



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



**MICRO E ULTRAFILTRAÇÃO DE SUCO DE PITANGA: ESTUDO DOS
PARÂMETROS DE OPERAÇÃO E DO MECANISMO DE INCRUSTAÇÃO**

Ricardo Schmitz Ongaratto

Engenheiro de Alimentos, 2006 (UFRGS)

Prof. Dr. Luiz Antonio Viotto

Orientador

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

Campinas - SP

FEVEREIRO, 2009

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FEA – UNICAMP

On3m Ongaratto, Ricardo Schmitz
Micro e ultrafiltração de suco de pitanga: estudo dos
parâmetros de operação e do mecanismo de incrustação /
Ricardo Schmitz Ongaratto. – Campinas, SP: [s.n.], 2009.

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

1. Microfiltração. 2. Ultrafiltração. 3. Pitanga. 4.
Clarificação. 5. Carotenóides. I. Viotto, Luiz Antônio. II.
Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia
de Alimentos. IV. Título.

(mrs/fea)

Titulo em inglês: Micro and ultrafiltration of pitanga juice: study of operation parameters
and fouling mechanism

Palavras-chave em inglês (Keywords): Microfiltration, Ultrafiltration, Pitanga, Clarification,
Carotenoids

Titulação: Mestre em Engenharia de Alimentos

Banca examinadora: Luiz Antonio Viotto

Celso Costa Lopes

Sérgio Pérsio Ravagnani

Programa de Pós-Graduação: Programa em Engenharia de Alimentos

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Luiz Antonio Viotto

DEA – FEA – UNICAMP (Orientador)

Prof. Dr. Celso Costa Lopes

DEA – FEA – UNICAMP (Membro)

Prof. Dr. Sérgio Pérsio Ravagnani

DTP – FEQ – UNICAMP (Membro)

Prof^a. Dr^a. Leila Peres

DTP – FEQ – UNICAMP (Suplente)

Prof^a. Dr^a. Rosiane Lopes da Cunha

DEA – FEA – UNICAMP (Suplente)

"Muitos dos fracassos da vida ocorrem com as pessoas que não reconheceram o quão próximo elas estavam do sucesso quando desistiram."

[Thomas A. Edison]

*Dedico aos meus pais, Maria Inês e Francisco,
por todo apoio, dedicação e amor incondicional.*

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela força que não se mede.

Aos familiares, pelo apoio e por entenderem porque não pude estar presente em todos os momentos.

À Faculdade de Engenharia de Alimentos (FEA-UNICAMP), por tornar possível a realização desse trabalho.

Ao Prof. Luiz Antônio Viotto, não apenas pela orientação no mestrado como também pelas lições de vida e longas conversas semanais.

Aos demais professores, pelo conhecimento transmitido, em especial ao Prof. Celso, à Prof^a. Rosiane e à Prof^a Leila.

Aos membros da banca examinadora, pela atenção e correções que contribuíram no enriquecimento deste trabalho.

Aos técnicos de laboratório, pela ajuda durante a realização desse trabalho, em especial às técnicas Camilla (LAMEFI/DEA/FEA), Renata (Laboratório de Instrumentação/DTA/FEA) e Andréia (LRAC-FEQ).

Aos laboratórios de Engenharia de Processos, Engenharia de Bioprocessos e de Instrumentação pelo empréstimo de equipamentos.

Às empresas De Marchi, pela doação de parte da matéria-prima utilizada nesse trabalho, Novozymes e Prozyn pela doação das enzimas utilizadas.

À CAPES, pela concessão da bolsa de mestrado.

Aos colegas do mestrado, em especial àqueles que se tornaram meus amigos (Bebel, Lorena, Margarita, Hugo, Kátia, Thiago, Luiz, Priscila e Irede).

Aos amigos com os quais morei esses dois anos (Dáfinie, Hugo e Leo)

Aos amigos do Rio Grande do Sul os quais fazem muita falta e que o espaço aqui impossibilita mencioná-los um por um.

E a todos aqueles que de alguma forma contribuíram para que este trabalho fosse realizado.

SUMÁRIO

SUMÁRIO	vii
LISTA DE TABELAS	x
LISTA DE FIGURAS	xv
NOMENCLATURA.....	xxi
RESUMO.....	xxiii
SUMMARY	xxiv
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 OBJETIVOS	3
2.1 Gerais	3
2.2 Específicos.....	3
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3.1 PITANGA	4
3.2 ALIMENTO FUNCIONAL.....	6
3.2.1 Carotenóides.....	6
3.2.1.1 Licopeno	7
3.3 REOLOGIA	8
3.4 PROCESSOS DE SEPARAÇÃO POR MEMBRANAS	11
3.4.1 Tipos de Processos	12
3.4.1.1 Microfiltração.....	13
3.4.1.2 Ultrafiltração.....	14
3.4.2 Membranas	14
3.4.2.1 Morfologia	14
3.4.2.2 Material	15
3.4.2.3 Configuração.....	15
3.4.3 Parâmetros de Processo e Desempenho da Membrana	16
3.4.4 Fluxo de Permeado.....	18
3.4.5 Modelos Matemáticos	19
3.4.5.1 Modelo da Renovação da Superfície	19
3.4.5.2 Modelo de Hermia (1982)	20

3.4.5.3	Modelo das Resistências	24
3.5	PROCESSOS DE MEMBRANAS NA TECNOLOGIA DE SUCOS	26
3.5.1	Tratamento Enzimático	29
4	MATERIAL E MÉTODOS	33
4.1	MATERIAL	33
4.1.1	Matéria-Prima e Preparação do Suco	33
4.1.2	Enzimas	33
4.1.3	Membranas	34
4.1.4	Equipamentos	35
4.1.4.1	Célula de Laboratório	35
4.1.4.2	Planta Piloto	36
4.2	ANÁLISES REALIZADAS	38
4.2.1	Análises Físico-Químicas	38
4.2.2	Comportamento Reológico	39
4.2.3	Microscopia Óptica	39
4.2.4	Microscopia Eletrônica de Varredura	40
4.3	MÉTODOS	40
4.3.1	PARTE 1: Avaliação do Tratamento Enzimático	41
4.3.1.1	Preparo das Amostras e Tratamento Enzimático	41
4.3.1.2	Avaliação Preliminar da Concentração Enzimática	41
4.3.1.3	Planejamento Experimental para o Tratamento Enzimático	42
4.3.1.4	Avaliação de “Blends” Enzimáticos	43
4.3.2	PARTE 2: Avaliação das Membranas	44
4.3.2.1	Preparação das Amostras	44
4.3.2.2	Procedimento Experimental na Célula de Laboratório	45
4.3.2.3	Procedimento Experimental na Planta Piloto	46
4.3.2.4	Cálculo das Resistências	48
4.3.3	PARTE 3: Modelagem dos Resultados	48
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	49
5.1	CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA	49
5.2	PARTE 1: AVALIAÇÃO ENZIMÁTICA	50

5.2.1	Avaliação da Concentração Enzimática.....	50
5.2.2	Otimização Enzimática	52
5.2.2.1	Pectinase	52
5.2.2.2	Celulase.....	56
5.2.3	Avaliação de “ <i>Blends</i> ” Enzimáticos.....	59
5.2.3.1	Comportamento Reológico	63
5.3	PARTE 2: AVALIAÇÃO DAS MEMBRANAS	66
5.3.1	Aplicação da Célula de Laboratório	66
5.3.1.1	Produtos Obtidos (Retentado e Permeado).....	66
5.3.1.2	Fluxo de Permeado.....	79
5.3.1.3	Microscopia Eletrônica de Varredura	89
5.3.2	Aplicação da Planta Piloto	92
5.3.2.1	Produtos Obtidos (Retentado e Permeado).....	92
5.3.2.2	Fluxo de Permeado.....	94
5.4	PARTE 3: Modelagem	97
5.4.1	Aplicação do Modelo Matemático Baseado na Teoria da Renovação de Superfície	97
5.4.2	Aplicação do Modelo de Hermia	99
5.4.3	Aplicação do Modelo das Resistências em Série	105
6	CONCLUSÕES GERAIS	107
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	110
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	112
9	APÊNDICES	124
9.1	Avaliação de “ <i>Blends</i> ” Enzimáticos.....	124
9.2	Curvas de Fluxo de Permeado (Unidade de Laboratório).....	130
9.3	Cálculo das Resistências.....	157
9.4	Comportamento Reológico do Permeado	161
9.5	Comportamento Reológico do Retentado	163
9.6	Fluxo de Permeado (Planta Piloto)	168
9.7	Ajuste ao Modelo Baseado na Teoria da Renovação da Superfície	173
9.8	Ajuste ao Modelo de Hermia.....	174

