processed juice up to 86,66%. It was possible to verify that the transmembrane pressure rising and tangential velocity improved the permeated flux, at the pressure rate of 1,62x10⁵ Pa and tangential velocity of 3,4 m/s the highest permeated global flux was obtained (17,33 kg/(h.m²

ÍNDICE GERAL

	Página
ÍNDICE DE TABELAS	xi
ÍNDICE DE FIGURAS	xii
ÍNDICE DE ANEXOS	xiii
1. INTRODUÇÃO	1
1.1. Objetivos	4
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1. O açúcar	5
2.2. Histórico da cana-de-açúcar	5
2.3. O caldo de cana: matéria-prima da indústria açucareira	
brasileira	8
2.3.1. Cor	10
2.3.2. Filtrabilidade	13
2.3.2(a) Filtrabilidade, colóides e outras impurezas	14
2.4. Processos na indústria açucareira	18
2.4.1. A clarificação	18
2.5 - Membranas	25
2.5.1. Definição e classificação dos processo de separação por	
membranas	25
2.5.1(a) Mecanismo de ação	28
2.5.2. Fenômenos que limitam o fluxo de permeado	30
2.5.3. Parâmetros operacionais dos processos com membranas	32
3. MATERIAIS E MÉTODOS	33
3.1. Matéria-prima	33
3.2. Unidade de ultrafiltração	33
3.3. Metodologia	35
3.3.1 Ultrafiltração do caldo filtrado	35
3.3.2. Análises Físicas.....	38

3.3.3 Análises Químicas	39
3.3.3 Planejamento experimental	39
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	42
4.1 Análise da composição da matéria prima	42
4.2 Análise do efeito da velocidade tangencial e da pressão transmembrana sobre a diminuição da cor, retenção de dextranas e a diminuição da turbidez.	50
4.3 Análise do efeito da velocidade tangencial e pressão transmembrana sobre o fluxo global de permeado a FC 2	54
4.4 Fluxo de permeado	56
5. CONCLUSÕES	59
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	61
ANEXOS	72

ÍNDICE DE TABELAS

	<i>Página</i>
TABELA 1 - Composição média do caldo de cana cru.	9
TABELA 2 - Principais componentes do caldo de cana-de-açúcar em relação aos sólidos solúveis	10
TABELA 3 - Polissacarídeos presentes no açúcar cru.	15
TABELA 4 - Variáveis independentes e níveis usados no estudo.	40
TABELA 5 - Características da matéria-prima utilizada	42
TABELA 6 - Composição da alimentação, do retentado e do permeado para fator de concentração FC 2 durante a ultrafiltração de caldo filtrado.	43
TABELA - 7 Percentagem de variação de cor e do teor de dextranas no permeado no fator de concentração FC 2 com relação ao material de alimentação em função da velocidade tangencial e pressão transmembrana até FC 2.	50
TABELA - 8 Valor dos efeitos da velocidade tangencial, pressão transmembrana e da interação entre esses efeitos sobre a variação de cor	51
TABELA - 9 Valor dos efeitos da velocidade tangencial, pressão transmembrana e da interação entre esses efeitos sobre a variação do teor de dextranas	52
TABELA -10 Valor dos efeitos da velocidade tangencial, pressão transmembrana e da interação entre esses efeitos sobre a variação da turbidez do caldo filtrado	53
TABELA - 11 Fluxo Global de permeado em função da velocidade tangencial e pressão transmembrana até FC = 2	54
TABELA - 12 Valor dos efeitos da velocidade tangencial, pressão transmembrana e da interação entre esses efeitos sobre o fluxo global de permeado	55

ÍNDICE DE FIGURAS

	<i>Página</i>
FIGURA 1 - Estrutura espacial da sacarose	5
FIGURA 2 - Produção brasileira de açúcar.	9
FIGURA 3 - Fluxograma de produção de açúcar cristal branco.....	19
FIGURA 4 - Fluxograma da etapa de clarificação no processo de produção de açúcar cristal branco.	21
FIGURA 5 - Configuração de alguns módulos de ultrafiltração utilizados a nível industrial.	27
FIGURA 6 - Comparação entre filtração estática e dinâmica.	29
FIGURA 7 - Faixas úteis nos processos de separação, mostrando a faixa de tamanho de partículas ou moléculas e coberto por cada processo e o fator primário que governa cada processo de separação.	29
FIGURA 8 - Declínio de fluxo de permeado com o tempo de operação.	31
FIGURA 9 - Diagrama esquemático do sistema de ultrafiltração	35
FIGURA 10 - Percentagem de variação nas características do permeado a FC 1,5 e FC 2 do caldo filtrado durante o processo de UF a pressão de $0,91 \times 10^5$ Pa e velocidade tangencial de 2,9 m/s (experimento 4).	47
FIGURA 11 - Percentagem de variação nas características do permeado a FC 1,5 e FC 2 de caldo filtrado durante o processo de UF a pressão de $1,62 \times 10^5$ Pa e velocidade tangencial de 3,4 m/s (experimento 1).	47
FIGURA 12 - Curvas de permeação obtidas para os sete experimentos de ultrafiltração de caldo filtrado utilizando membrana polimérica em PVDF, com massa molecular de corte (MWCO) de 70 kDa a temperatura de 40°C	57

ÍNDICE DE ANEXOS

	<i>Página</i>
ANEXO I - Unidade piloto de ultrafiltração	72
ANEXO II - Preparo de água deionizada	74
ANEXO III - Caldo filtrado em diversas etapas do processamento	75
ANEXO IV - Limpeza de membrana	75
ANEXO V - Resultados obtidos para experimentos de ultrafiltração de caldo filtrado utilizando membranas poliméricas construídas em difluoreto de polivinilideno (PVDF), com massa molecular de corte de 70 kDa.	77

1. INTRODUÇÃO

O açúcar é um insumo bastante utilizado na fabricação de vários produtos alimentícios como pães, bolos, doces sendo que, em algumas destas aplicações, a sua cor pode ser de grande importância devido à sua influência na cor do produto final, como é o caso específico de algumas bebidas, que exigem o uso de um açúcar acentuadamente branco.

No mercado mundial de açúcar, o preço deste produto atualmente tem sido definido pela sua cor e filtrabilidade (El-Syiad, 2000). Ganha assim importância a exploração de novos processos que venham a combinar a redução dos custos de produção com a melhoria da qualidade do açúcar.

A ultrafiltração e a microfiltração são processos que já apresentam uma certa tradição em termos de aplicações em várias indústrias de alimentos como por exemplo nas indústrias de laticínios, sucos, bebidas; onde as operações de separação e/ou fracionamento com utilização de membranas têm sido usadas com sucesso (Baker *et al*, 1991; Lancrenon *et al*, 1993; Cartier *et al*, 1997(b); Skelton, 2000)). Os principais atrativos para o emprego do processo de membranas são: menor consumo de energia, instalações compactas, maior rendimento e qualidade do produto final (Petrus *et al*, 1993).

Apesar de existirem vários estudos sobre o uso industrial do processo de membranas na clarificação do caldo de cana (Krapf, 1996), a pesquisa deste processo utilizando como matéria-prima o caldo filtrado ainda não tem sido explorada. O uso de membranas na

empregada na indústria de cosméticos (Honig, 1974), que poderia ser isolada do retentado obtido; havendo ainda a possibilidade do uso deste retentado como fertilizante (Hanssens, 1988).

2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 – O açúcar

A cana-de-açúcar é uma planta da família das *Gramíneas*, do gênero *Saccharum* da espécie *Saccharum officinarum* L. Sua cor pode ser amarela verde, vermelha, roxa ou acinzentada, dependendo da variedade. No decorrer do tempo, foi efetuado um trabalho de melhoramento das espécies de cana combatendo diversas doenças, misturando várias espécies, obtendo-se então a cana híbrida *Saccharum ssp* (Marafante, 2000).

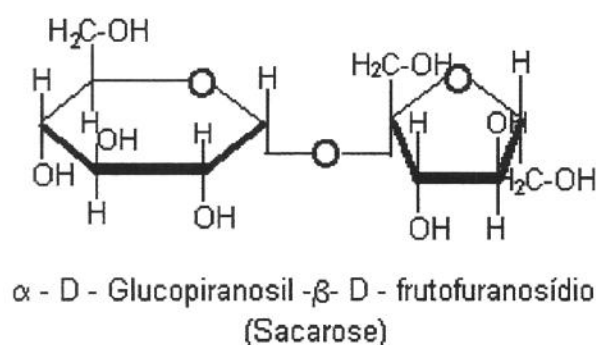


FIGURA 1. Estrutura espacial da sacarose (fórmula planar em perspectiva de Haworth).

Fonte: Bobbio *et al* (1995).

Segundo Bobbio *et al* (1995) o açúcar pode ser definido como uma substância orgânica de sabor doce presente em grande parte dos vegetais ou ainda substância orgânica extraída principalmente da cana de açúcar e da beterraba. Quimicamente, verifica-se que o

A fabricação do açúcar em escala comercial se desenvolveu no Egito nos séculos IX e X e a sua exportação era parte importante do comércio deste país (Leme Jr, 1965). O comércio de açúcar entre a Ásia e a Europa era um dos mais importantes do século passado. No Brasil, pode se dizer que a cana-de-açúcar deu sustentação ao seu processo de colonização, tendo sido a razão de sua prosperidade nos dois primeiros séculos. Do seu descobrimento em 1500, até 1532, há referências de que se cultivava a cana e produzia-se açúcar no nordeste brasileiro, mais especificamente em Pernambuco, de onde teria ocorrido exportação de açúcar para Portugal em 1520/26, havendo ainda registros sobre um antigo documento referente à cobrança de direitos sobre o açúcar oriundo de Pernambuco, datado de 1526 em Lisboa (Sherev *et all*, 1977).

Historicamente o setor sucroalcooleiro passou por diversas fases de modernização, com centralização e acumulação de capitais, sendo que este processo em curso não é um fenômeno recente e nem homogêneo (Eid, 1994). A maioria das usinas açucareiras no Brasil introduziu adaptações técnicas nos sistemas de pressão e de velocidade de alimentação das moendas para aumentar o percentual de extração da sacarose da cana e aumentar o volume de matéria-prima triturada para a fabricação de açúcar, álcool e outros produtos. Juntamente com inovações no modo de operação e a utilização de modernos equipamentos, a indústria sucroalcooleira aumentou o nível de automação do processo produtivo tanto do açúcar, quanto do álcool com a implantação de sistema de controle para as centrífugas, moendas, caldeiras, esteiras e alimentação de cana (Hon-Jun, 1995). A instalação da instrumentação digital começou em 1983. Em 1984/85, este processo foi intensificado com a automação dos departamentos de fermentação, destilação, controle dos aparelhos de destilação, controle de fermentação. A automação industrial, introduzida em



FIGURA 2. Produção brasileira de açúcar. Fonte Copersucar, 2002.

O caldo de cana é tido como uma complexa mistura coloidal de composição variável, na qual o meio de dispersão é a água. Alguns dos seus constituintes, como os açúcares, estão em dispersão molecular de difícil separação. Outros, como os ácidos orgânicos e sais minerais estão dissociados ou ainda em dispersão coloidal, como é o caso das matérias corantes, polissacarídeos, proteínas, sílicas e partículas de cera. São encontrados também em suspensão partículas de bagaço, ar e outras impurezas (Leme Jr. *et al*, 1965; Delgado *et al*, 1977). Segundo Copersucar (2000), a composição média do caldo de cana cru, pode ser expressa como descrito na Tabela 1.

TABELA 1 – Composição média do caldo de cana cru.

CONSTITUINTES	QUANTIDADE (%)
Água	65 - 75
Sólidos	24 -27
Sólidos solúveis	10 - 16
Açúcares	9,75 - 11,9
Fibras	8 – 14

Fonte: Spencer – Meade, 1967.

carotenóides, antocianinas, polifenóis, aminocompostos, anidridos complexos, hexoses (Honig, 1974).

Outros tipos de corantes são formados durante o processamento do açúcar quando submetido ao calor, oxigênio, a uma variedade de reagentes químicos (que influenciam na alcalinidade do caldo) e contaminantes de ferro provenientes dos equipamentos utilizados. Segundo a literatura consultada, os compostos responsáveis pela cor podem ser divididos em dois grupos: aqueles formados como resultado da decomposição alcalina e aqueles formados da decomposição térmica. (Hutson, 1979 e Edye *et all*, 1996).

Exames da cor formada durante o processamento do açúcar demonstram que, para o açúcar de beterraba, os produtos de degradação alcalina de hexoses constituem de 70% a 80% do total de cor formada e os caramelos constituem o restante. O tamanho médio das partículas de cada corante foi determinado por medida de coeficientes de difusão, obtendo-se raios, em Angstrons, de: melanoidinas 8,2, produtos de degradação de hexosas 10,0, caramelo 4,6, carameleno 9,5 e caramelino 43,3.

Os produtos de degradação alcalina são os maiores contribuintes para a cor do açúcar, atribuída à formação de produtos de degradação sensíveis ao pH como os obtidos por gel-filtração da decomposição de produtos de hexoses (Hutson, 1979). Yamane *et all* (1965) descobriram que a primeira fração de produtos obtidos da decomposição alcalina de açúcar cru era constituída de compostos de alta massas molares, na faixa de 5000 até 10000. Corantes de altas e baixas massas molares encontrados no açúcar refinado apresentam fórmulas empíricas $C_{14-16}H_{17-18}O_{5-6}N$ e $C_{12-13}H_{16-18}$ e os encontrados nos licores

afeta a viscosidade do xarope. Verificou-se que o caramelo diminui a velocidade de cristalização da sacarose.

Segundo Riffer (1988) a clarificação é o processo mais efetivo para a remoção de corantes presentes no caldo. Yamane *et all* (1940) verificaram que o leite de cal tem um forte efeito descolorante no caramelo, porém a alcalinização, seguida de carbonatação é cerca de 1,2 a 1,5 vezes mais efetiva na descoloração de caramelos que a cal isoladamente. Gillet (1969) afirma que a caleagem e a adição de fósforo são essencialmente eficientes na separação de compostos coloidais ferropolifenóis de coloração castanho-esverdeada presentes no caldo.

Segundo Ramaiah *et all* (1968), citado por Pulzatto (1995), o comportamento do açúcar branco sob estocagem que apresentou degradação foi devido à caramelização de hexosas (presentes acima de 0.05%), como verificado por leitura da absorbância a 285nm. Esta reação é catalisada pelas cinzas, principalmente carbonatos e bicarbonatos, concentrados nos cristais de açúcar. Açúcares sulfitados são menos susceptíveis à degradação que os carbonatados. Outros produtos de decomposição e aqueles resultantes da caramelização estão também presentes.

2.3.2. Filtrabilidade

Nas usinas, refinarias e também em outras indústrias alimentícias, as soluções açucaradas são submetidas a operações de filtração em filtros inertes, em geral com o emprego de pressão. Com referência à filtrabilidade, as diferentes qualidades dos açúcares

TABELA 3 – Polissacarídeos presentes no açúcar cru.