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1: Composição média em 100 g de polpa de pitanga.....	5
Tabela 3.2: Características físico-químicas de polpa de pitanga “ <i>in natura</i> ” e após 90 dias de estocagem a frio (-18°C) (LOPES et al., 2005).....	5
Tabela 3.3: Modelos reológicos para sucos e polpas de frutas.....	10
Tabela 3.4: Processos de separação por membranas (Fonte: HABERT et al., 2006).	13
Tabela 3.5: Parâmetros de operação já estudados que resultaram em melhor fluxo de permeado para processamento de sucos utilizando micro e ultrafiltração.	30
Tabela 3.6: Tratamento enzimático utilizando pectinase em diferentes sucos de frutas: condições avaliadas e resultados obtidos.	32
Tabela 4.1: Características de fabricação das membranas utilizadas.....	34
Tabela 4.2: Matriz do planejamento experimental do tratamento enzimático do suco de pitanga.	42
Tabela 4.3: Concentração das enzimas Pectinex Ultra SP-L e Cellubrix-L dos “ <i>blends</i> ” avaliados.	44
Tabela 4.4: Corridas realizadas.....	45
Tabela 5.1: Características físico-químicas do suco de pitanga.....	49
Tabela 5.2: Resultados para viscosidade aparente (cP) do suco de pitanga tratado com Pectinex Ultra SP-L.	53
Tabela 5.3: Coeficientes de regressão do modelo da Equação 4.1 para o tratamento enzimático com pectinase.	53
Tabela 5.4: Resultados para viscosidade aparente (cP) do suco de pitanga tratado com Cellubrix-L.	56
Tabela 5.5: Coeficientes de regressão do modelo da Equação 4.1 para o tratamento enzimático com celulase.	57
Tabela 5.6: Concentração de fibra e pectina do suco de pitanga após tratamento com “ <i>blend</i> ” enzimático.	62
Tabela 5.7: Parâmetros reológicos e estatísticos para o suco de pitanga antes e após tratamento enzimático.	64

Tabela 5.8: Resultados para análise de cor das alimentações e das frações obtidas.....	68
Tabela 5.9: Composição físico-química das alimentações e frações obtidas.	69
Tabela 5.10: Concentração e retenção de taninos.....	71
Tabela 5.11: Parâmetros reológicos e estatísticos para o permeado obtido nos ensaios de microfiltração (PVDF 500 kDa).....	76
Tabela 5.12: Parâmetros reológicos e estatísticos para o retentado obtido nos ensaios de microfiltração.....	77
Tabela 5.13: Fluxo médio de permeado.....	80
Tabela 5.14: Resistência total (m^{-1}) e contribuições, em %, das resistências da membrana, incrustação e camada polarizada.....	83
Tabela 5.15: Caracterização físico-química das alimentações e das frações obtidas.....	93
Tabela 5.16: Parâmetros obtidos para o modelo da renovação da superfície ($J=f(t)$).....	97
Tabela 5.17: Parâmetros obtidos para o modelo de Hermia para os experimentos realizados na célula de laboratório.....	101
Tabela 5.18: Parâmetros obtidos para o modelo de Hermia para os experimentos realizados na planta piloto.....	102
Tabela 5.19: Fluxo de permeado inicial observado experimentalmente na célula de laboratório e predito pelo modelo de Hermia.....	105
Tabela 5.20: Fluxo de permeado inicial observado experimentalmente na planta piloto e predito pelo modelo de Hermia.....	105
Tabela 5.21: Resistência total.	106
Tabela 9.1: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação (γ) e tensão de cisalhamento (τ) para o experimento aplicando 0,1% de pectinase (Experimento 1).	124
Tabela 9.2: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação (γ) e tensão de cisalhamento (τ) para o experimento aplicando 0,075% de pectinase e 0,025% de celulase (Experimento 2).....	125

Tabela 9.3: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação (γ) e tensão de cisalhamento (τ) para o experimento aplicando 0,050% de pectinase e 0,050% de celulase (Experimento 3).....	126
Tabela 9.4: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação (γ) e tensão de cisalhamento (τ) para o experimento aplicando 0,025% de pectinase e 0,075% de celulase (Experimento 4).....	127
Tabela 9.5: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação (γ) e tensão de cisalhamento (τ) para o experimento aplicando 0,1% de celulase (Experimento 5).	128
Tabela 9.6: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação (γ) e tensão de cisalhamento (τ) para o suco sem tratamento enzimático (Experimento 6).	129
Tabela 9.7: Dados experimentais para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga sem tratamento enzimático.	130
Tabela 9.8: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga sem tratamento enzimático.	131
Tabela 9.9: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga sem tratamento enzimático.....	133
Tabela 9.10: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga sem tratamento enzimático.....	135
Tabela 9.11: Dados experimentais para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga tratado com protease.	136
Tabela 9.12: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com protease.	138
Tabela 9.13: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com protease.....	139
Tabela 9.14: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga tratado com protease.	141
Tabela 9.15: Dados experimentais para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase.	142
Tabela 9.16: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase.	143

Tabela 9.17: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase.....	145
Tabela 9.18: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase.....	146
Tabela 9.19: Dados experimentais para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga tratado com pectinase.	147
Tabela 9.20: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com pectinase.	148
Tabela 9.21: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com pectinase.....	149
Tabela 9.22: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga tratado com pectinase.....	151
Tabela 9.23: Dados experimentais para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.	152
Tabela 9.24: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.	153
Tabela 9.25: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.....	154
Tabela 9.26: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.....	155
Tabela 9.27: Cálculo da resistência das membranas (R_M).....	157
Tabela 9.28: Cálculo da resistência total (R_T) para o processo de ultra e microfiltração utilizando a unidade de laboratório.	158
Tabela 9.29: Cálculo da resistência devido à incrustação (R_F).	159
Tabela 9.30: Cálculo da resistência devido à camada polarizada (R_P).	160
Tabela 9.31: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação (γ) e tensão de cisalhamento (τ) para as frações de permeado da microfiltração de suco de pitanga com e sem tratamento enzimático.....	161
Tabela 9.32: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação (γ) e tensão de cisalhamento (τ) para o retentado da microfiltração de suco de pitanga sem tratamento enzimático.	163

Tabela 9.33: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação (γ) e tensão de cisalhamento (τ) para o retentado da microfiltração de suco de pitanga tratado com protease.	164
Tabela 9.34: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação (γ) e tensão de cisalhamento (τ) para o retentado da microfiltração de suco de pitanga tratado com celulase.	165
Tabela 9.35: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação (γ) e tensão de cisalhamento (τ) para o retentado da microfiltração de suco de pitanga tratado com pectinase.	166
Tabela 9.36: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação (γ) e tensão de cisalhamento (τ) para o retentado da microfiltração de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.	167
Tabela 9.37: Dados experimentais para microfiltração em planta piloto de suco de pitanga sem tratamento enzimático.	168
Tabela 9.38: Dados experimentais para microfiltração em planta piloto de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.	170

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1: Frutos de pitanga em diferentes estágios de maturação.....	4
Figura 3.2: Fórmula estrutural da molécula de isopreno (Fonte: GROSS, 1987)....	6
Figura 3.3: Fórmula estrutural da molécula de licopeno. (Fonte: BRAMLEY, 2000).	7
Figura 3.4: Curvas de escoamento típicas de fluidos.....	9
Figura 3.5: Esquema ilustrativo da filtração convencional e filtração tangencial (Fonte: HABERT et al., 1997).....	12
Figura 3.6: Ilustração dos mecanismos de incrustação (Fonte: KOLTUNIEWICZ e FIELD, 1996).	21
Figura 3.7: Clarificação de suco de maçã convencional <i>versus</i> ultrafiltração (Fonte: CHERYAN, 1998).....	27
Figura 4.1: Célula de laboratório.	35
Figura 4.2: Esquema da célula de laboratório.	36
Figura 4.3: Planta piloto.	37
Figura 4.4: Esquema da planta piloto.....	37
Figura 5.1: Viscosidade aparente do suco de pitanga tratado com celulase.....	51
Figura 5.2: Viscosidade aparente do suco de pitanga tratado com pectinase.	51
Figura 5.3: Superfícies de resposta e curvas de contorno para viscosidade aparente a 90 RPM do tratamento enzimático com pectinase.	55
Figura 5.4: Superfícies de resposta e curvas de contorno para viscosidade aparente a 90 RPM do tratamento enzimático com celulase.	58
Figura 5.5: Fotomicrografias do suco com e sem tratamento enzimático (a –l). ...	61
Figura 5.6: Relação entre viscosidade aparente e taxa de deformação para o suco de pitanga com e sem tratamento enzimático.	63
Figura 5.7: Relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação para o suco de pitanga com e sem tratamento enzimático.	66
Figura 5.8: Fotografias das frações de retentado e permeado para suco sem tratamento enzimático e tratado com protease.	67
Figura 5.9: Curvas de escoamento para o permeado.	76
Figura 5.10: Curvas de escoamento para o retentado.	78

Figura 5.11: Fluxo médio de permeado para os experimentos realizados.	79
Figura 5.12: Fluxo de permeado durante os 10 minutos iniciais para as corridas de ultrafiltração do suco sem e com tratamento enzimático com protease e celulase.	81
Figura 5.13: Curvas de fluxo de permeado (FC=2) obtidas com a membrana de microfiltração (PVDF500) para suco sem e com tratamento enzimático com protease e celulase.	81
Figura 5.14: Curvas de fluxo de permeado (FC=2) obtidas com a membrana de ultrafiltração (PVDF150, PES150 e CEL30) para suco tratado com pectinase e a combinação celulase e pectinase.....	85
Figura 5.15: Fluxo de permeado durante os 10 minutos iniciais para as corridas de ultrafiltração do suco tratado com pectinase e a combinação celulase e pectinase.	85
Figura 5.16: Resistência devido à camada polarizada para os experimentos realizados na unidade de laboratório.	87
Figura 5.17: Resistência devido à incrustação para os experimentos realizados na unidade de laboratório.....	87
Figura 5.18: Curvas de fluxo de permeado (FC=2) obtidas com a membrana de microfiltração (PVDF500) para suco tratado com pectinase e a combinação celulase e pectinase.....	89
Figura 5.19: Detalhe do polímero e suporte da membrana de PVDF de 500 kDa.	90
Figura 5.20: Microfotografias da superfície da membrana de PVDF de 500 kDa: Membrana virgem (a), Suco sem tratamento enzimático (b), Protease (c), Celulase (d), Pectinase (e), Celulase + Pectinase (f).....	91
Figura 5.21: Curvas de fluxo de permeado.	95
Figura 5.22: Resistência ao fluxo de permeado.	96
Figura 5.23: Estágios de declínio do fluxo de permeado para microfiltração na planta piloto de suco sem tratamento enzimático.....	100
Figura 5.24: Estágios de declínio do fluxo de permeado para microfiltração na planta piloto de suco tratado com celulase e pectinase.	100

Figura 5.25: Contribuição das resistências da membrana (R_M), incrustação (R_F) e camada polarizada (R_P).	106
Figura 9.1: Ajuste dos resultados do Experimento 1 aos modelos reológicos. ...	124
Figura 9.2: Ajuste dos resultados do Experimento 2 aos modelos reológicos. ...	125
Figura 9.3: Ajuste dos resultados do Experimento 3 aos modelos reológicos. ...	126
Figura 9.4: Ajuste dos resultados do Experimento 4 aos modelos reológicos. ...	127
Figura 9.5: Ajuste dos resultados do Experimento 5 aos modelos reológicos. ...	128
Figura 9.6: Ajuste dos resultados do Experimento 6 aos modelos reológicos. ...	129
Figura 9.7: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga sem tratamento enzimático.	131
Figura 9.8: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga sem tratamento enzimático.	133
Figura 9.9: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga sem tratamento enzimático.	134
Figura 9.10: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga sem tratamento enzimático.	136
Figura 9.11: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga tratado com protease.	137
Figura 9.12: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com protease.	139
Figura 9.13: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com protease.....	140

Figura 9.14: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga tratado com protease.....	142
Figura 9.15: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase.	143
Figura 9.16: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase.	144
Figura 9.17: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase.	146
Figura 9.18: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase.	147
Figura 9.19: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga tratado com pectinase.	148
Figura 9.20: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com pectinase.	149
Figura 9.21: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com pectinase.	150
Figura 9.22: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga tratado com pectinase.	152
Figura 9.23: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.	152

Figura 9.24: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.	154
Figura 9.25: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.	155
Figura 9.26: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.	156
Figura 9.27: Resistência das membranas.	157
Figura 9.28: Resistência total para os experimentos realizados na unidade de laboratório.	158
Figura 9.29: Resistência devido à incrustação para os experimentos realizados na unidade de laboratório.....	159
Figura 9.30: Resistência devido à camada polarizada para os experimentos realizados na unidade de laboratório.	160
Figura 9.31: Ajuste dos resultados ao modelo Newtoniano para permeado da microfiltração do suco de pitanga com e sem tratamento enzimático.	162
Figura 9.32: Ajuste dos resultados aos modelos reológicos para retentado da microfiltração do suco de pitanga sem tratamento enzimático.....	163
Figura 9.33: Ajuste dos resultados aos modelos reológicos para retentado da microfiltração do suco de pitanga tratado com protease.	164
Figura 9.34: Ajuste dos resultados aos modelos reológicos para retentado da microfiltração do suco de pitanga tratado com celulase.....	165
Figura 9.35: Ajuste dos resultados aos modelos reológicos para retentado da microfiltração do suco de pitanga tratado com pectinase.....	166
Figura 9.36: Ajuste dos resultados aos modelos reológicos para retentado da microfiltração do suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.....	167
Figura 9.37: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para microfiltração em planta piloto de suco de pitanga sem tratamento enzimático..	170