Amostra de açúcar	Polissacarídeos totais (ppm)	Dextranas (ppm)	Amido (ppm)	Outros polissacarídeos solúveis (%)
A	1670	372	390	54.4
B	2030	775	141	54.8
C	2790	1584	382	29.5
D	1390	502	155	52.7
E	3120	1883	425	26.1

Fonte: Chen *et al.*, 1993.

Segundo Clarke (1997), as dextranas “são glucanos ou polímeros de glucose que contêm pelo menos 60% de ligações 1,6 e são produzidas a partir da sacarose por meio da bactéria *Leuconostoc dextranicum*”. Os principais fatores que afetam os níveis de dextranas no açúcar cru estão relacionados com as condições de campo e colheita. Estes fatores incluem:

- temperatura do ambiente e umidade ambiental;
- chuva;
- intensidade da queima;
- grau de dano causado na cana durante a colheita (manual ou mecânica);
- demora entre a queima e o corte
- demora entre o corte e a moagem.

A variedade da cana também tem influência no nível de dextranas nos caldos e, conseqüentemente no açúcar, devido à possibilidade desta ser ou não suscetível ao ataque por *Leuconostoc*.

Além dos problemas acima descritos, Chen et all (1993) observaram outros problemas causados pelas dextranas na refinaria de açúcar, e encontraram que:

- Os açúcares com elevados níveis de dextranas apresentam “falso Pol”. O valor da “Pol” observado é cerca de três vezes o valor da “Pol real” multiplicado pelo teor de dextranas na amostra.
- A afinação remove apenas 20% da dextrana presente, ficando os 80% restantes oclusos nos cristais;
- A filtração por pressão é ineficiente para a remoção de dextranas;
- As dextranas presente nos licores de alimentação não são absorvidas pelos carbonatos absorventes;
- Das dextranas presente nos licores, acima de 25% é retida nos cristais do açúcar produzido;
- Geralmente, o limite de dextranas que implica em despesas adicionais à refinaria é de 300 ppm.

Pelo estudo da correlação entre filtrabilidade dos não-açúcares para o açúcar cru das Filipinas, foi encontrado que a sílica tem um baixo ou nenhum efeito sobre a filtração. Já o amido e as graxas têm algum efeito e as gomas e os fosfatos presentes têm uma alta correlação com a filtrabilidade. A velocidade de filtração tem uma intensa relação com a quantidade de amido presente. No amido da cana, a razão de amilose e amilopectina é 1:4; no entanto, é a amilose que significativamente influencia no decréscimo da velocidade de filtração de licores carbonatados, enquanto que o efeito da amilopectina parece ser negligenciável (Chen *et all*, 1993).

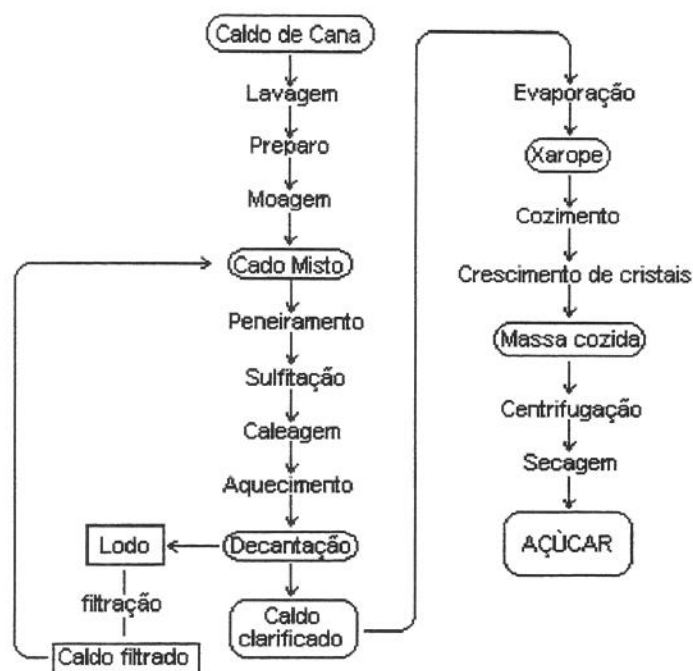


FIGURA 3. Fluxograma de produção de açúcar cristal branco. Fonte: Pulzatto, 1995.

Vários são os métodos de alcalinização utilizados industrialmente. Na indústria brasileira, são mais empregados a caleagem simples e a sulfo-caleagem. Na caleagem simples, é adicionado leite de cal (usualmente 2,5% a 7,5 % de CaO), levando o pH a 7,2 – 8,6 e aquecendo-se o caldo até a temperatura de 100°C – 110°C, fazendo-se então uma decantação (Honig, 1974). A sulfo-caleagem é usada na produção do açúcar cristal branco. Neste método, o caldo é tratado em contracorrente, com anidrido sulforoso (SO₂) até pH 3,8 – 4,3, seguindo então para a etapa de caleagem, onde atinge o valor de pH entre 6,8 a 7,4, para em seguida ser aquecido a 100°C – 110°C e posteriormente decantado.

Em cada 100 (cem) partes de caldo passadas por estes filtros, de 40 a 70 são de caldos limpos e cerca de 30 a 60 são de caldos turvos. Este caldo volta à etapa de clarificação (ver procedimento I, Figura 4), resultando em aumento do volume de caldo que chega ao clarificador. Além deste problema, o retorno deste material constitui uma recirculação de impurezas no interior do sistema de clarificação, sendo que estas impurezas têm conhecida influência tanto no aparecimento de problemas tecnológicos (formação de incrustações, aumento de viscosidade dos xaropes, méis, dificuldades de cristalização da sacarose, formação de cor, etc.) como na qualidade do produto final obtido (Spencer-Meade, 1967).

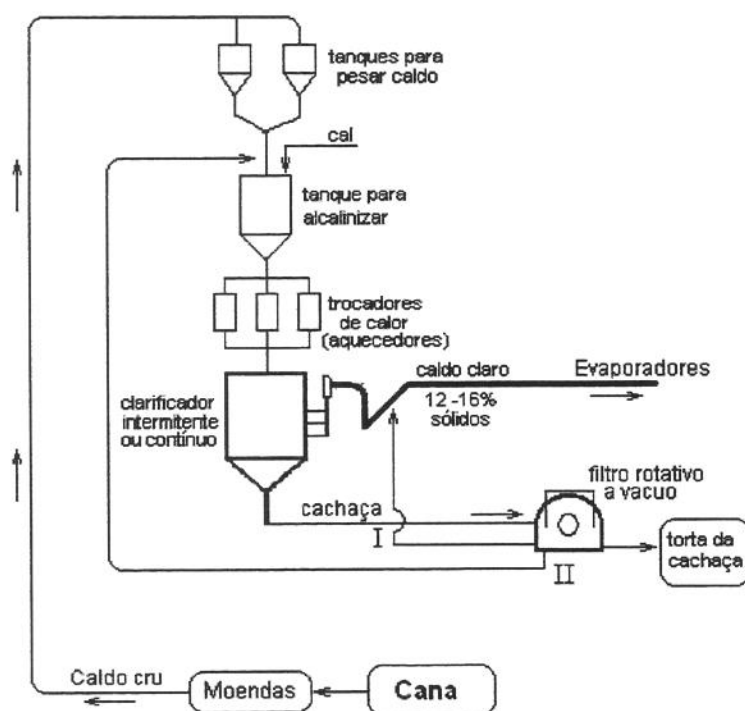


FIGURA 4. Fluxograma da etapa de clarificação no processo de produção de açúcar cristal branco. Spencer, 1967.

alimentação) aumenta com o peso molecular médio dos corantes e com o fator de concentração. A perda de açúcar neste processo é da ordem de 1,5%.

Cartier (1997) propôs o uso da microfiltração/ultrafiltração acoplado a tratamento com flocculantes (sais de amônio quaternários) como alternativa ao processo de clarificação/evaporação ou evaporação direta do xarope para produção dos cristais de açúcar (massa cozida) devido ao alto gasto de energia do processo tradicional por causa da elevada viscosidade do material tratado. Neste estudo foram empregadas membranas minerais multi-tubos com sete canais de 4,5 mm e comprimento de 0,856 m e área total de 0,08 m² com massas moleculares de corte 0,3µm (300 kDa), 0,2µm (200 kDa), 0,1µm (100kDa) (membranas de microfiltração), e 0,015 µm (15 kDa) (membrana de ultrafiltração), operando à temperatura de 85°C, pressão transmembrana de 2x10⁵ Pa e velocidade de alimentação de 5 m/s, para o tratamento de soluções de açúcar de cana cru a 50°brix. Verificou-se que a purificação do açúcar cru por processos de floculação e micro/ultrafiltração é eficiente em termos de remoção de turbidez (90%), descoloração (50%), e produtividade, com fluxo de permeado de 65 l/(h.m²), obtendo-se permeados de boa qualidade e fluxos economicamente interessantes.

Estudos realizados por Cartier *et all* (1997) demonstram que a técnica de ultrafiltração aplicada à clarificação do caldo de cana cru a 50°brix apresenta boa eficiência em termos de redução da cor (39%), com fluxo de 25 l/(h.m²) para uma membrana polimérica de 0,015 µm (15 kDa). Estes resultados podem ser sensivelmente melhorados pelo acoplamento de outras técnicas a este processo, a exemplo do pré-tratamento com

0,5 μm (500 kDa), obtendo-se fluxos de 40 $\text{l}/(\text{h}.\text{m}^2)$ a temperatura de 90°C. Em outro estudo, também em 1997, Rafik^b, chegou a resultados de remoção de até 90% da cor produzida por caramelos, produtos de degradação alcalina de hexoses e melanoidinas com o emprego de membranas formadas por polimerização de plasma de alilamina, sendo que para esta, verificou-se uma perda de apenas 2% de açúcar em solução de sacarose e um fluxo de 16,6 $\text{l}/(\text{h}.\text{m}^2)$.

2.5 – Membranas

2.5.1. Definição e classificação dos processos de membranas

A filtração é definida como a separação de um ou mais componentes de um fluxo de fluido. Nas aplicações convencionais, seu uso refere-se à separação sólido-fluido onde se força a passagem da mistura através de um material poroso que retém o sólido. Os processos mais comuns de filtração com membranas são a microfiltração, ultrafiltração, osmose reversa, diálise e eletrodialise (Cheryan, 1986).

Lakshminarayanaiah (1975) citado por Cheryan (1986), refere-se à membrana como sendo “uma fase que atua como uma barreira que evita o movimento de massa seletivamente ou que regula a passagem de uma ou mais espécies através dela”. As

Foram desenvolvidas comercialmente quatro diferentes conformações: a tubular, as de fibras ocas (hollow fiber), as de placas e a espiral, que podem ser observados na Figura 5 (Maubois, 1980). A configuração espiral e de fibras capilares, por serem estruturas mais densamente empacotadas, ocupam menor espaço de instalação e apresenta menor consumo de energia em relação à configuração tubular. Por outro lado, a estrutura tubular é mais vantajosa em relação à limpeza. Já a configuração de placas apresenta baixo volume morto e baixo consumo de energia.

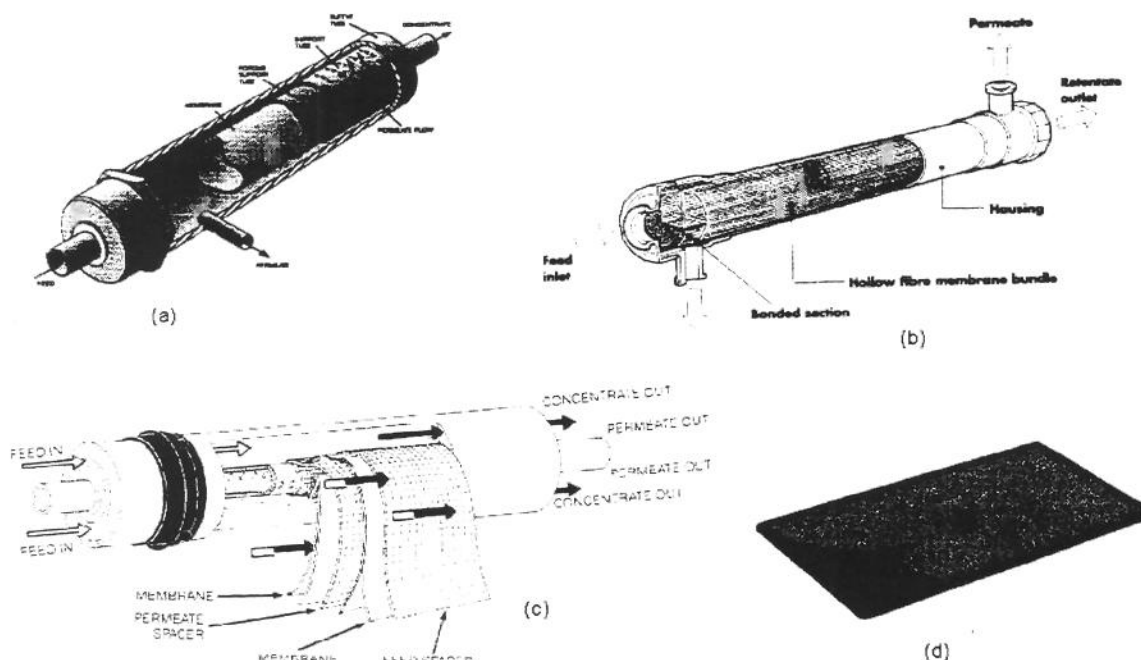


FIGURA 5. Configuração de alguns módulos de ultrafiltração utilizados a nível industrial. (a) Tubular; (b) Fibra oca; (c) Espiral; (d) Planar. Fonte: Scott, 1997, Cheryan, 1986.

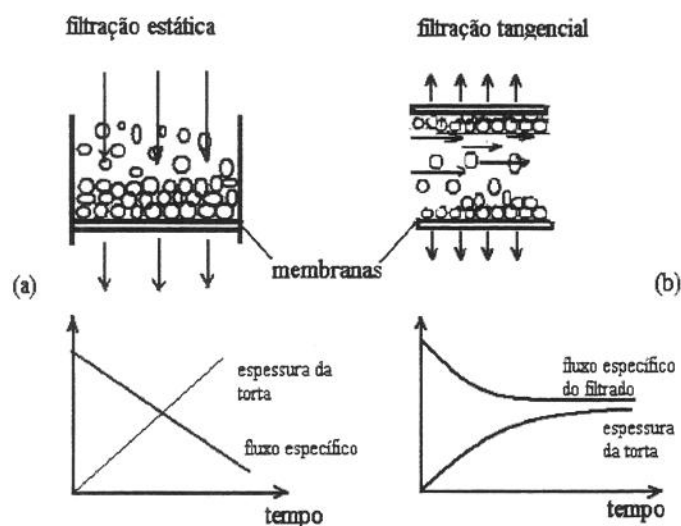


FIGURA 6 – Comparação entre filtração estática e dinâmica. (a) Filtração estática.(b) Filtração tangencial. Scott, 1997.