Figura 9.38: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para microfiltração em planta piloto de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.....	172
Figura 9.39: Ajuste dos dados experimentais ao modelo de renovação da superfície.....	173
Figura 9.40: Ajuste dos dados experimentais ao modelo de Hermia para modelo do bloqueio completo ($n=2$).....	174
Figura 9.41: Ajuste dos dados experimentais ao modelo de Hermia para modelo do bloqueio intermediário ($n=1$).....	175
Figura 9.42: Ajuste dos dados experimentais ao modelo de Hermia para modelo do bloqueio padrão ($n=3/2$).	176
Figura 9.43: Ajuste dos dados experimentais ao modelo de Hermia para modelo da camada polarizada ($n=0$).....	177
Figura 9.44: Ajuste dos dados experimentais para o 1º estágio de declínio do fluxo de permeado ao modelo de Hermia para suco sem tratamento.....	178
Figura 9.45: Ajuste dos dados experimentais para o 2º estágio de declínio do fluxo de permeado ao modelo de Hermia para suco sem tratamento enzimático.....	179
Figura 9.46: Ajuste dos dados experimentais para o 3º estágio de declínio do fluxo de permeado ao modelo de Hermia para suco sem tratamento enzimático.....	180
Figura 9.47: Ajuste dos dados experimentais para o 1º estágio de declínio do fluxo de permeado ao modelo de Hermia para suco tratado com celulase e pectinase.	181
Figura 9.48: Ajuste dos dados experimentais para o 2º estágio de declínio do fluxo de permeado ao modelo de Hermia para suco tratado com celulase e pectinase.	182
Figura 9.49: Ajuste dos dados experimentais para o 3º estágio de declínio do fluxo de permeado ao modelo de Hermia para suco tratado com celulase e pectinase.	183

NOMENCLATURA

- A = Área da superfície da membrana (m^2)
- A_0 = Área da superfície dos poros da membrana (m^2)
- A_P = Área de permeação (m^2)
- C_P = Concentração do soluto no permeado (%)
- C_R = Concentração do soluto no retentado (%)
- d_P = Diâmetro médio de poro (m)
- FC = Fator de concentração
- J = Fluxo de permeado (kg/m^2s , kg/m^2h , L/m^2h , m/s)
- J_0 = Fluxo inicial de permeado (kg/m^2s , kg/m^2h , L/m^2h , m/s)
- J_F = Fluxo final de permeado (kg/m^2s , kg/m^2h , L/m^2h , m/s)
- J_w = Fluxo de água (kg/m^2s , kg/m^2h , L/m^2h , m/s)
- J_w' = Fluxo de água através da membrana incrustada (kg/m^2s , kg/m^2h , L/m^2h , m/s)
- K = Índice de consistência ($Pa.s^n$)
- K' = Constante do modelo de Hermia
- K_{0M} = Raiz quadrada de tensão inicial de Mizrahi-Berk ($Pa^{0.5}$)
- K_A = Parâmetro que representa a superfície bloqueada da membrana por unidade de volume de permeado através da membrana (m^{-1})
- K_B = Parâmetro que representa a queda da área da seção transversal dos poros da membrana por unidade de volume de permeado (m^{-1})
- K_C = Constante que corresponde ao modelo do bloqueio completo (s^{-1})
- K_D = Parâmetro que representa a área da camada polarizada por unidade de volume de permeado (m^{-1})
- K_{gl} = Constante que corresponde ao modelo da camada polarizada (s/m^2)
- K_i = Constante que corresponde ao modelo do bloqueio intermediário (m^{-1})
- K_M = Índice de consistência de Mizrahi-Berk ($Pa^{0.5}.s^n$)
- K_s = Constante que corresponde ao modelo do bloqueio padrão ($(m.s)^{-1/2}$)
- m_{alim} = Massa inicial de alimentação (g, kg)
- m_P = Massa de permeado (g, kg)
- $m_{retentado}$ = Massa de retentado (g, kg)
- n = Índice de consistência

n_M = Índice de comportamento do fluido para o modelo de Mizrahi-Berk

P_e = Pressão de entrada (bar)

P_P = Pressão na corrente do permeado (bar)

P_R = Pressão na corrente do retentado (bar)

P_s = Pressão de saída (bar)

P_T = Pressão transmembrana (bar)

R = Coeficiente de retenção (%)

R_F = Resistência devido à incrustação (m^{-1})

R_M = Resistência da membrana (m^{-1})

R_P = Resistência da camada polarizada (m^{-1})

R_T = Resistência total (m^{-1})

t = Tempo (s, h)

v = Velocidade (RPM, cm/s, m/s)

V = Volume de permeado (m^3)

ΔC = Gradiente de concentração

ΔE = Gradiente de potencial elétrico

ΔP = Gradiente de pressão

ΔP_a = Gradiente de pressão parcial

Δx = Espessura da película da membrana (m)

ε = Porosidade

γ = Taxa de deformação (s^{-1})

λ = Taxa de declínio do fluxo (s^{-1} , h^{-1})

μ = Viscosidade (cP, Pa.s)

μ_a = Viscosidade aparente (cP, Pa.s)

μ_w = Viscosidade da água (cP, Pa.s)

τ = Tensão de cisalhamento (Pa)

τ_0 = Tensão de cisalhamento inicial (Pa)

RESUMO

A pitanga é uma fruta rica em licopeno, um carotenóide que apresenta ação preventiva ao câncer de próstata e a doenças cardiovasculares. Processos com membranas representam uma das respostas tecnológicas ao problema da produção de sucos com elevada qualidade sensorial e nutricional. O objetivo desse trabalho foi clarificar o suco de pitanga utilizando membranas poliméricas de micro e ultrafiltração e avaliar a influência do tratamento enzimático no fluxo de permeado e nas características da alimentação, permeado e retentado, assim como na retenção de carotenóides. Foram utilizadas, em célula de laboratório, membranas de polifluoreto de vinilideno de 150 kDa (PVDF200) e de 500 kDa (PVDF500), polietersulfona de 150 kDa (PES150) e celulose de 30 kDa (CEL30) a 35°C, 2 bar e 500 RPM até fator de concentração 2. Para cada membrana foram realizados experimentos sem enzima e com tratamento enzimático utilizando protease, celulase, pectinase e a combinação de celulase e pectinase. As combinações de celulase e pectinase apresentaram as maiores reduções de viscosidade, sendo que o “blend” constituído por 0,025% de pectinase e 0,075% de celulase, em massa, proporcionou maior efeito. Para a ultrafiltração do suco de pitanga, a ação da pectinase resultou em fluxos mais elevados quando comparado com o suco sem tratamento, sendo que a membrana CEL30 apresentou o melhor resultado (44,6 kg/m²h), seguida pela PES150 (41,9 kg/m²h) e pela PVDF150 (34,9 kg/m²h). A microfiltração de suco de pitanga tratado com pectinase e com a combinação de celulase e pectinase resultou em fluxos médios de permeado iguais a 317,8 e 388,7 kg/m²h, respectivamente. O processo de microfiltração de suco sem tratamento enzimático em planta piloto apresentou fluxo de 24,7 kg/m²h (aumento de 152% em relação à célula), enquanto que para suco tratado com celulase e pectinase, obteve-se fluxo de 48 kg/m²h. Todas as membranas apresentaram 100% de retenção de carotenóides, independente do tratamento enzimático realizado. Os permeados apresentaram comportamento Newtoniano para as taxas de deformação inferiores a 41 s⁻¹, enquanto que os retentados apresentaram comportamento pseudoplástico no intervalo de taxas de deformação avaliado (20 s⁻¹ < $\dot{\gamma}$ < 81 s⁻¹), sendo que o modelo Lei da Potência permitiu um bom ajuste dos dados experimentais (R² > 0,99). A partir do modelo de Hermia (1982) verificou-se que todos os mecanismos de incrustação (bloqueio total, intermediário e padrão e formação da camada polarizada) estão relacionados com a queda do fluxo de permeado, sendo que a camada polarizada foi a principal causa da queda do fluxo durante a microfiltração de suco de pitanga, independente do tratamento enzimático. Esses resultados estão de acordo com a análise das resistências, que demonstrou que a camada polarizada foi a principal causa da queda do fluxo, responsável por mais de 90% da resistência total.

Palavras-chaves: Microfiltração, ultrafiltração, pitanga, clarificação, carotenóides.

SUMMARY

Pitanga is rich in lycopene, a carotenoid that gives preventive action to prostate cancer and cardiovascular diseases. Membranes processes represent a technological answer to the problem of the juices production with high nutritional and sensory quality. The aim of this work was to clarify pitanga cherry juice using micro and ultrafiltration polymeric membranes as well as evaluating the enzymatic treatment influence in the permeate flux and in characteristics of feed, permeate and retentate fractions. It was used, in laboratory unit, polyvinylidene fluoride 150 kDa (PVDF150) and 500 kDa (PVDF500), polyethersulfone 150 kDa (PES150) and cellulose 30 kDa (CEL30) at 35°C, 2 bar and 500 RPM, until concentration factor 2. For each membrane, experiments were done with and without enzymatic treatment using a protease, celulase, pectinase and a mix of celulase and pectinase. The combination of cellulase and pectinase showed the greatest reductions in viscosity, and 0,025% of pectinase and 0,075% of cellulase provided the greatest effect. For the ultrafiltration of pitanga juice, the action of pectinase resulted fluxes higher when compared with untreated juice, and the membrane CEL30 showed the best result (44,6 kg/m²h), followed by PES150 (41,9 kg/m²h) and the PVDF150 (34,9 kg/m²h). The microfiltration of pitanga juice treated with pectinase and with the combination of cellulase and pectinase resulted in average permeate flux equal to 317,8 and 388,7 kg/m²h, respectively. The microfiltration process of juice without enzyme treatment in plant pilot showed flux of 24,7 kg/m²h (increase of 152% compared to the unit laboratory), while for juice treated with cellulase and pectinase were obtained flux of 48 kg/m²h. All membranes showed 100% retention of carotenoids, regardless of enzyme treatment performed. The permeates showed Newtonian behavior to the deformation rates below 41 s⁻¹, while the retentate showed pseudoplastic behavior in the range of deformation rates measured (20 s⁻¹ < $\dot{\gamma}$ < 81 s⁻¹). The Power Law model allowed a good fit experimental data (R² > 0,99). From the Hermia's model, it was found that all the fouling mechanisms (complete, intermediary and standard and cake layer formation) are related to the permeate flux decline and the cake layer was the main cause of the flux decrease during pitanga juice microfiltration, independent of the enzyme treatment. These results are in line with the resistance analysis. From this model it was possible to see that the cake layer was the main cause of fouling generating, representing more than 90% in total resistance.

Key-words: Microfiltration, ultrafiltration, pitanga, clarification, carotenoids.

1 INTRODUÇÃO

Frutas e hortaliças são indicadas na prevenção de vários tipos de cânceres e de doenças cardiovasculares, por conterem carotenóides e substâncias fenólicas e organossulfuradas, além de vitaminas e minerais. Por isso, o interesse dos consumidores por produtos naturais e mais saudáveis tem aumentado e contribuído para o crescimento do consumo de produtos refrescantes e naturais tais como sucos de frutas e bebidas à base de frutas.

A pitanga é uma fruta originária das regiões Sul e Sudeste do Brasil que está bem adaptada ao clima da região Nordeste, sendo o Estado de Pernambuco o principal produtor nacional da fruta para processamento. A pitanga é rica em licopeno, um carotenóide que apresenta ação preventiva ao câncer de próstata e a doenças cardiovasculares. Porém, a elevada perecibilidade da pitanga faz com que o mercado da fruta *“in natura”* torne-se restrito aos centros próximos às regiões de plantio e o seu comércio seja realizado apenas durante o período de colheita.

Fatores tais como calor, luz e exposição a oxigênio podem ter efeitos deteriorantes, enquanto que alguns processos podem trazer benefícios, tais como reter ou aumentar o conteúdo de um determinado nutriente ou a biodisponibilidade do mesmo. Atualmente, processos com membranas estão presentes em diversos setores produtivos, visto que o processo de separação não envolve grandes variações de temperatura e trocas de fases ou o uso de agentes químicos. A introdução dessa tecnologia no processamento de sucos representa uma das respostas tecnológicas ao problema da produção de sucos com elevada qualidade sensorial e nutricional.

Sucos tradicionais, tais como os de laranja, uva, maçã, pêssigo e tomate estão bem estabelecidos em países desenvolvidos. Sucos com baixa escala de produção, especialmente os sucos tropicais, estão, atualmente, atraindo a atenção devido as suas características nutricionais e funcionais. Apesar dos estudos já existentes, ainda há uma deficiência de dados referentes ao processamento de frutas tropicais, entre elas a pitanga, provocando a necessidade do estudo dos

processos de conservação e dos seus parâmetros operacionais de forma a prolongar a oferta e o consumo durante o ano inteiro de produtos desenvolvidos a partir dessas frutas.

Dentre os vários processos de conservação de sucos, a aplicação de membranas tem demonstrado sucesso na produção de sucos clarificados e concentração dos mesmos por apresentar vantagens tais como economia energética, seletividade, separação de compostos termolábeis, simplicidade de operação, etc. Porém, ainda não existem estudos avaliando a aplicação de processos de separação com membranas na produção de suco de pitanga.

Com bases nessas informações, a proposta desse trabalho foi, primeiramente, avaliar e otimizar a aplicação de pectinase e celulase e de “*blends*” dessas enzimas em suco de pitanga para redução da viscosidade. A influência do tratamento enzimático aplicando protease, pectinase e celulase, do material e do diâmetro de poros de 4 membranas nos processos de micro e ultrafiltração do suco de pitanga também foi estudada. Além disso, foi avaliado o efeito desses parâmetros na retenção de carotenóides, a fim de se obter retentado a ser utilizado como matéria-prima no desenvolvimento de alimentos funcionais, além da produção de suco clarificado (permeado).

Os resultados obtidos para microfiltração do suco de pitanga, utilizando a célula de laboratório e a planta piloto, foram ajustados a modelos matemáticos existentes na literatura que descrevem o comportamento do fluxo de permeado assim como a queda deste em função dos diferentes mecanismos de incrustação.

2 OBJETIVOS

2.1 Gerais

Estudar o efeito do tratamento enzimático sobre a viscosidade do suco de pitanga, assim como avaliar a influência do tratamento enzimático e de diferentes membranas poliméricas na retenção de carotenóides e no fluxo de permeado dos processos de ultra e microfiltração de suco de pitanga.

2.2 Específicos

Otimizar as condições para tratamento enzimático do suco de pitanga com celulase e pectinase, visando à redução da viscosidade do mesmo.

Avaliar o efeito do tratamento enzimático com “*blends*” de celulase e pectinase sobre a viscosidade do suco de pitanga.

Estudar o efeito do tratamento enzimático, com celulase, pectinase, protease e um “*blend*” de celulase e pectinase e diferentes membranas de ultra e microfiltração sobre o fluxo de permeado e a retenção de carotenóides totais em célula de laboratório.

Avaliar o fluxo de permeado e a retenção de carotenóides na clarificação de suco de pitanga utilizando planta piloto.

Modelar os dados obtidos de fluxo durante microfiltração de suco de pitanga.

Determinar as características físico-químicas da alimentação, retentado e permeado obtidos tanto na célula de laboratório quanto na planta piloto.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 PITANGA

A pitanga (*Eugenia uniflora* L.), também conhecida como “*Surinam cherry*” ou “*Brazilian cherry*”, é um fruto tropical, pertencente à família das Mirtáceas. É nativa do Brasil, especificamente das regiões Sul e Sudeste, e tem se adaptado favoravelmente às condições climáticas da região Nordeste, sendo o estado de Pernambuco o principal produtor nacional do fruto (GOMES, 1975; BEZERRA et al., 2000). Estima-se que a produção anual de pitanga em escala comercial em Pernambuco esteja entre 1.300 e 1.700 ton/ano (SILVA, 2006).

O fruto se apresenta como uma baga globosa (Figura 3.1) com sete a dez sulcos longitudinais de 1,5 a 3 cm de diâmetro. No Brasil, não se conhecem variedades perfeitamente definidas de pitangueiras e é comum encontrar frutos de coloração que variam desde o alaranjado, vermelho escuro até o roxo (BEZERRA et al., 2000).