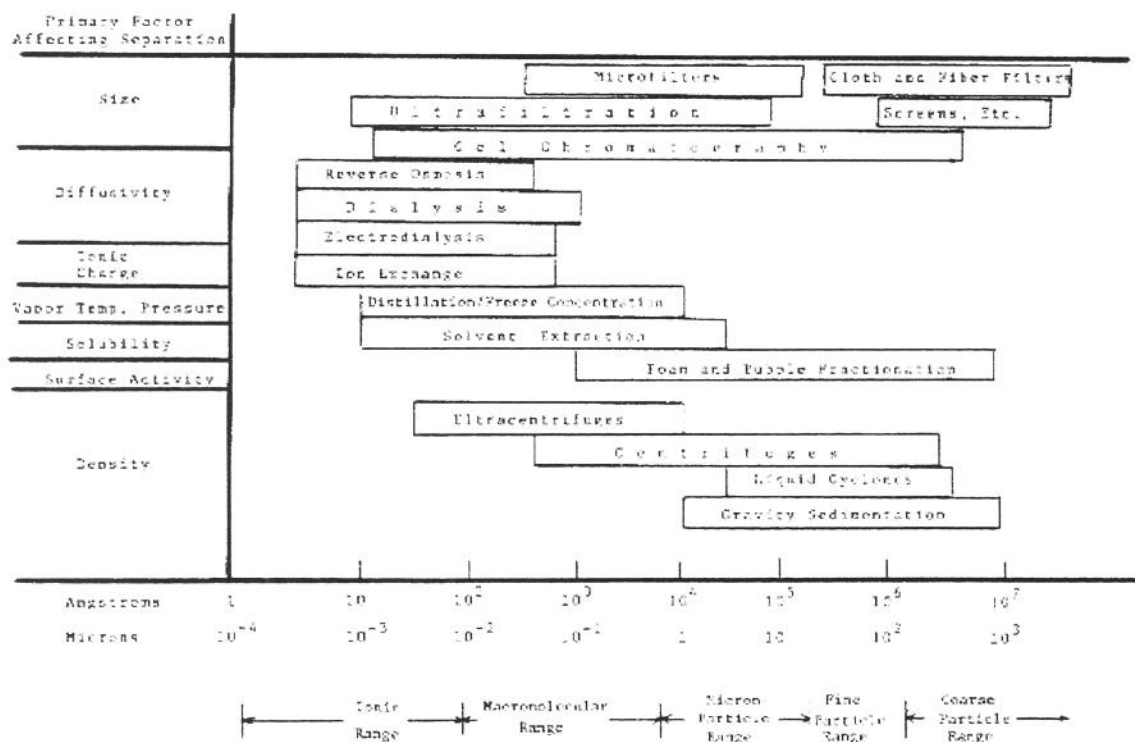


FIGURA 7. Processos de separação sólido-fluído, mostrando as faixas de tamanho de partículas ou moléculas coberta e o fator primário que governa cada processo de separação. Fonte: Cheryan, 1986.

fluxo devido ao “fouling” é geralmente irreversível sendo necessário interromper o processo para proceder a limpeza com agentes químicos.

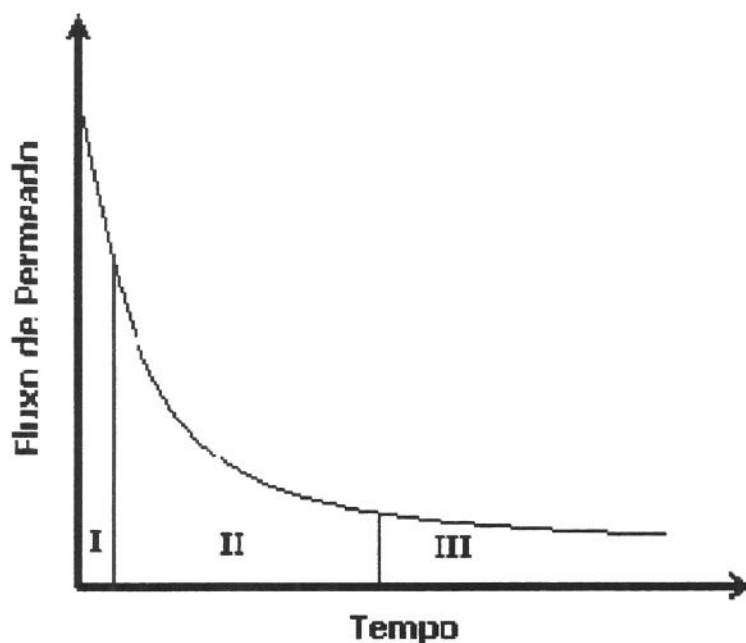


FIGURA 8. Declínio de fluxo de permeado com o tempo de operação. Estágio I: Polarização da concentração. Estágio II: Camada “fouling”; Estágio III: Consolidação da camada “fouling”.

Na etapa final do processo o fluxo declina lentamente, devido à deposição e acúmulo de partículas na superfície da membrana e à cristalização ou precipitação de solutos muito pequenos e normalmente solúveis, sobre a superfície e no interior dos poros, o que causa a incrustação da membrana e a conseqüente consolidação do “fouling”. De acordo com Cheryan (1986) o tipo e a extensão da incrustação dependem da natureza química da membrana, dos solutos e das interações soluto-membrana.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Matéria-prima

A matéria-prima estudada no processo de ultrafiltração foi o caldo filtrado da cana-de-açúcar da safra 2001/2002, gentilmente cedido pela usina Éster S. A., Cosmópolis - SP. O caldo utilizado nos experimentos foi recolhido de duas correntes de caldo filtrado, provenientes da filtração do lodo do clarificador em filtro de tambor rotativo e do filtro prensa. O material foi recolhido a uma temperatura de aproximadamente 90°C, e acondicionado em tambores plásticos. Após o resfriamento este foi misturado para garantir a homogeneidade e dividido em porções de aproximadamente 18 kg, identificados e levado à câmara de congelamento. As amostras foram descongeladas momentos antes do processamento e filtradas por uma peneira de aço inox 50 mesh, para a retenção de flocos de fosfato tricálcico, sílicas, bagaços e outras impurezas grosseiras presentes no caldo filtrado (Honig, 1974). A temperatura do caldo foi elevada até cerca de 40°C, e então transferida para o tanque de alimentação da unidade de ultrafiltração.

3.2. Unidade de Ultrafiltração

A unidade piloto usada neste estudo operou com membrana tubular polimérica construída em difluoreto de polivinilideno - PVDF da Ultraflow Membrane Co. Inc modelo UFM1SP70, massa molecular de corte de 70 kDa, com área de permeação de 0,12 m². O esquema da unidade piloto adquirido com recursos do projeto Fapesp nº 99/10986-1 e

14. Válvula micrométrica manual de 1,5 pol, para ajuste de pressão, marca Castinox.

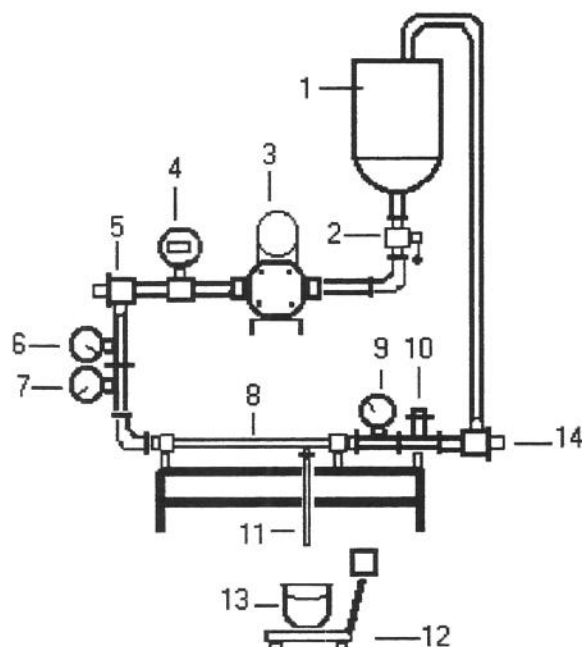


FIGURA 9. Diagrama esquemático do sistema de ultrafiltração.

3.3. Metodologia

3.3.1 Ultrafiltração do caldo filtrado

Os ensaios foram realizados na Planta Piloto de Laticínios do Departamento de Tecnologia de Alimentos (DTA) da Faculdade de Engenharia de Alimentos (FEA) da Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP. As análises físicas e químicas foram feitas no laboratório de Leite e Derivados e no laboratório de Frutas e Produtos Açucarados, pertencentes ao mesmo departamento.

Δm_p = massa (kg) recolhida no intervalo de tempo Δt ;

Δt = intervalo de tempo (h);

A = área de permeação da membrana (m^2).

Este fluxo foi graficado em função do tempo de processo para cada experimento, como pode ser observado no Anexo V.

Os valores de pressão transmembrana, definida como a média entre a pressão de entrada e a pressão de saída da membrana, quando o permeado está à pressão atmosférica, foram calculados através da seguinte equação

$$P_T = \frac{P_A + P_R}{2}; \quad (11)$$

onde: P_T = pressão transmembrana (kPa);

P_A = pressão de entrada na alimentação (kPa);

P_R = pressão de saída do retentado (kPa).

Os valores das pressões de entrada e de saída, bem como a vazão da alimentação foram observados, por meio dos manômetros e do medidor de vazão, respectivamente. O ajuste destes parâmetros, previamente definidos para cada experimento foi feito simultaneamente, através das válvulas micrométricas para ajuste fino da pressão e do variador de rotação do motor da bomba para ajuste da vazão de alimentação.

3.3.3 Análises Químicas

As amostras de caldo filtrado foram analisadas para determinar as concentrações de:

Dextranas: método fenol-sulfúrico, pelo método 988.12 (AOAC, 1995)

Açúcares totais e açúcares redutores: Método de Lan-Eynon. Método oficial 932.09 (AOAC, 1995).

3.3.4. Planejamento experimental

A Tabela 4 mostra as variáveis independentes e os níveis que foram usados no estudo dos efeitos dos fatores sobre as variáveis respostas. As variáveis independentes estudadas foram: a pressão transmembrana e a velocidade tangencial e as variáveis-resposta: o fluxo global de permeado, a porcentagem de variação de cor do permeado obtido com relação à cor do caldo filtrado na alimentação, a porcentagem de variação na turbidez e a porcentagem de variação no teor de dextranas. Esta variação é definida como

$$\%VARIAÇÃO = \left(\frac{X(A) - X(P2)}{X(A)} \right) \times 100; \quad (12)$$

onde:

%VARIAÇÃO – variação no valor da variável-resposta no material permeado com relação ao material de alimentação;

X(A) – valor da variável para o material de alimentação;

X(P2) – valor da variável para o permeado médio no fator de concentração 2

$$P = \frac{100}{N} \sum_{i=1}^N \frac{|V_P - V_0|}{V_0} \quad (13)$$

onde: P = desvio relativo médio (%); V_P = valores preditos pelo modelo; V_0 = valores observados experimentalmente; N = numero de pontos experimentais

Foi realizado um total de 4 ensaios para o estudo dos efeitos e mais três ensaios no ponto central da faixa estudada para cada variável independente, visando avaliar o erro experimental.

As dificuldades reveladas no manuseio da matéria-prima são justificadas pelo fato desta ser constituída de um sistema de materiais em dispersão coloidal e também em suspensão, como sílicas, flocos de fosfatotricálcico, e bagaço, dentre outros materiais dispersos em água (Spencer-Meade, 1967). A matéria-prima de coloração castanha, pode ser vista na fotografia no anexo IV.

As análises realizadas no material de alimentação, bem como no concentrado e permeado tanto a FC 1,5 e FC2 em cada experimento apresentam menor desvio, para cada corrida, em relação ao desvio entre todas as corridas, conforme pode ser visto através resultados apresentados na Tabela 6.

Pela análise da Tabela 6, podemos observar que o processo de ultrafiltração teve influência sobre a composição do material processado. Há uma diminuição média de 4,04% na quantidade de sólidos totais no permeado em relação ao caldo filtrado na alimentação e uma redução de 3,73 % nos sólidos solúveis a FC 2. Verifica-se assim uma ligeira concentração de sólidos totais no concentrado devido à camada gel polarizada formada na superfície da membrana que ajudou inclusive a reter os componentes de baixo peso molecular que teoricamente deveriam estar presentes no permeado e no retentado na mesma porcentagem. Os componentes solúveis presentes no caldo filtrado, apresentam massas molares, em geral, abaixo da massa molecular de corte da membrana utilizada que é de 70 kDa, (Honig 1975; Hutson, 1979; Cheryan, 1986). Os sólidos totais, cinzas e os açúcares totais tiveram seus percentuais diminuídos em relação a alimentação enquanto que os açúcares redutores mantiveram-se praticamente constantes ou apresentaram ligeira redução.

Continuação da Tabela 6....

Exp	P(10 ⁵ Pa)	V (m/s)	Amostra	Brix(%)	S.T. (%)	Cinzas(%)	A.R.(%)	A.T.(%)	Dextrana (mg/L)	Cor (ICUMSA)	Turbidez (ICUMSA)
6	1,27	3,12	A	5,35 ± 0,02	5,42 ± 0,05	0,13	0,32 ± 0,00	3,04 ± 0,07	1065	1503	2842
			R1,5	7,09 ± 0,01	7,27 ± 0,03	0,15	0,49 ± 0,00	3,62 ± 0,11	1209	5031	6119
			P1,5	6,03 ± 0,05	6,45 ± 0,01	0,14	0,34 ± 0,00	3,21 ± 0,08	789	1235	277
			R2	7,37 ± 0,01	7,70 ± 0,03	0,15	0,49 ± 0,00	3,62 ± 0,11	1509	2194	8097
			P2	5,21 ± 0,03	5,28 ± 0,02	0,14	0,31 ± 0,00	2,93 ± 0,07	978	523	143
7	1,27	3,12	A	5,81 ± 0,01	5,87 ± 0,22	0,14	0,32 ± 0,00	3,09 ± 0,07	1068	1290	1811
			R1,5	5,76 ± 0,02	5,97 ± 0,04	0,14	0,43 ± 0,01	3,27 ± 0,08	1479	4108	6574
			P1,5	5,08 ± 0,02	5,76 ± 0,01	0,13	0,39 ± 0,01	2,93 ± 0,18	774	1889	622
			R2	6,10 ± 0,02	6,48 ± 0,04	0,16	0,43 ± 0,01	3,47 ± 0,09	1884	5699	8923
			P2	5,60 ± 0,01	5,65 ± 0,07	0,14	0,32 ± 0,01	2,79 ± 0,06	919	581	581

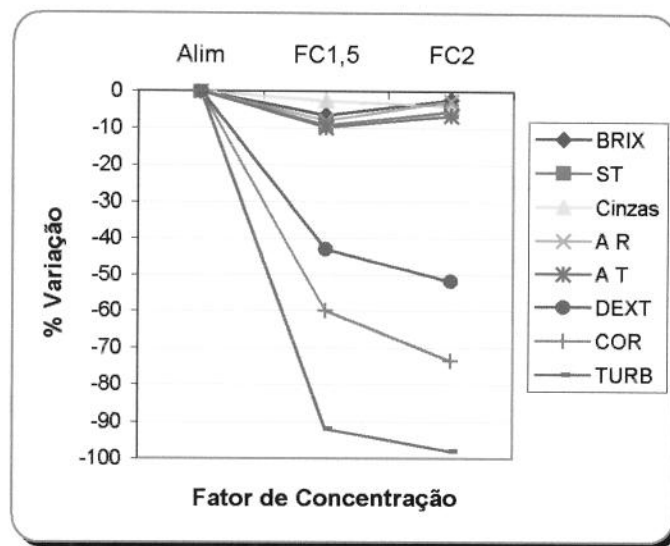


FIGURA 10. Percentagem de variação nas características do permeado a FC 1,5 e FC 2 do caldo filtrado durante o processo de UF a pressão de $0,91 \times 10^5$ Pa e velocidade tangencial de 2,9 m/s (experimento 4).