Figura 3.1: Frutos de pitanga em diferentes estágios de maturação.

Segundo Guimarães et al. (1983) 69% do fruto é constituído de polpa e 31% de sementes. Além disso, os resultados obtidos em polpa de pitanga para o mesmo estudo demonstraram ser esse produto de boa estabilidade, pelo menos por seis meses de armazenamento sob congelamento a -18°C.

A composição química de polpas de frutas pode variar significativamente de uma amostra para outra (Tabela 3.1), decorrente de fatores tais como região de plantio, condições climáticas, estágio de maturação e variedade das frutas analisadas. Dentre os frutos existentes na natureza, a pitanga está entre os que possuem maior teor de carotenóides (225,9 µg/g), sendo que o licopeno representa 32% desse total, e um valor significativo de vitamina A (991 ER/100 g) (CAVALCANTE, 1991).

Tabela 3.1: Composição média em 100 g de polpa de pitanga.

Componente	Polpa ¹	Polpa ²
Umidade (g)	89	85,44
Carboidratos (g)	9,2	7,97
Lipídios (g)	0,06	0,49
Proteínas (g)	0,92	0,68
Fibra (g)	0,43	n.a.
Cinzas (g)	0,32	0,37
Cálcio (mg)	9,62	n.a.
Ferro (mg)	0,12	n.a.
Fósforo (mg)	14,72	n.a.
Vitamina C (mg)	29,4	q.n.d.
Taninos (mg)	122	80,32

¹ Guimarães et al. (1982)

² Lopes (2005)

n.a.: não avaliado / q.n.d.: quantidade não detectável

Tabela 3.2: Características físico-químicas de polpa de pitanga “*in natura*” e após 90 dias de estocagem a frio (-18°C) (LOPES et al., 2005).

Característica	Polpa “ <i>in natura</i> ”	Polpa congelada
pH	3,27	3,4
Acidez total titulável ¹	1,24	1,25
Sólidos solúveis (°Brix)	11,47	10,73
Sólidos totais (%)	12,29	12,2
Açúcares redutores ²	7,65	7,73
Açúcares totais ²	7,77	7,9
Carotenóides totais (µg/g) ³	123,73	106,7
Retenção de carotenóides (%)	100	86,24

¹ g ácido cítrico/100 g polpa

² g glicose/100 g polpa

³ µg expressos em licopeno

A polpa de pitanga apresenta boa estabilidade ao armazenamento sob congelamento a -18°C , porém, há perda da concentração de carotenóides totais (Tabela 3.2), sendo que a principal perda ocorre nos primeiros 30 dias de armazenamento, mantendo-se praticamente constante após esse período (LOPES et al., 2005).

3.2 ALIMENTO FUNCIONAL

Uma definição abrangente de alimento funcional seria qualquer alimento, natural ou preparado pelo homem, que contenha uma ou mais substâncias, classificadas como nutrientes ou não-nutrientes, capazes de atuar no metabolismo e na fisiologia humana, promovendo efeitos benéficos à saúde, podendo retardar o estabelecimento de doenças crônicas e/ou degenerativas e melhorar a qualidade e a expectativa de vida das pessoas. No caso dos carotenóides, as propriedades funcionais estão associadas às suas ações antioxidante, anti-radicais livres e anticarcinogênica (SGARBIERI e PACHECO, 1999).

3.2.1 Carotenóides

Carotenóides são tetraterpenos formados pela ligação de oito unidades de isopreno (Figura 3.2). Eles podem ser divididos em carotenos, que são hidrocarbonetos, e seus derivados oxigenados, xantofilas ou carotenóides oxigenados (NAGY et al., 1977).

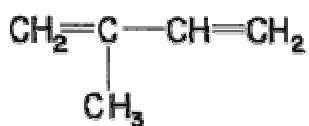


Figura 3.2: Fórmula estrutural da molécula de isopreno (Fonte: GROSS, 1987).

Os carotenóides podem se apresentar na forma livre nos tecidos dos vegetais ou dissolvidos em lipídios. Também se apresentam como ésteres ou em combinação com açúcares e proteínas (FENNEMA, 1993).

Uma das funções fisiológicas mais importantes dos carotenóides é agir como precursor de vitamina A em organismos de animais. Durante o processamento e estocagem há perdas de carotenóides devido à oxidação, ação enzimática, aquecimento e exposição à luz, devido ao alto grau de insaturação desses compostos (NAGY et al., 1977).

Os carotenóides formam um dos grupos de pigmentos mais difundidos na natureza, sendo responsáveis pela coloração amarela, laranja e vermelha de grande número de frutas, folhas e algumas flores (BOBBIO e BOBBIO, 2001).

Eles podem ser divididos em dois grupos referentes à sua funcionalidade: os precursores de vitamina A, dos quais o principal exemplo seria o β -caroteno, e os que não apresentam atividade pró-vitamínica, por exemplo, o licopeno que apresenta alto poder antioxidante, combatendo os radicais livres (THANE e REDDY, 1997).

Apesar de os carotenóides não serem nutricionalmente essenciais, eles têm grande importância na dieta humana. Diversos estudos epidemiológicos têm demonstrado efeitos significativos relacionando a ingestão de carotenóides com a diminuição de doenças degenerativas, incluindo diversos tipos de cânceres e problemas cardiovasculares (THANE e REDDY, 1997; RAO e RAO, 2007).

3.2.1.1 Licopeno

O licopeno é um hidrocarboneto alifático com 11 duplas ligações conjugadas e 2 não-conjugadas (Figura 3.3), de modo que ele é solúvel em gorduras e lipídios e tem coloração vermelha (NGUYEN e SCHWARTZ, 1999).

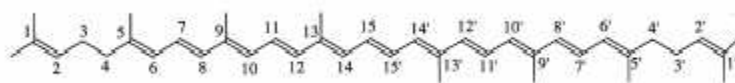


Figura 3.3: Fórmula estrutural da molécula de licopeno. (Fonte: BRAMLEY, 2000).

Henry e Schwartz (1998) avaliaram a cinética de degradação oxidativa de β -caroteno, luteína e licopeno e verificaram que a degradação cinética de carotenóides segue um modelo de primeira ordem, sendo que o licopeno mostrou-se ser o mais susceptível à degradação.

Apesar de ser utilizado como corante natural em alimentos, apenas nos últimos anos que o licopeno tem sido alvo de diversos estudos associando sua ingestão à redução de doenças crônicas. Devido à sua atividade antioxidante, o licopeno é um candidato promissor como componente alimentar que pode reduzir o risco de câncer e problemas coronários em humanos (STAHL e SIES, 1996; BRAMLEY, 2000; RAO e RAO, 2007).

3.3 REOLOGIA

Reologia é a ciência que estuda a deformação e o escoamento da matéria, sob a influência de forças externas (SCHRAMM, 1994). O conhecimento das propriedades reológicas de alimentos é muito importante para o projeto de tubulações e equipamentos, no controle de qualidade, no desenvolvimento de novos produtos, na aceitabilidade por parte do consumidor, além de permitir melhor entendimento do comportamento estrutural dos produtos (BARNES et al., 1989; STEFFE, 1996).

Um fluido define-se como uma substância que se deforma continuamente quando é submetido a um esforço constante, independente de quão pequeno seja o seu valor. De todas as propriedades dos fluidos é a viscosidade que requer maior atenção no estudo do escoamento de um fluido (HAMINIUK, 2005).

Em função do comportamento reológico viscoso, os fluidos podem ser classificados basicamente em Newtonianos e não-Newtonianos (Figura 3.4).

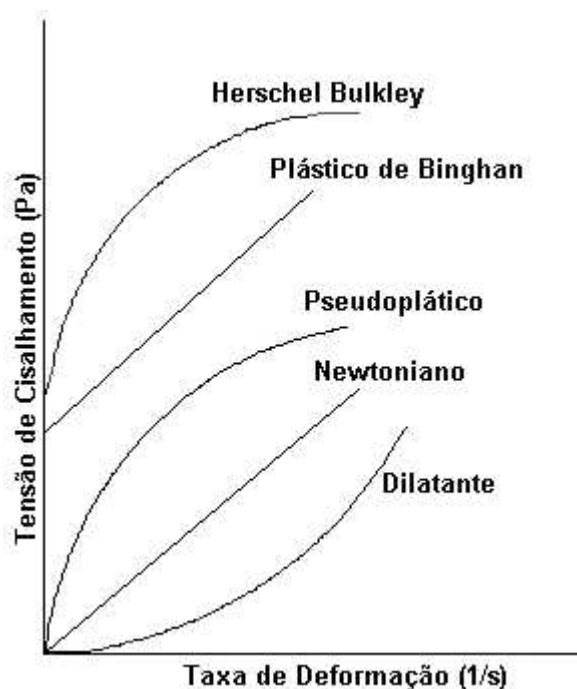


Figura 3.4: Curvas de escoamento típicas de fluidos.

Fluidos newtonianos apresentam viscosidade constante, ou seja, são caracterizados por uma relação linear entre a tensão de cisalhamento (τ) e a taxa de deformação ($\dot{\gamma}$), conforme Equação 3.1, na qual μ é a viscosidade absoluta ou dinâmica (HOLDSWORTH, 1993). Nos fluidos não-newtonianos, a tensão de cisalhamento não é diretamente proporcional à taxa de deformação, ou seja, a viscosidade aparente (μ_a) (Equação 3.2) depende da tensão de cisalhamento (τ) ou do tempo de aplicação do esforço cortante (FOUST et al., 1982).

$$\tau = \mu \cdot \dot{\gamma} \quad (3.1)$$

$$\mu_a = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (3.2)$$

Segundo Queiroz (1998), as referências que tratam da reologia de derivados de frutas estabelecem que a temperatura, a concentração de sólidos solúveis e insolúveis e o teor de pectina são os principais elementos que respondem pelo comportamento reológico destes produtos. As polpas de frutas apresentam um estado desordenado no repouso e quando submetidas a uma

tensão de cisalhamento, suas moléculas ou partículas tendem a orientar-se na direção da força aplicada. Quanto maior essa força, maior será a ordenação e menor a viscosidade aparente. Portanto, as polpas de frutas podem ser classificadas como fluidos pseudoplásticos, uma vez que a viscosidade aparente decresce com o aumento da tensão de cisalhamento (HOLDSWORTH, 1971), conforme já foi demonstrado para polpas de tomate, manga, acerola, cajá, graviola, melão e morango (SHARMA et al., 1996; BHATTACHARYA, 1999; FREITAS, 2002). Os modelos reológicos que geralmente descrevem o comportamento reológico de sucos e polpas de frutas estão presentes na Tabela 3.3.

Tabela 3.3: Modelos reológicos para sucos e polpas de frutas.

Ostwald-de-Waele	$\tau = K \cdot \dot{\gamma}^n$	(3.3)
Herschel-Bulkley	$\tau = \tau_0 + K \cdot \dot{\gamma}^n$	(3.4)
Mizrahi-Berk	$\tau^{0,5} = K_{0M} + K_M \dot{\gamma}^{n_M}$	(3.5)

Onde:

τ = tensão de cisalhamento (N/m² ou Pa)

$\dot{\gamma}$ = taxa de deformação (s⁻¹)

τ_0 = tensão inicial de cisalhamento (N/m² ou Pa)

K = índice de consistência (Pa.sⁿ)

n = índice de comportamento do fluido (adimensional)

K_{0M} = raiz quadrada da tensão inicial de Mizrahi-Berk (Pa^{0,5})

K_M = índice de consistência de Mizrahi-Berk (Pa^{0,5}.sⁿ)

n_M = índice de comportamento do fluido para o modelo de Mizrahi-Berk (adimensional)

3.4 PROCESSOS DE SEPARAÇÃO POR MEMBRANAS

De uma maneira geral, uma membrana é uma barreira seletiva que separa duas fases e que restringe total ou parcialmente o transporte de uma ou várias espécies químicas presentes nas fases (GIRARD e FUKUMOTO, 2000).

Quando o objetivo é a concentração, o retentado será o produto final. Porém, no caso de purificação, tanto o retentado quanto o permeado podem conter o produto desejado, dependendo das impurezas que se quer eliminar (MULDER, 1997).

Foi praticamente na segunda metade do século passado que os processos de separação com membranas saíram da esfera de laboratório para se tornarem operações industriais. Isso aconteceu devido a uma série de vantagens inerentes a esta tecnologia. Algumas dessas vantagens são (CHERYAN, 1998; HABERT et al., 2006):

- Economia de energia: separação de componentes sem que ocorra mudança de fase dos mesmos;
- Seletividade: característica própria da membrana a ser utilizada;
- Separação de compostos termolábeis: processo ocorre à temperatura ambiente ou próxima desta;
- Simplicidade de operação e escalonamento.

Na sua forma mais simples, separação com membranas consiste no bombeamento da solução de alimentação sob pressão através da superfície da membrana, podendo ser realizada em duas configurações: o método estático ou “*dead-end*” (convencional) e a filtração tangencial (Figura 3.5) (CHERYAN, 1998).

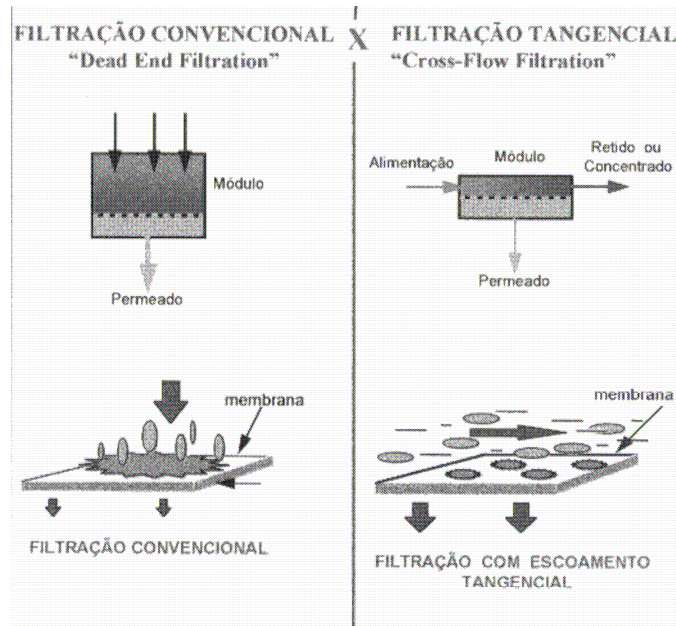


Figura 3.5: Esquema ilustrativo da filtração convencional e filtração tangencial (Fonte: HABERT et al., 1997).

3.4.1 Tipos de Processos

Existem diversos processos que utilizam membranas como barreira de separação (Tabela 3.4). Dentre esses processos, podem ser citados aqueles que utilizam o gradiente de pressão, ΔP , como força motriz (micro, ultra e nanofiltração e osmose reversa) e aqueles que usam outros gradientes como força motriz, que seria o caso da pervaporação (gradiente de pressão parcial dos componentes entre o lado da alimentação e do permeado, ΔP_a), diálise (gradiente de concentração, ΔC), eletrodíálise (gradiente de concentração, ΔC , e potencial elétrico, ΔE), entre outros. Nesse trabalho será dada atenção especial para o primeiro caso, ou seja, processos que utilizam o gradiente de pressão como força motriz.

Tabela 3.4: Processos de separação por membranas (Fonte: HABERT et al., 2006).