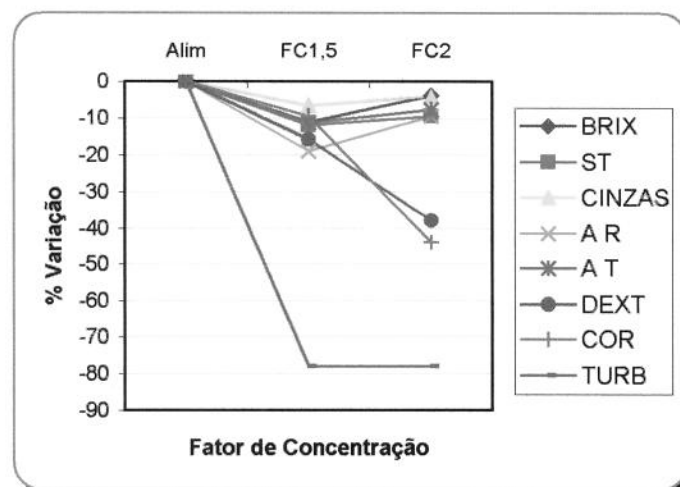


FIGURA 11. Percentagem de variação nas características do permeado a FC 1,5 e FC 2 de caldo filtrado durante o processo de UF a pressão de $1,62 \times 10^5$ Pa e velocidade tangencial de 3,4 m/s (experimento 1).

passagem do fluido pelo poro irá alongar e/ou deformar a molécula de soluto na superfície da membrana, sendo que esta deve então passar através do poro.

Segundo Rudie *et all* (1990), um aumento excessivo da pressão deve ter como resposta a diminuição da retenção de dextranas, pois haverá uma maior passagem das moléculas através dos poros. O experimento 4 reforça este conceito pois mantida a velocidade de 2,9 m/s a redução da pressão de 1,6 para $0,9 \cdot 10^5$ Pa levou a redução da porcentagem de dextrana de 86,66 para 46,98%.

Com o processo de ultrafiltração do caldo filtrado, foi obtida redução de até 72,92% para a cor e de até 98,34 % na turbidez.

Estudos de ultrafiltração realizados por Cartier (1997), usando o caldo de cana cru apresentaram redução de 90% na turbidez e 50% na cor de solução de açúcar a 50°Brix, trabalhando com membranas cerâmicas de 15 kDa a pressão de $3 \cdot 10^5$ Pa e velocidade tangencial de 5m/s, à temperatura de 60°C. Já Rafik (1997), obteve 57% de redução de cor em soluções açúcar de cana a 60°Brix, utilizando membranas minerais 100 kDa, trabalhando à temperatura de 90°C. Saska *et all* (1995) que com o emprego de membranas cerâmicas 200 kDa, trabalhando a temperatura de 65°C, pressões de 28 bar, obteve açúcares cerca de 73,63% mais claros que os obtidos nos processos convencionais de fabricação.

estatisticamente significativo sobre a percentagem de variação de cor, pois os valores do parâmetro *P* obtidos para os dois fatores e sua interação, indicam que a probabilidade de que as variações observadas nos valores da variável resposta serem devidos ao erro experimental e a erros aleatórios está acima de 5%, não podendo portanto, ser considerados estatisticamente significativos a um intervalo de confiança de 95%.

TABELA 8 - Valor dos efeitos da velocidade tangencial, pressão transmembrana e da interação entre esses efeitos sobre a variação de cor.

	Efeito	Desvio Padrão	t(2)	P	-95,% Cnf.Limt	+95,% Cnf.Limt
Média	57,17*	2,29	24,99	0,0015	47,32	67,01
(1) Pressão	-20,51 ^{ns}	6,05	-3,39	0,0772	-46,55	5,54
(2) Velocidade	4,42 ^{ns}	6,05	0,73	0,5416	-21,63	30,46
P x v	-8,07 ^{ns}	6,05	-1,33	0,3138	-34,12	17,97

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

Coeficiente de Correlação $R^2 = 0,86$.

A Tabela 9 apresenta os valores dos efeitos obtidos para a análise estatística dos dados de variação do teor de dextranas em função dos parâmetros pressão e velocidade tangencial.

De acordo com a Tabela 9 podemos considerar que, para o intervalo estudado, nem a pressão transmembrana, nem velocidade tangencial ou sua interação apresentaram influência sobre a retenção de dextranas. Observando a Tabela 7, temos que para o ponto de maior pressão e menor velocidade tangencial (experimento 3), temos uma alta retenção de dextranas (cerca de 86,66 %) e elevada diminuição de cor (72,92 %), o que pode ser

De acordo com a Tabela 10 podemos considerar que, para o intervalo estudado, nem a pressão transmembrana, nem velocidade tangencial ou sua interação apresentaram influência sobre a diminuição de turbidez do caldo filtrado. Pela observação da Tabela 7, não encontramos variações significativas na variação da turbidez do permeado quando os fatores pressão transmembrana e velocidade tangencial têm os seus valores alterados entre os níveis -1 e +1, nos experimentos de 1 a 4. Supõe-se que este comportamento seja consequência do fato que o processo de retenção dos componentes responsáveis pela turbidez do caldo seja governado principalmente pelas características da membrana dinâmica formada sobre a membrana polimérica, que neste caso funciona apenas como um suporte (Decloux, 2000, Hervé, 1999).

TABELA 10 - Valor dos efeitos da velocidade tangencial, pressão transmembrana e da interação entre esses efeitos sobre a variação da turbidez do caldo filtrado.

	Efeito	Desvio padrão	t(2)	p	-95,% Cnf.Limt	+95,% Cnf.Limt
Mean/Interc.	86,84*	5,26	16,50	0,003	64,19	109,48
(1) Pressão	-9,96 ^{ns}	13,92	-0,71	0,548	-69,87	49,95
(2) Velocidade	-9,53 ^{ns}	13,92	-0,68	0,564	-69,44	50,38
P x v	-1,72 ^{ns}	13,92	-0,12	0,912	-61,63	58,19

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

Coeficiente de Correlação $R^2 = 0,29$

TABELA 12 – Valor dos efeitos da velocidade tangencial, pressão transmembrana e da interação entre esses efeitos sobre o fluxo global de permeado.

	Efeito	Desvio Padrão	t(2)	P	-95,% Cnf.Limt	+95,% Cnf.Limt
Média	12,30*	0,38	32,35	0,001	10,67	13,94
(1)Pressão	4,91*	1,01	4,87	0,040	0,57	9,24
(2)Velocidade	0,23 ^{ns}	1,01	0,22	0,844	-4,11	4,56
P x v	-0,07 ^{ns}	1,01	-0,08	0,947	-4,41	4,26

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

Coefficiente de Correlação $R^2 = 0,85$

Segundo a análise estatística realizada e levando em consideração as características do sistema estudado, como o tipo de membrana, a natureza química do material processado e os fenômenos de formação de membrana dinâmica e “fouling”, temos que sob as condições do experimento 3, ou seja à velocidade tangencial de 2,85 m/s e pressão transmembrana de $1,62 \times 10^5$ Pa propicia a obtenção de maiores índices de retenção de dextranas e diminuição mais intensa da cor do material tratado, além de apresentar fluxo global de permeado por volta de 15,15 kg/(h.m²).

dextranas, amido, polissacarídeos de parede celular (hemiceluloses solúveis), corantes de baixa e alta massa molecular e, possivelmente, complexos de polissacarídeos e corantes (Bento, 1996; Decloux, 2000).

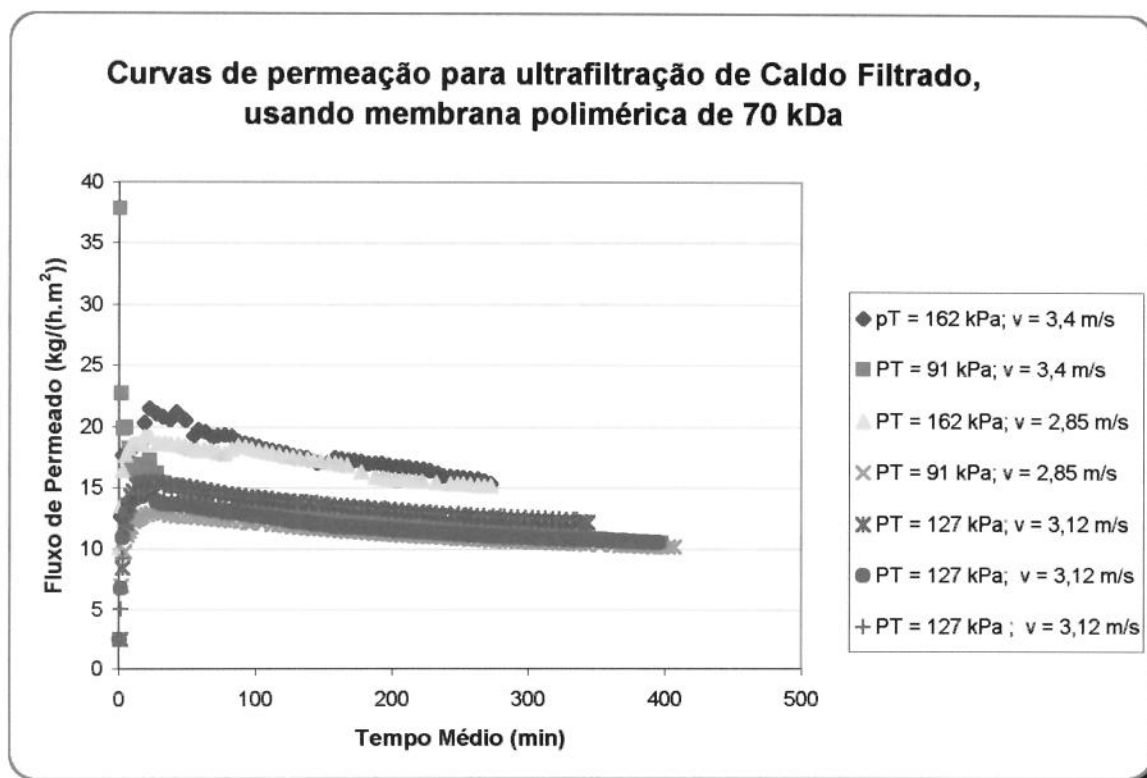


FIGURA 12. Curvas de permeação obtidas para os sete experimentos de ultrafiltração de caldo filtrado utilizando membrana polimérica em PVDF, com massa molecular de corte (MWCO) de 70 kDa a temperatura de 40°C.

Neste estudo foi obtido um fluxo global máximo de 17,33 kg/(h.m²) para o experimento 1, onde se trabalhou com pressão transmembrana de $1,62 \times 10^{-5}$ Pa e velocidade tangencial de 3,4 m/s. Fluxos desta ordem, de 14 a 21 l/(h.m²), foram obtidos por Saska (1995) usando membranas poliméricas espirais, com massa molecular de corte (MWCO) de

5. CONCLUSÕES

- O processo de ultrafiltração apresentou pouca influência sobre o teor de sólidos dissolvidos, que apresentou uma variação média de 3,73%, o que já era esperado em função da massa molecular de corte da membrana que é superior à massa molecular de parte dos componentes solúveis presentes no caldo. O teor de sólidos totais foi reduzido cerca de 4,04 %, o que pode ser entendido como resultado da retenção de flocos e compostos de alta massa molecular, que não foram retidos na filtração prévia, sendo que estes apresentam grande contribuição na formação da camada de polarização durante o processo de ultrafiltração;
- A retenção de dextranas neste sistema de ultrafiltração atingiu valor médio de 30,12%, com máximo de 86,66, confirmando a possibilidade do emprego deste tipo de processo para a retenção deste componente do caldo de cana. A retenção das dextranas neste caso, pode ser atribuída à ação da membrana dinâmica formada sobre a superfície da membrana polimérica pelos componentes adsorvidos e pelos sólidos retidos, haja visto que a massa molecular de corte da membrana é superior à massa molar das dextranas presentes no caldo, cujo valor varia de 40000 a 50000 u.m.a.;
- As percentagens de variação de cor e turbidez obtidas entre a alimentação e o permeado a FC2 foram de até 72,92% e 98,34%, respectivamente. Estes valores estão em concordância com trabalhos encontrados na literatura, apesar destes terem

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AOAC. **Methods of analysis**. 16ed. Washington: D.C. Association Official Analytical Chemists, 1995. v.1

ALLINGER, N. L., CAVA, M. L., JONGH, D. C. et al. **Química orgânica**. 2ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1978. 916 p. 1978

BAKER, R. W. CUSSLER, E. L.; EYKAMP, W. et al. **Membrane separations systems: recent development and future directions**. New Jersey: Noyes Data, 1991.

BARROS NETO, B. SACRMINO, . S., BRUNS, R. E. **Planejamento experimental e otimização de experimentos**. Campinas: Unicamp, 1995. 299p.

BARROS NETO, B. SACRMINO, . S., BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. Campinas: Unicamp, 2001. 401p.

BAYMA, C. **Tecnologia de açúcar: da matéria-prima à evaporação**. Rio de Janeiro: Instituto do Açúcar e do Alcool. 1974.

BRINKLEY, W. W. **Sugar Journal.**, 71. 195 (1969) 359.

BOBBIO F. & BOBBIO P. **Introdução à química de alimentos**. 2 ed. ver. Atual. São Paulo: Livraria Varela, 1995. 223 p.

CLARKE, M. A. Dextranas en los ingenios azucareros: presencia y control. **Sugar y Azucar**. 92. 11 (1997) 38-46.

COPERSUCAR. **Produção de açúcar cristal no Brasil**. Disponível em: <http://www.copersucar.com.br/producao/frame2.htm>. 2000. Acesso em agosto de 2000.

COPERSUCAR. **Produção de açúcar cristal no Brasil**. Disponível em: <http://www.copersucar.com.br/producao/frame2.htm>. 2002. Acesso em junho de 2002.

DECLoux, M., TATOUD, L. Importance of the control mode in ultrafiltration: case of raw cane sugar remelt. **Journal of Food Engineering**. 44 (2000) 119-126.

DELGADO, A. A. & CESAR, M. A. **Elementos de tecnologia do açúcar de cana**. Piracicaba, 1977.

EID, F. **Economie de rente et agro-industrie du sucre et de l' alcool au Brésil 1994**. Amiens, Université de Picardie Jules Verne, 1994, 380 p. Tese de Doutorado.

EDYE, L. A., CLARKE, M. A. Sucrose loss and color formation. **Sugar y azucar**. April, 91. 4 (1996) 27 – 37.

EL-SYIAD, S. I. Egyptian raw canesugar quality in relation to refining requirements. **Food Chemistry**. 58 (2000) 253 – 257.

HORWITZ, W. **Official Methods of Analysis of AOAC International**. 33 ed. Whashington: AOAC, 1980.

HUTSON, M., MCGINNIS, R. A. Sugar technology reviews. **Elsevier Scientific Publishing Company**. V 6., 1978/79.

JIRARATANANON, R., UTTAPAP, D., TANGAMORNSUKSUN, C. Self-forming dynamic membrane for ultrafiltration of pineapple juice. **Journal of Membrane Science**. 129 (1997) 135 – 143.

KAJIYAMA, T. **Ultrafiltração de suco de laranja: caracterização e modelagem**. Campinas (SP)- 1994. Dissertação (Mestrado em Engenharia de alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos.

KHAYAT, C., VATELOT, A., DECLOUX, M. et all. Evaluation of physico-chemical interactions in cross-flow filtration in the particular case of mineral membranes and sugar remelts. **Journal of Membrane Science**. 137 (1997) 219-230.

KOCH BRASIL MEMBRANE SYSTEMS. **Utilização de membranas de ultrafiltração na indústria açucareira: testes e análises**. Out-nov/2001.

KRAPF, D. Production of refined sugar at the cane factory. **Sugar Journal**. Nov (1996) 13–14.

MATSUURA T. **Synthetic membrane and membrane separation processes**. Florida: CRC Press, 1994. 467 p.

MONTGOMERY. D. C. **Design and analysis of experiments**. 2 ed. New York: John Wiley & Sons, 1983. 538p.

MOUBOIS J. L.. Ultrafiltration of whey. **Journal of the Society of Dairy Technology**. 33 (1980) 55 –58,.

NGUYEN, T. Q. NEEL, J. Characterization of ultrafiltration membranes. Part IV: influence of the deformation of macromolecular solutes on the transport through ultrafiltration membranes. **Journal of Membrane Science**. 14 (1983) 11- 128.

PAYNE, J. H. **Sugar cane factory analytical control**: the official methods of the hawaiian sugar technologists. New York: Elsevier, 1968.

PETRUS, J. C. C. & PASSOS, M. H. C. R. **Concentração do soro lácteo por ultrafiltração tangencial**. Campinas 58p. (Monografia apresentada em TP 160 – Faculdade de Engenharia de Alimentos – Universidade Estadual de Campinas), 1993

PLEWS, R. W. **Analytical methods used in sugar refining**. New York: Elsevier, 1970. 232 p.

RIFFER, R. The nature of colorants in sugarcane manufacture. In CLARKE, M. A. & GODSHALL, M. A. **Chemistry and Processing of Sugarbeet and Sugarcane**. Amsterdam: Elsevier, 1988.

RUDIE B.; CONDIFF, R.; KARINIEMI, P. **Influence of operation parameters on ultrafiltration membrane dextran rejection**. International Congress on Membrane and Membrane Process. Disponível em: www.osmonic.com. Consultado em junho 2002

SASKA^a, M. Direct production of white cane sugar with clarification and decolorization membranes: part I. **Sugar y Azucar**. 90 11(1995) 19-21.

SASKA^b, M. Direct production of white cane sugar with clarification and decolorization membranes: part II. **Sugar y Azucar**. 58 7 (1995) 29-31.

SASKA^c, M. Filtration of clarified canejuice using spiral polymeric membrane configuration. **International Society of Sugar Cane Technologists**. XXIII congress. New Delhi India. Fev. 1995.

SCHÄFER, A. I. SCHWICKER, U.; FISHER, M. M. et al. Microfiltration of colloids and natural organic matter. **Journal Membrane Science**. 171 (2000) 151 – 172.

SCOTT, K. **Handbook of industrial membranes**. 1ed. Lngford Lane: Elservier, 1995. 912p.

ANEXOS

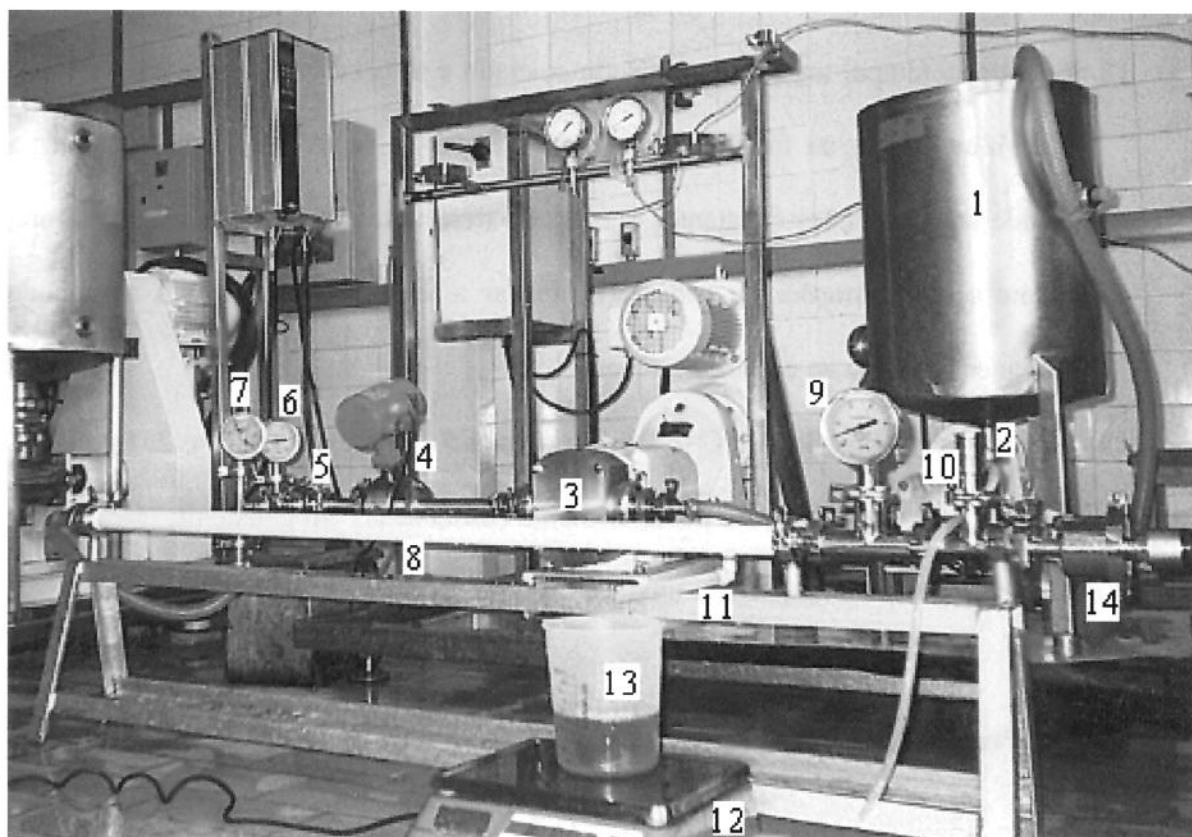


Figura A1. Planta piloto de ultrafiltração montada através do projeto Fapesp 99/0986-1 e com adaptações e membranas da reserva técnica da bolsa 00/09856-5 usada no processamento de caldo filtrado. 1 – Tanque alimentação, 2 – Válvula borboleta; 3 – Bomba de lóbulos; 4 – Medidor magnético de vazão; 5 – Válvula Micrométrica; 6 – Manômetro; 7 – Termômetro; 8 – Membrana; 9 – Manômetro; 10 – Válvula amostradora; 11 – Saída de permeado; 12 – Balança; 13 – Balde; 14 – Válvula micrométrica.

16. Ajustar rapidamente a válvula micrométrica (14) e a frequência da bomba a fim de se obter as condições operacionais desejadas de pressão transmembrana e velocidade tangencial e fechar a válvula amostradora (10) após a eliminação do ar do sistema;

ANEXO III – Caldo filtrado em diversas etapas do processamento

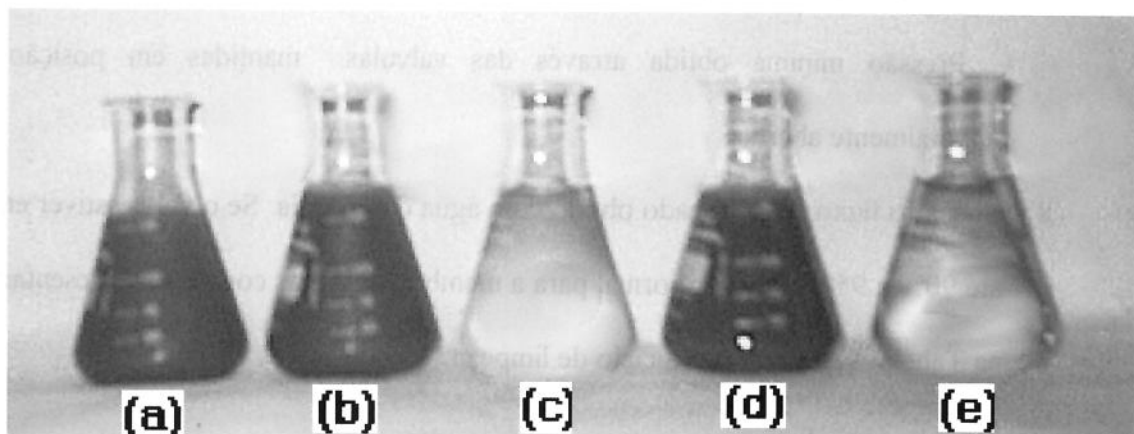


FIGURA A2. Alterações observadas no material de alimentação durante o processamento. (a) Caldo filtrado (alimentação); (b) Retentado FC 1,5, (c) permeado FC1,5, (d) Retentado FC 2, (e) Permeado FC 2.

ANEXO IV. Limpeza de membrana

Após a realização de cada experimento, o sistema foi submetido a um ciclo de limpeza, que foi conduzido da seguinte maneira:

1. Iniciar drenando todo o retentado da unidade;
2. Pesar o retentado recolhido;
3. Enxaguar tanque e bomba com água deionizada fria;
4. Lavar o tanque com água e sabão;
5. Drenar toda a água;
6. Enxaguar com água deionizada

ANEXO V. Resultados obtidos para experimentos de ultrafiltração de caldo filtrado utilizando membranas poliméricas construídas em difluoreto de polivinilideno (PVDF), com massa molecular de corte de 70 kDa.

Experimento no. 1									
Matéria-prima: 16,5 Kg de caldo filtrado					pH: 6,06				
Membrana: Ultraflow UFM1-SP70					A = 0,119 m ²				
v = 3,4 m/s					Q = 6,2 m ³ /h				
P _T = 1,62x10 ⁵ Pa					FC = 2				
Tempo (min)	Massa per (kg)	Δt _{med} (min)	M _{med} (kg)	Fluxo _{med} (kg/(h.m ²))	FC	T (°C)	P ₁ (kPa)	P ₂ (kPa)	Q (m ³ /h)
0	0	0	água	55,500	1,000	30	182,34	131,69	5,7
1	0,005	0,5	0,003	2,521	1,000	30	192,47	131,69	5,7
2	0,07	1,5	0,038	12,605	1,004	36	182,34	141,82	5,7
4	0,14	3	0,105	17,647	1,009	38	182,34	141,82	5,63
6	0,21	5	0,175	17,647	1,013	38	182,34	141,82	5,55
8	0,285	7	0,248	17,827	1,018	40	182,34	141,82	5,55
10	0,36	9	0,323	18,067	1,022	40	182,34	141,82	5,55
12	0,44	11	0,400	18,335	1,027	40	182,34	141,82	5,55
14	0,515	13	0,478	18,520	1,032	40	182,34	141,82	5,55
16	0,59	15	0,553	18,571	1,037	41	182,34	141,82	5,55
18	0,67	17	0,630	18,685	1,042	41	182,34	141,82	5,55
20	0,86	19	0,765	20,301	1,055	41	182,34	141,82	5,55
25	1,055	22,5	0,958	21,457	1,068	41	182,34	141,82	5,55
30	1,24	27,5	1,148	21,039	1,081	41	182,34	141,82	5,2
35	1,435	32,5	1,338	20,750	1,095	41	182,34	141,82	5,2
40	1,62	37,5	1,528	20,538	1,109	42	182,34	141,82	5,2
45	1,94	42,5	1,780	21,117	1,133	42	182,34	141,82	4,96
53	2,045	49	1,993	20,502	1,141	42	182,34	141,82	4,96
57	2,155	55	2,100	19,251	1,150	42	182,34	141,82	4,96
60	2,415	58,5	2,285	19,694	1,171	42	182,34	141,82	4,96
67	2,515	63,5	2,465	19,573	1,180	42	182,34	141,82	4,96
70	2,685	68,5	2,600	19,138	1,194	40	182,34	141,82	4,96
75	2,845	72,5	2,765	19,229	1,208	40	182,34	141,82	4,96
80	3,089	77,5	2,967	19,303	1,230	40	182,34	141,82	4,96
85	3,188	82,5	3,139	19,181	1,239	42	182,34	141,82	4,96
90	3,33	87,5	3,259	18,779	1,253	40	182,34	141,82	4,96
95	3,49	92,5	3,410	18,587	1,268	40	182,34	141,82	4,96
100	3,665	97,5	3,578	18,500	1,286	42	182,34	141,82	4,96

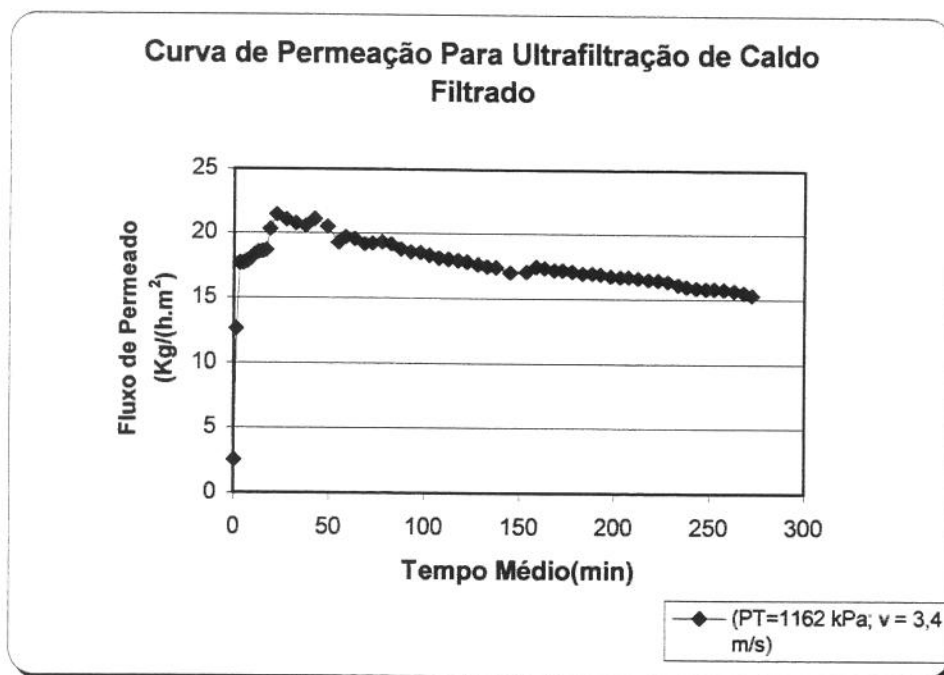


FIGURA A4. Curva de permeação para ultrafiltração de caldo filtrado utilizando membrana polimérica em PVDF, com massa molecular de corte (MWCO) de 70 kDa, pressão transmembrana $P_T=1,62 \times 10^5$ Pa, velocidade tangencial $v = 3,4$ m/s à temperatura de 40°C.

TABELA A3 - Resultado das análises para ultrafiltração de caldo filtrado utilizando membrana polimérica em PVDF, com massa molecular de corte (MWCO) de 70 kDa, pressão transmembrana $P_T=1,62 \times 10^5$ Pa, velocidade tangencial $v = 3,4$ m/s à temperatura de 40°C

ANÁLISE	AMOSTRA				
	ALIM	CFC-1,5	PFC-1,5	CFC-2	PCF-2
S.T. (%)	7,35± 0,03	7,27± 0,03	6,45± 0,01	7,70± 0,03	6,65± 0,01
BRIX (%)	6,78± 0,07	7,09± 0,01	6,03± 0,05	7,37± 0,10	6,52± 0,10
PH	5,01	5,01	5,01	5,03	5,03
Cinzas (%)	0,149	0,149	0,139	0,153	0,143
A. R. (%)	0,42± 0,00	0,49± 0,00	0,34± 0,00	0,49± 0,00	0,38± 0,00
A. T.(%)	3,62± 0,10	3,62± 0,11	3,21± 0,08	3,62± 0,11	3,34± 0,13
TURBIDEZ (ICUMSA)	5920	6119	277	8097	1252
COR (ICUMSA)	1365	5031	1235	2194	755
DEXTRANA (mg/L)	939	1209	789	1509	580

120	3,085	117,500	3,023	12,970	1,230	40	111,43	70,91	4,5
126	3,170	123,000	3,128	12,820	1,238	40	111,43	70,91	4,5
131	3,275	128,500	3,223	12,644	1,248	40	111,43	70,91	4,5
135	3,380	133,000	3,328	12,615	1,258	40	111,43	70,91	4,5
140	3,490	137,500	3,435	12,596	1,268	40	111,43	70,91	4,5
145	3,595	142,500	3,543	12,534	1,279	42	111,43	70,91	4,4
150	3,695	147,500	3,645	12,460	1,289	40	111,43	70,91	4,47
157	3,795	153,500	3,745	12,301	1,299	40	111,43	70,91	4,35
160	3,900	158,500	3,848	12,239	1,310	40	111,43	70,91	4,35
166	4,005	163,000	3,953	12,226	1,321	40	111,43	70,91	4,25
170	4,115	168,000	4,060	12,185	1,332	40	111,43	70,91	4,27
175	4,220	172,500	4,168	12,181	1,344	42	111,43	70,91	4,27
180	4,325	177,500	4,273	12,136	1,355	42	111,43	70,91	4,22
186	4,430	183,000	4,378	12,061	1,367	39	111,43	70,91	4,24
190	4,550	188,000	4,490	12,042	1,381	38	111,43	70,91	4,24
196	4,630	193,000	4,590	11,991	1,390	38	111,43	70,91	4,18
201	4,730	198,500	4,680	11,887	1,402	39	111,43	70,91	4,14
205	4,835	203,000	4,783	11,879	1,414	41	111,43	70,91	4,14
210	4,940	207,500	4,888	11,876	1,427	41	111,43	70,91	4,14
215	5,040	212,500	4,990	11,840	1,440	40	111,43	70,91	4,14
221	5,145	218,000	5,093	11,778	1,453	40	111,43	70,91	4,14
225	5,245	223,000	5,195	11,746	1,466	40	111,43	70,91	4,14
231	5,345	228,000	5,295	11,709	1,479	40	111,43	70,91	4,14
236	5,445	233,500	5,395	11,650	1,493	40	111,43	70,91	4,14
240	5,535	238,000	5,490	11,631	1,505	40	111,43	70,91	4,14
246	5,625	243,000	5,580	11,578	1,517	40	111,43	70,91	4,14
250	5,715	248,000	5,670	11,528	1,530	40	111,43	70,91	4,14
255	5,800	252,500	5,758	11,497	1,542	40	111,43	70,91	4,14
260	5,890	257,500	5,845	11,445	1,555	40	111,43	70,91	4,04
266	5,975	263,000	5,933	11,373	1,568	40	111,43	70,91	4,04
270	6,060	268,000	6,018	11,321	1,580	40	111,43	70,91	4,04
275	6,255	272,500	6,158	11,393	1,611	40	111,43	70,91	4,04
286	6,335	280,500	6,295	11,315	1,623	40	111,43	70,91	3,87
290	6,410	288,000	6,373	11,156	1,635	40	111,43	70,91	3,87
295	6,510	292,500	6,460	11,136	1,652	40	111,43	70,91	3,87
300	6,610	297,500	6,560	11,118	1,668	40	111,43	70,91	3,87
305	6,700	302,500	6,655	11,092	1,684	40	111,43	70,91	3,88
310	6,795	307,500	6,748	11,064	1,700	40	111,43	81,04	3,88
315	6,890	312,500	6,843	11,040	1,717	40	111,43	81,04	3,78
320	6,980	317,500	6,935	11,013	1,733	40	101,3	81,04	3,8
325	7,070	322,500	7,025	10,983	1,750	40	101,3	81,04	3,82
330	7,160	327,500	7,115	10,954	1,767	40	101,3	81,04	3,82
335	7,250	332,500	7,205	10,926	1,784	38	101,3	81,04	3,82
340	7,335	337,500	7,293	10,894	1,800	38	101,3	81,04	3,82
345	7,420	342,500	7,378	10,861	1,817	38	101,3	81,04	3,82
350	7,500	347,500	7,460	10,824	1,833	38	101,3	81,04	3,82
355	7,585	352,500	7,543	10,788	1,851	38	101,3	81,04	3,82

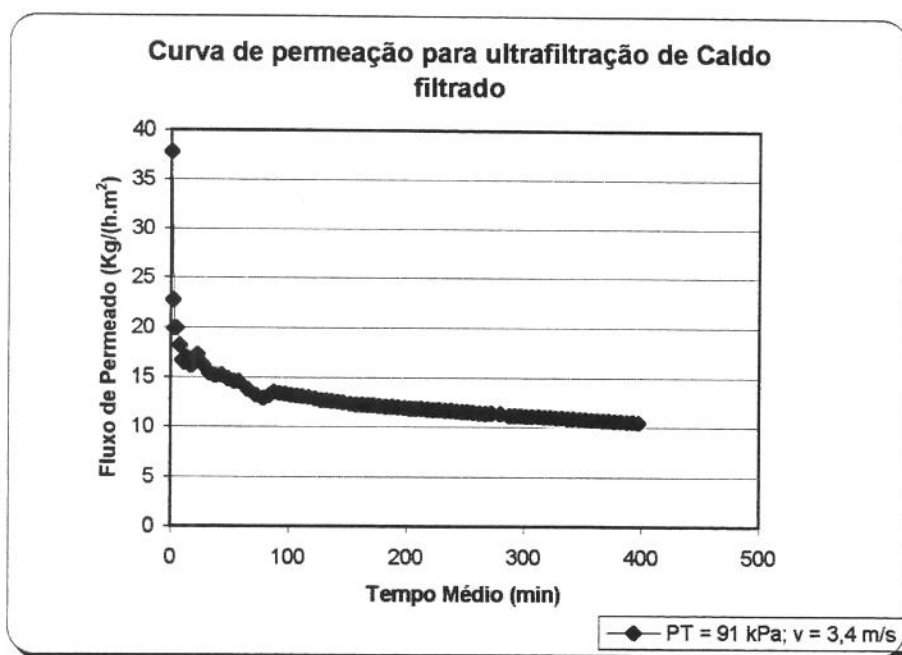


FIGURA A5. Curva de Permeação para Ultrafiltração de Caldo Filtrado utilizando Membrana Polimérica em PVDF, com Massa Molecular de Corte (MWCO) de 70 kDa, pressão transmembrana $P_T=0,91 \times 10^5$ Pa, velocidade tangencial $v = 3,4$ m/s à temperatura de 40°C .

TABELA A4 - Resultado das análises para Ultrafiltração de Caldo Filtrado utilizando Membrana Polimérica em PVDF, com Massa Molecular de Corte (MWCO) de 70 kDa, pressão transmembrana $P_T=0,91 \times 10^5$ Pa, velocidade tangencial $v = 3,4$ m/s à temperatura de 40°C .

ANÁLISE	AMOSTRA				
	ALIM	CFC-1,5	PFC-1,5	CFC-2	PCF-2
S.T.(%)	$5,82 \pm 0,08$	$5,97 \pm 0,04$	$5,76 \pm 0,01$	$6,48 \pm 0,04$	$5,74 \pm 0,04$
BRIX (%)	$5,75 \pm 0,02$	$5,76 \pm 0,02$	$5,08 \pm 0,02$	$6,10 \pm 0,02$	$5,20 \pm 0,03$
PH	5,02	5,04	5,05	5,04	5,05
Cinzas(%)	0,130	0,136	0,127	0,157	0,131
A. R. (%)	$0,40 \pm 0,01$	$0,43 \pm 0,01$	$0,39 \pm 0,01$	$0,43 \pm 0,01$	$0,38 \pm 0,01$
A. T. (%)	$3,16 \pm 0,12$	$3,27 \pm 0,08$	$2,93 \pm 0,18$	$3,47 \pm 0,09$	$2,93 \pm 0,06$
TURBIDEZ (ICUMSA)	6321	6574	622	8923	598
COR (ICUMSA)	1913	4108	1889	5699	994
DEXTRANA (mg/L)	894	1479	774	1884	759

141	0,18	138	4,735	17,300	1,413	40	182,34	141,82	5,14
145	0,12	143	4,885	17,224	1,428	40	182,34	141,82	5,14
150	0,145	147,5	5,018	17,151	1,446	40	182,34	141,82	5,14
157	0,21	153,5	5,195	17,064	1,473	41	182,34	141,82	5,14
160	0,08	158,5	5,340	16,987	1,484	40	182,34	141,82	5,14
165	0,14	162,5	5,450	16,910	1,503	40	182,34	141,82	5,14
170	0,15	167,5	5,595	16,842	1,524	40	182,34	141,82	5,14
185	0,13	177,5	5,735	16,291	1,542	40	182,34	141,82	5,13
191	0,195	188	5,898	15,817	1,571	40	182,34	141,82	5,13
195	0,09	193	6,040	15,779	1,584	40	182,34	141,82	5,13
200	0,17	197,5	6,170	15,752	1,611	40	182,34	141,82	5,13
205	0,105	202,5	6,308	15,705	1,627	41	182,34	141,82	5,13
210	0,135	207,5	6,428	15,618	1,649	40	182,34	141,82	5,09
215	0,14	212,5	6,565	15,577	1,673	40	182,34	141,82	5,1
220	0,14	217,5	6,705	15,543	1,697	40	182,34	141,82	5,11
225	0,14	222,5	6,845	15,511	1,721	40	182,34	141,82	5,07
240	0,395	232,5	7,113	15,424	1,795	41	182,34	141,82	5,1
246	0,16	243	7,390	15,334	1,827	40	182,34	141,82	5,09
250	0,115	248	7,528	15,304	1,851	40	182,34	141,82	5,11
255	0,17	252,5	7,670	15,316	1,887	40	182,34	141,82	5,11
260	0,1	257,5	7,805	15,283	1,909	41	182,34	141,82	5,02
266	0,13	263	7,920	15,184	1,938	40	182,34	141,82	4,98
270	0,135	268	8,053	15,150	1,969	41	182,34	141,82	4,88
275	0,135	272,5	8,188	15,149	2,001	40	182,34	141,82	4,9

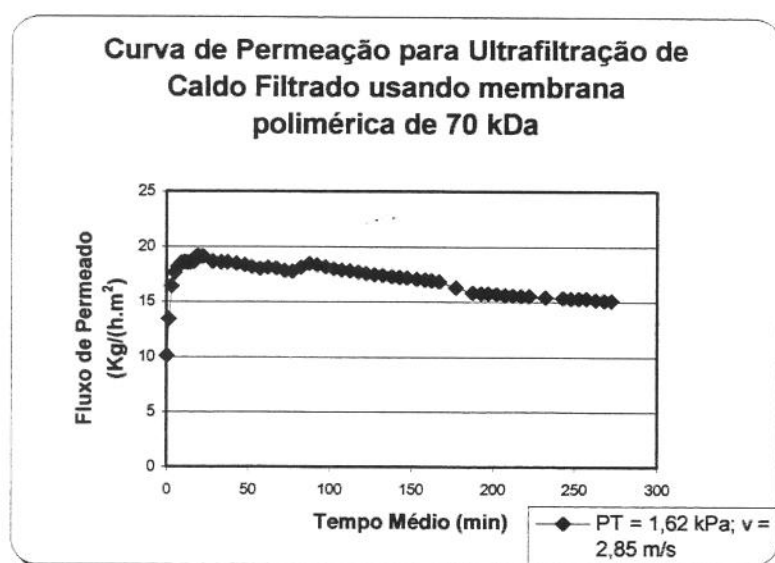


FIGURA A6. Curva de Permeação para Ultrafiltração de Caldo Filtrado utilizando Membrana Polimérica em PVDF, com Massa Molecular de Corte (MWCO) de 70 kDa, pressão transmembrana $P_T = 1,62 \times 10^5$ Pa, velocidade tangencial $v = 2,85$ m/s à temperatura de 40°C.

31	0,795	28	0,718	12,920	1,051	40	121,56	60,78	5,2
35	0,89	33	0,843	12,872	1,057	39	121,56	60,78	5,2
40	1,005	37,5	0,948	12,739	1,065	40	121,56	60,78	5,2
45	1,13	42,5	1,068	12,664	1,074	40	121,56	60,78	5,2
51	1,275	48	1,203	12,631	1,084	40	121,56	60,78	5,2
55	1,375	53	1,325	12,605	1,091	40	121,56	60,78	5,2
60	1,49	57,5	1,433	12,561	1,099	40	121,56	60,78	5,2
65	1,605	62,5	1,548	12,484	1,108	40	121,56	60,78	5,2
70	1,725	67,5	1,665	12,437	1,117	40	121,56	60,78	5,2
75	1,84	72,5	1,783	12,396	1,126	40	121,56	60,78	5,2
80	1,955	77,5	1,898	12,345	1,134	41	121,56	60,78	5,2
85	2,075	82,5	2,015	12,315	1,144	40	121,56	60,78	5,2
94	2,265	89,5	2,170	12,225	1,159	40	121,56	60,78	5,2
95	2,29	94,5	2,278	12,152	1,161	41	121,56	60,78	5,2
100	2,4	97,5	2,345	12,127	1,170	41	121,56	60,78	5,2
110	2,625	105	2,513	12,065	1,189	40	121,56	60,78	1,8
115	2,73	112,5	2,678	12,000	1,198	40	121,56	60,78	5,16
120	2,84	117,5	2,785	11,951	1,208	40	121,56	60,78	5,16
125	2,94	122,5	2,890	11,895	1,217	40	121,56	60,78	5,16
130	3,04	127,5	2,990	11,824	1,226	40	121,56	60,78	5,16
135	3,145	132,5	3,093	11,768	1,235	40	121,56	60,78	5,17
141	3,27	138	3,208	11,719	1,247	40	121,56	60,78	5,17
145	3,35	143	3,310	11,671	1,255	40	121,56	60,78	5,17
150	3,455	147,5	3,403	11,631	1,265	40	121,56	60,78	5,17
155	3,56	152,5	3,508	11,597	1,275	40	121,56	60,78	5,17
160	3,665	157,5	3,613	11,565	1,286	39	121,56	60,78	5,17
165	3,76	162,5	3,713	11,519	1,295	40	121,56	60,78	5,17
170	3,86	167,5	3,810	11,469	1,305	40	111,43	70,91	5,17
175	3,955	172,5	3,908	11,421	1,315	40	111,43	70,91	5,17
180	4,05	177,5	4,003	11,369	1,325	40	111,43	70,91	5,17
185	4,145	182,5	4,098	11,320	1,335	40	111,43	70,91	5,17
190	4,245	187,5	4,195	11,281	1,346	40	111,43	70,91	5,17
195	4,345	192,5	4,295	11,250	1,357	39	111,43	70,91	5,17
201	4,46	198	4,403	11,211	1,370	40	111,43	70,91	5,17
205	4,535	203	4,498	11,171	1,379	40	111,43	70,91	5,17
210	4,635	207,5	4,585	11,141	1,391	40	111,43	70,91	5,17
215	4,73	212,5	4,683	11,110	1,402	39	111,43	70,91	5,17
220	4,82	217,5	4,775	11,069	1,413	40	111,43	70,91	5,17
225	4,92	222,5	4,870	11,036	1,425	40	111,43	70,91	5,17
230	5,02	227,5	4,970	11,015	1,437	40	111,43	70,91	5,17
235	5,125	232,5	5,073	11,000	1,451	40	111,43	70,91	5,17
240	5,23	237,5	5,178	10,992	1,464	39	111,43	70,91	5,17
246	5,315	243	5,273	10,940	1,475	40	111,43	70,91	5,17
250	5,39	248	5,353	10,882	1,485	40	111,43	70,91	5,15
255	5,475	252,5	5,433	10,848	1,497	40	111,43	70,91	5,15
261	5,585	258	5,530	10,807	1,512	40	111,43	70,91	5,15
266	5,695	263,5	5,640	10,792	1,527	40	111,43	70,91	5,15

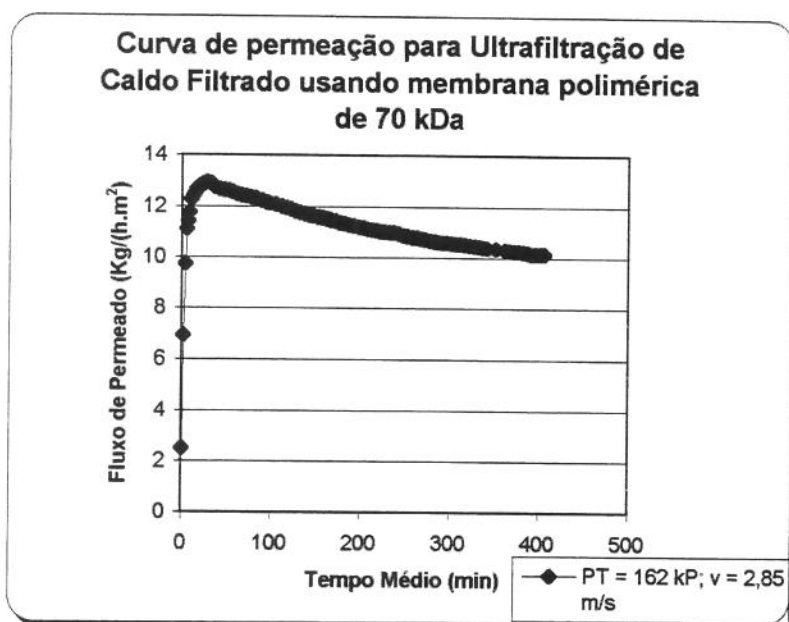


FIGURA A7. Curva de Permeação para Ultrafiltração de Caldo Filtrado utilizando Membrana Polimérica em PVDF, com Massa Molecular de Corte (MWCO) de 70 kDa, pressão transmembrana $P_T = 0,91 \times 10^5$ Pa, velocidade tangencial $v = 2,85$ m/s à temperatura de 40°C.

TABELA A6 - Resultados das análises para Ultrafiltração de Caldo Filtrado utilizando Membrana Polimérica em PVDF, com Massa Molecular de Corte (MWCO) de 70 kDa, pressão transmembrana $P_T = 0,91 \times 10^5$ Pa, velocidade tangencial $v = 2,85$ m/s à temperatura de 40°C

ANÁLISE	AMOSTRA				
	ALIM	CFC-1,5	PFC-1,5	CFC-2	PCF-2
S.T. (%)	6,65 ± 0,04	6,84 ± 0,02	6,03 ± 0,01	6,91 ± 0,01	6,29 ± 0,02
BRIX(%)	6,44 ± 0,011	6,78 ± 0,01	6,01 ± 0,01	6,82 ± 0,01	6,29 ± 0,01
pH	4,99	4,98	5,00	5,11	5,13
Cinzas (%)	0,148	0,148	0,144	0,154	0,143
A. R. (%)	0,39 ± 0,01	0,39 ± 0,01	0,35 ± 0,03	0,42 ± 0,00	0,40 ± 0,01
A. T.(%)	3,04 ± 0,07	3,15 ± 0,07	2,74 ± 0,06	3,34 ± 0,13	2,84 ± 0,10
TURBIDEZ (ICUMSA)	3194	3324	254	3956	53
COR (ICUMSA)	1966	2729	561	3639	778
DEXTRANA (mg/L)	1056	1057	509	1290	602

105	2,94	102,5	2,875	14,142	1,217	40	151,95	101,3	5,6
110	3,06	107,5	3,000	14,071	1,228	40	151,95	101,3	5,6
115	3,19	112,5	3,125	14,006	1,240	40	151,95	101,3	5,65
120	3,31	117,5	3,250	13,946	1,251	40	151,95	101,3	5,59
127	3,48	123,5	3,395	13,860	1,267	40	151,95	101,3	5,58
131	3,585	129	3,533	13,807	1,278	40	151,95	101,3	5,59
135	3,715	133	3,650	13,837	1,291	40	151,95	101,3	5,57
146	3,96	140,5	3,838	13,771	1,316	40	151,95	101,3	5,55
150	4,05	148	4,005	13,644	1,325	40	151,95	101,3	5,54
157	4,21	153,5	4,130	13,566	1,343	40	151,95	101,3	5,55
160	4,28	158,5	4,245	13,504	1,350	39	151,95	101,3	5,49
165	4,395	162,5	4,338	13,458	1,363	40	151,95	101,3	5,45
170	4,515	167,5	4,455	13,410	1,377	40	151,95	101,3	5,5
175	4,635	172,5	4,575	13,372	1,391	40	151,95	101,3	5,51
180	4,75	177,5	4,693	13,329	1,404	40	151,95	101,3	5,51
186	4,89	183	4,820	13,280	1,421	40	151,95	101,3	5,51
190	4,98	188	4,935	13,235	1,432	40	151,95	101,3	5,51
195	5,095	192,5	5,038	13,194	1,447	39	151,95	101,3	5,45
200	5,205	197,5	5,150	13,148	1,461	40	141,82	111,43	5,49
205	5,31	202,5	5,258	13,091	1,475	40	141,82	111,43	5,49
210	5,425	207,5	5,368	13,042	1,490	40	141,82	111,43	5,49
216	5,555	213	5,490	12,996	1,508	39	141,82	111,43	5,49
220	5,665	218	5,610	12,975	1,523	40	141,82	111,43	5,49
225	5,75	222,5	5,708	12,934	1,535	40	141,82	111,43	5,49
230	5,86	227,5	5,805	12,865	1,551	40	141,82	111,43	5,45
235	5,965	232,5	5,913	12,822	1,566	40	141,82	111,43	5,45
241	6,095	238	6,030	12,775	1,586	39	141,82	111,43	5,45
247	6,23	244	6,163	12,734	1,607	40	141,82	111,43	5,45
250	6,29	248,5	6,260	12,701	1,616	40	141,82	111,43	5,45
255	6,4	252,5	6,345	12,670	1,634	40	141,82	111,43	5,48
260	6,5	257,5	6,450	12,630	1,650	40	141,82	111,43	5,48
265	6,605	262,5	6,553	12,586	1,668	40	141,82	111,43	5,48
270	6,705	267,5	6,655	12,544	1,685	40	141,82	111,43	5,48
275	6,805	272,5	6,755	12,499	1,702	40	141,82	111,43	5,48
280	6,915	277,5	6,860	12,464	1,721	40	141,82	111,43	5,48
285	7,025	282,5	6,970	12,440	1,741	40	141,82	111,43	5,48
290	7,13	287,5	7,078	12,412	1,761	40	141,82	111,43	5,48
295	7,24	292,5	7,185	12,385	1,782	40	141,82	111,43	5,45
300	7,355	297,5	7,298	12,368	1,804	39	141,82	111,43	5,42
305	7,45	302,5	7,403	12,338	1,823	40	141,82	111,43	5,44
310	7,555	307,5	7,503	12,302	1,845	40	141,82	111,43	5,44
315	7,675	312,5	7,615	12,286	1,870	40	141,82	111,43	5,44
320	7,77	317,5	7,723	12,264	1,890	40	141,82	111,43	5,4
325	7,865	322,5	7,818	12,222	1,911	40	141,82	111,43	5,46
330	7,965	327,5	7,915	12,186	1,933	40	141,82	111,43	5,46
336	8,13	333	8,048	12,185	1,971	40	141,82	111,43	5,46
340	8,195	338	8,163	12,176	1,987	40	141,82	111,43	5,46

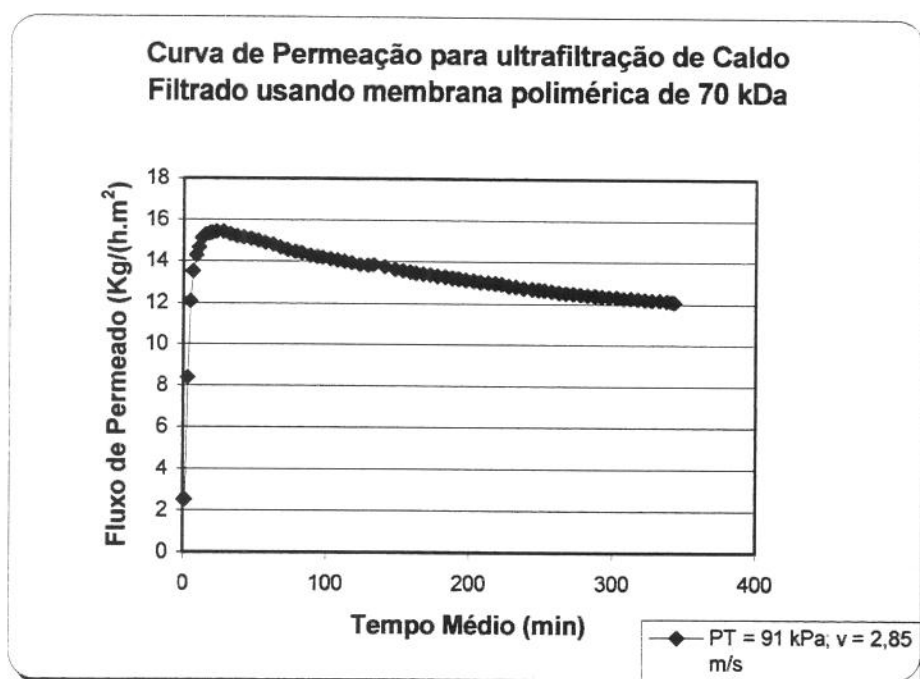


FIGURA A8. Curva de Permeação para Ultrafiltração de Caldo Filtrado utilizando Membrana Polimérica em PVDF, com Massa Molecular de Corte (MWCO) de 70 kDa, pressão transmembrana $P_T = 1,27 \times 10^5$ Pa, vazão de alimentação $v = 3,12$ m/s à temperatura de 40°C.

TABELA A7 - Resultado das análises para Ultrafiltração de Caldo Filtrado utilizando Membrana Polimérica em PVDF, com Massa Molecular de Corte (MWCO) de 70 kDa, pressão transmembrana $P_T = 1,27 \times 10^5$ Pa, velocidade tangencial $v = 3,12$ m/s à temperatura de 40°C.

ANÁLISE	AMOSTRA				
	ALIM	CFC-1,5	PFC-1,5	CFC-2	PCF-2
S.T.(%)	5,87 ± 0,01	6,48 ± 0,05	5,65 ± 0,01	6,59 ± 0,12	5,73 ± 0,07
BRIX (%)	5,79 ± 0,01	6,31 ± 0,03	5,63 ± 0,02	6,51 ± 0,11	5,72 ± 0,04
PH	5,15	5,18	5,08	5,21	5,17
Cinzas (%)	0,127	0,141	0,125	0,150	0,133
A. R. (%)	0,33 ± 0,01	0,35 ± 0,01	0,29 ± 0,00	0,34 ± 0,01	0,32 ± 0,01
A. T. (%)	3,04 ± 0,07	3,27 ± 0,08	2,88 ± 0,06	3,47 ± 0,09	2,88 ± 0,06
TURBIDEZ (ICUMSA)	1996	3162	143	5075	254
COR (ICUMSA)	1647	3679	694	5186	750
DEXTRANA (mg/L)	918	1046	849	1869	909

125	3,05	122,5	3,000	12,348	1,227	40	151,95	101,3	5,65
130	3,15	127,5	3,100	12,259	1,236	40	151,95	101,3	5,65
135	3,25	132,5	3,200	12,177	1,245	40	151,95	101,3	5,62
141	3,38	138	3,315	12,112	1,258	40	151,95	101,3	5,62
145	3,455	143	3,418	12,050	1,265	40	151,95	101,3	5,62
150	3,55	147,5	3,503	11,973	1,274	40	151,95	101,3	5,61
156	3,67	153	3,610	11,897	1,286	40	151,95	101,3	5,61
160	3,745	158	3,708	11,831	1,294	39	151,95	101,3	5,61
165	3,855	162,5	3,800	11,791	1,305	40	151,95	101,3	5,61
170	3,97	167,5	3,913	11,777	1,317	40	151,95	101,3	5,61
175	4,08	172,5	4,025	11,765	1,329	40	151,95	101,3	5,63
183	4,235	179	4,158	11,711	1,345	40	151,95	101,3	5,63
185	4,275	184	4,255	11,660	1,350	40	151,95	101,3	5,63
190	4,375	187,5	4,325	11,630	1,361	40	151,95	101,3	5,63
195	4,475	192,5	4,425	11,590	1,372	39	151,95	101,3	5,63
200	4,575	197,5	4,525	11,552	1,384	40	151,95	101,3	5,6
205	4,675	202,5	4,625	11,516	1,395	40	151,95	101,3	5,6
210	4,775	207,5	4,725	11,481	1,407	40	151,95	101,3	5,6
215	4,875	212,5	4,825	11,448	1,419	39	151,95	101,3	5,6
221	4,99	218	4,933	11,408	1,434	40	151,95	101,3	5,6
225	5,065	223	5,028	11,367	1,443	40	151,95	101,3	5,6
231	5,18	228	5,123	11,328	1,458	40	151,95	101,3	5,59
235	5,26	233	5,220	11,296	1,468	40	151,95	101,3	5,62
240	5,36	237,5	5,310	11,273	1,481	39	151,95	101,3	5,62
245	5,46	242,5	5,410	11,248	1,495	40	151,95	101,3	5,62
250	5,555	247,5	5,508	11,220	1,508	40	151,95	101,3	5,62
257	5,69	253,5	5,623	11,183	1,526	40	151,95	101,3	5,62
260	5,745	258,5	5,718	11,152	1,534	40	151,95	101,3	5,58
265	5,83	262,5	5,788	11,116	1,546	40	151,95	101,3	5,6
272	5,955	268,5	5,893	11,065	1,565	40	151,95	101,3	5,61
275	6,015	273,5	5,985	11,033	1,574	40	151,95	101,3	5,61
280	6,11	277,5	6,063	11,015	1,588	40	151,95	101,3	5,61
286	6,225	283	6,168	10,988	1,606	40	151,95	101,3	5,61
290	6,3	288	6,263	10,964	1,618	40	151,95	101,3	5,61
295	6,395	292,5	6,348	10,942	1,633	40	151,95	101,3	5,61
300	6,49	297,5	6,443	10,919	1,648	39	151,95	101,3	5,58
305	6,585	302,5	6,538	10,897	1,664	40	151,95	101,3	5,58
310	6,675	307,5	6,630	10,871	1,679	40	151,95	101,3	5,58
320	6,86	315	6,768	10,832	1,712	40	151,95	101,3	5,58
325	6,95	322,5	6,905	10,795	1,728	40	151,95	101,3	5,58
330	7,05	327,5	7,000	10,777	1,746	40	151,95	101,3	5,59
335	7,15	332,5	7,100	10,766	1,765	40	151,95	101,3	5,59
340	7,245	337,5	7,198	10,753	1,783	40	151,95	101,3	5,59
346	7,365	343	7,305	10,738	1,806	40	151,95	101,3	5,59
350	7,46	348	7,413	10,740	1,825	40	151,95	101,3	5,59
356	7,555	353	7,508	10,723	1,845	40	151,95	101,3	5,59
360	7,625	358	7,590	10,690	1,859	40	151,95	101,3	5,59

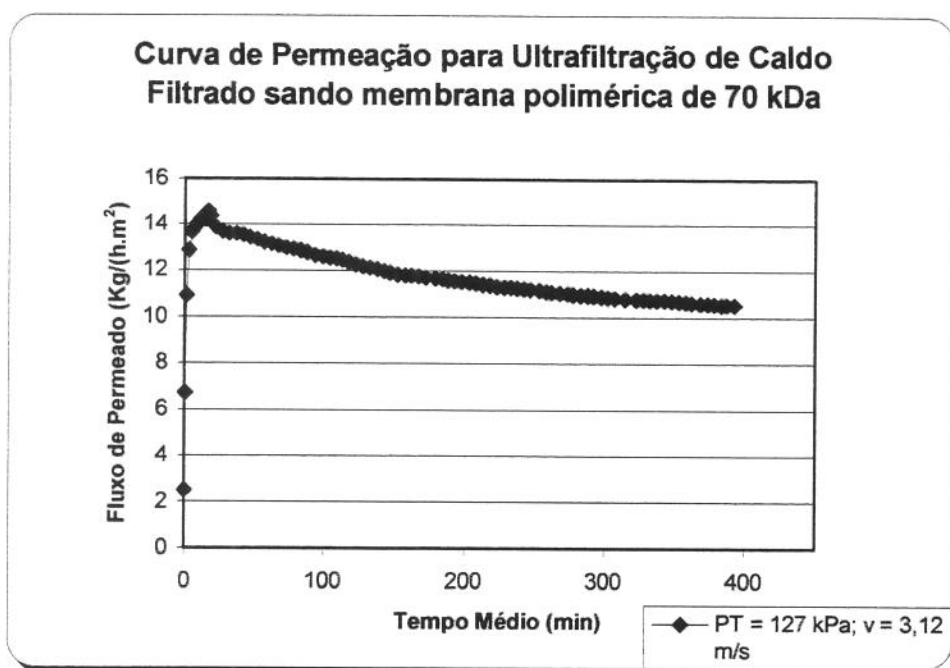


FIGURA A8. Curva de Permeação para Ultrafiltração de Caldo Filtrado utilizando Membrana Polimérica em PVDF, com Massa Molecular de Corte (MWCO) de 70 kDa, pressão transmembrana $P_T = 1,27 \times 10^5$ Pa, velocidade tangencial $v = 3,12$ m/s à temperatura de 40°C.

TABELA A7 - Resultado das análises para Ultrafiltração de Caldo Filtrado utilizando Membrana Polimérica em PVDF, com Massa Molecular de Corte (MWCO) de 70 kDa, pressão transmembrana $P_T = 1,27 \times 10^5$ Pa, velocidade tangencial $v = 3,12$ m/s à temperatura de 40°C.

ANÁLISE	AMOSTRA				
	ALIM	CFC-1,5	PFC-1,5	CFC-2	PCF-2
S.T. (%)	5,42 ± 0,05	5,65 ± 0,055	5,35 ± 0,02	5,95 ± 0,01	5,28 ± 0,02
BRIX (%)	5,35 ± 0,02	5,41 ± 0,025	5,26 ± 0,02	5,67 ± 0,02	5,21 ± 0,04
PH	5,14	5,22	5,03	5,21	5,18
Cinzas (%)	0,1371	0,141	0,120	0,151	0,134
A. R. (%)	0,32 ± 0,01	0,36 ± 0,01	0,28 ± 0,00	0,44 ± 0,00	0,31 ± 0,00
A. T. (%)	3,04 ± 0,07	3,09 ± 0,22	2,80 ± 0,13	3,2 ± 0,08	2,93 ± 0,07
TURBIDEZ (ICUMSA)	2842,68	3331,14	191,61	5713,12	143,68
COR (ICUMSA)	1503,67	4961,32	853,06	4990,15	523,85
DEXTRANA (mg/L)	1065,75	1127,21	977,32	1411,99	978,81

63	1,82	59	1,713	14,635	1,124	40	151,95	573,358	5,66
65	1,875	64	1,848	14,555	1,128	40	151,95	569,306	5,62
71	2,035	68	1,955	14,496	1,141	40	151,95	574,371	5,67
75	2,145	73	2,090	14,435	1,149	40	151,95	573,358	5,66
80	2,275	77,5	2,210	14,378	1,160	41	151,95	573,358	5,66
85	2,4	82,5	2,338	14,286	1,170	40	151,95	573,358	5,66
90	2,535	87,5	2,468	14,218	1,182	40	151,95	570,319	5,63
95	2,66	92,5	2,598	14,159	1,192	41	151,95	570,319	5,63
100	2,79	97,5	2,725	14,092	1,204	41	151,95	570,319	5,63
106	2,94	103	2,865	14,025	1,217	40	151,95	566,267	5,59
110	3,05	108	2,995	13,982	1,227	40	151,95	572,345	5,65
115	3,18	112,5	3,115	13,961	1,239	40	151,95	570,319	5,63
120	3,305	117,5	3,243	13,914	1,250	40	151,95	572,345	5,65
125	3,42	122,5	3,363	13,840	1,261	40	151,95	570,319	5,63
133	3,625	129	3,523	13,768	1,282	40	151,95	572,345	5,65
135	3,68	134	3,653	13,743	1,287	40	151,95	569,306	5,62
140	3,815	137,5	3,748	13,742	1,301	40	151,95	569,306	5,62
145	3,93	142,5	3,873	13,702	1,313	40	151,95	569,306	5,62
153	4,125	149	4,028	13,629	1,333	40	151,95	570,319	5,63
156	4,195	154,5	4,160	13,576	1,341	40	151,95	568,293	5,61
160	4,295	158	4,245	13,546	1,352	39	151,95	567,28	5,6
165	4,42	162,5	4,358	13,520	1,366	40	151,95	568,293	5,61
170	4,545	167,5	4,483	13,493	1,380	40	151,95	568,293	5,61
175	4,67	172,5	4,608	13,467	1,395	40	151,95	570,319	5,63
190	5,015	182,5	4,843	13,379	1,437	40	151,95	570,319	5,63
200	5,255	195	5,135	13,277	1,467	40	151,95	566,267	5,59
205	5,36	202,5	5,308	13,215	1,481	40	151,95	566,267	5,59
210	5,47	207,5	5,415	13,158	1,496	40	151,95	566,267	5,59
215	5,575	212,5	5,523	13,103	1,510	39	151,95	566,267	5,59
220	5,69	217,5	5,633	13,057	1,526	40	151,95	567,28	5,6
227	5,84	223,5	5,765	13,005	1,548	40	151,95	567,28	5,6

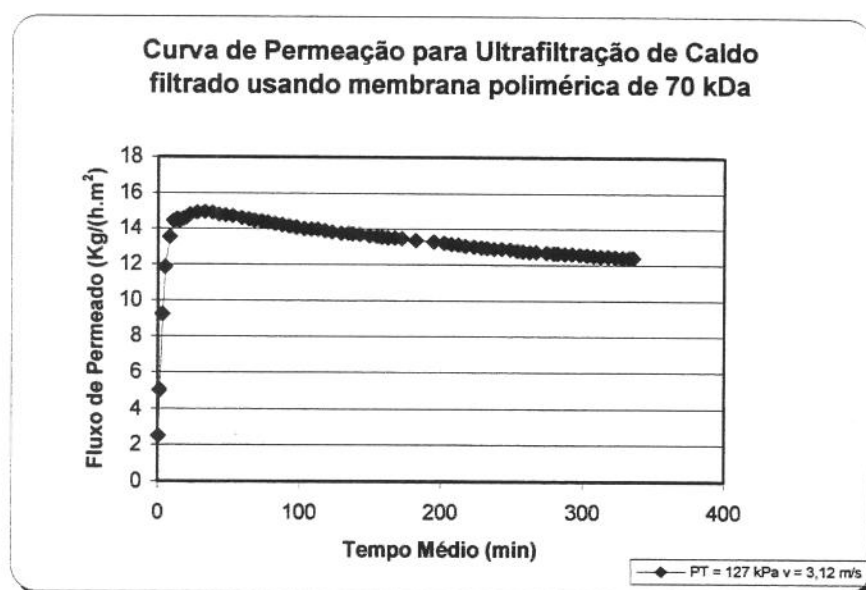


FIGURA A9. Curva de Permeação para Ultrafiltração de Caldo Filtrado utilizando Membrana Polimérica em PVDF, com Massa Molecular de Corte (MWCO) de 70 kDa, pressão transmembrana $P_T = 1,27 \times 10^5$ Pa, velocidade tangencial $v = 3,12$ m/s à temperatura de 40°C .

TABELA A8 - Resultado das análises para Ultrafiltração de Caldo Filtrado utilizando Membrana Polimérica em PVDF, com Massa Molecular de Corte (MWCO) de 70 kDa, pressão transmembrana $P_T = 1,27 \times 10^5$ Pa, velocidade tangencial $v = 3,12$ m/s à temperatura de 40°C .

ANÁLISE	AMOSTRA				
	ALIM	CFC-1,5	PFC-1,5	CFC-2	PCF-2
S.T.(%)	$5,87 \pm 0,22$	$6,19 \pm 0,12$	$5,52 \pm 0,10$	$6,87 \pm 0,03$	$5,69 \pm 0,07$
BRIX (%)	$5,81 \pm 0,01$	$5,92 \pm 0,05$	$5,43 \pm 0,03$	$6,76 \pm 0,01$	$5,60 \pm 0,01$
PH	4,90	4,90	5,07	4,95	5,04
Cinzas (%)	0,141	0,141	0,130	0,153	0,135
A. R.	$0,32 \pm 0,00$	$0,35 \pm 0,00$	$0,28 \pm 0,00$	$0,35 \pm 0,00$	$0,32 \pm 0,00$
A. T.	$3,09 \pm 0,07$	$3,16 \pm 0,12$	$2,93 \pm 0,06$	$3,21 \pm 0,08$	$2,79 \pm 0,06$
TURBIDEZ (ICUMSA)	1811,71	2363,32	106,38	5485,55	127,94
COR (ICUMSA)	1290,27	5351,62	497,61	5379,36	581,38
DEXTRANAS (mg/L)	1068,75	1693,79	767,47	2123,97	919,91