Processo	Força motriz	Material retido	Material que permeia
Microfiltração	ΔP (0,5 – 2 atm)	Material em suspensão, bactérias. MM >500 kDa	Água e sólidos dissolvidos
Ultrafiltração	ΔP (1 – 7 atm)	Colóides, macromoléculas. MM >5000 Da	Água, sais solúveis de baixa MM
Nanofiltração	ΔP (5 – 25 atm)	Moléculas de MM média $500 < MM < 2000$ Da	Água, sais e moléculas de baixa MM
Osmose reversa	ΔP (15 – 80 atm)	Todo material solúvel ou em suspensão.	Água
Diálise	ΔC	Moléculas de MM > 5000 Da.	Íons e orgânicos de baixa MM
Eletrodiálise	ΔE	Macromoléculas e compostos não iônicos	Íons
Permeação de gases	ΔP e ΔC	Gás menos permeável	Gás mais permeável
Pervaporação	Pressão de vapor	Líquido menos permeável	Líquido mais permeável

MM: Massa Molecular

3.4.1.1 Microfiltração

A microfiltração é o processo de separação com membranas mais próximo da filtração clássica. Utiliza membranas porosas com poros na faixa entre 0,1 e 10 μm , sendo, portanto, indicada para retenção de materiais em suspensão e emulsões. Como as membranas de microfiltração são relativamente abertas, as pressões empregadas como força motriz para o transporte são pequenas, dificilmente ultrapassando 2 bar. Na microfiltração o solvente e todo o material solúvel permeiam a membrana, enquanto que o material em suspensão é retido (CHERYAN, 1998; HABERT et al., 2006; MULDER, 1997).

Na indústria de alimentos, a microfiltração é comumente utilizada na clarificação e esterilização em substituição à centrifugação e da utilização de altas temperaturas, respectivamente (FILTRATION+SEPARATION, 2004).

3.4.1.2 Ultrafiltração

A ultrafiltração é um processo por membranas utilizado quando se deseja purificar, fracionar ou concentrar soluções contendo macromoléculas (FILTRATION+SEPARATION, 2004). As membranas de ultrafiltração apresentam poros na faixa entre 0,001 a 0,1 μm (BAKER, 2004). Como os poros das membranas de ultrafiltração são menores, uma força motriz maior é necessária. Por este motivo, as diferenças de pressão através da membrana variam na faixa de 2 a 10 bar (HABERT et al., 2006).

3.4.2 Membranas

A caracterização das membranas pode ser feita de acordo com sua estrutura morfológica, natureza (material) e configuração modular.

3.4.2.1 Morfologia

A estrutura da membrana é muito importante para entender os mecanismos de separação e difusão. Basicamente, elas podem ser divididas em duas morfologias: membranas densas e porosas (OSADA e NAKAGAVA, 1992).

As membranas são consideradas densas quando o transporte dos componentes envolve uma etapa de dissolução e difusão através do material que constitui a membrana. A membrana é denominada porosa quando o transporte dos permeantes ocorre preferencialmente em uma fase contínua, que preenche os poros da membrana (HABERT et al., 2006).

Tanto as membranas densas como as porosas podem ser isotrópicas (simétricas) ou anisotrópicas (assimétricas), ou seja, podem ou não apresentar as mesmas características morfológicas ao longo de sua espessura. As membranas anisotrópicas podem ser de dois tipos: integral, constituída por um único material, ou composta, quando cada região da membrana é formada por um material diferente (HABERT et al., 2006).

3.4.2.2 Material

As membranas podem ser classificadas em naturais e sintéticas. O primeiro caso é representado pelas membranas biológicas que desempenham funções fisiológicas nos organismos vivos. As membranas sintéticas, por sua vez, podem ser divididas em orgânicas, em sua grande maioria polímeros (acetato de celulose, poli(sulfona), poli(éter sulfona), poli(acrilonitrila), etc), e inorgânicas, como metálicas e cerâmicas (BAKER, 2004; CHERYAN, 1998; HABERT et al., 2006; MULDER, 1997).

A escolha do material da membrana é determinada, principalmente, em função da sua resistência à pressão, à temperatura, ao pH e compatibilidade química. Muitos estudos têm demonstrado que o material da membrana pode ter algumas influências sobre o processo de micro e ultrafiltração (GIRARD e FUKUMOTO, 2000).

3.4.2.3 Configuração

Diversas configurações de membranas (tubular, quadro e placa, fibra oca ou “*hollow fiber*” e espiral) têm sido utilizadas na indústria de alimentos há vários anos (FILTRATION+SEPARATION, 2004). Segundo Rautenbach e Albrecht (1989) as diferentes configurações devem atender características de interesse, tais como: alta razão de área de permeação por volume ocupado, baixo custo de fabricação, facilidade de operação e de limpeza, além da possibilidade e facilidade de substituição da membrana.

O módulo tubular geralmente está limitado a aplicações envolvendo ultrafiltração. Tipicamente, as membranas tubulares consistem de um filme de solução polimérica depositado sobre a superfície de um tubo poroso, que pode ser de material cerâmico ou um tipo de papel poroso (BAKER, 2004). A vantagem dessa membrana é o fácil ajuste da velocidade da alimentação e limpeza mecânica da incrustação formada (OSADA e NAKAGAWA, 1992).

No módulo de quadros e placas, as membranas planas são dispostas alternadamente entre cada placa, separadas por um quadro, formando canais

retangulares por onde o fluido passa. A alimentação é forçada a atravessar a superfície das membranas e o permeado é coletado em uma linha central de coleta (BAKER, 2004; MULDER, 1997). Essa configuração resulta em maior área por unidade de volume que o sistema tubular (OSADA e NAKAGAWA, 1992).

O modo espiral consiste, simplesmente, de uma série de espaçadores e membranas enroladas ao redor de um tubo central de coleta do permeado (BAKER, 2004). Esse módulo tem uma grande área de membrana por unidade de volume, porém, sofre muito com a formação da incrustação (OSADA e NAKAGAWA, 1992).

A configuração tipo fibra oca consiste de um grande número de capilares, com diâmetro de 0,5 a 1,5 mm, resultando em uma grande área de membrana por unidade de volume (OSADA e NAKAGAWA, 1992).

3.4.3 Parâmetros de Processo e Desempenho da Membrana

O desempenho ou eficiência de uma membrana é determinado por dois parâmetros: o fluxo através da membrana e a sua capacidade de retenção a um ou mais componentes (MULDER, 1997). O fluxo (J) é definido como o volume ou massa que atravessa a membrana por unidade de área e tempo (Equação 3.6):

$$J = \frac{m_p}{A_p \cdot t} \quad (3.6)$$

onde, m_p é a massa de permeado obtido no tempo t e A_p é a área de permeação.

Para se avaliar o grau de retenção de um componente pela membrana, utiliza-se o coeficiente de retenção (R), definido pela Equação 3.7:

$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_R} \right) * 100 \quad (3.7)$$

na qual, C_p e C_R são, respectivamente, a concentração de soluto no permeado e no retentado.

Em processos que utilizam membranas porosas a capacidade de retenção está diretamente associada à relação entre o tamanho das espécies presentes e o tamanho dos poros da membrana. No caso de processos que empregam membranas densas, compostas ou não, a capacidade seletiva depende da afinidade das diferentes espécies com o material da membrana e a difusão das mesmas através do filme polimérico (HABERT et al., 2006).

Outros parâmetros de controle também são importantes. Entre eles, a pressão transmembrana (P_T), o fator de concentração, a velocidade tangencial e a temperatura.

O gradiente de pressão entre os lados do retentado e do permeado é denominado pressão transmembrana (Equação 3.8):

$$P_T = P_R - P_P \quad (3.8)$$

onde, P_R e P_P são, respectivamente, as pressões nas correntes do retentado e do permeado.

Geralmente, o gradiente de pressão entre a corrente de retentado e de permeado varia ao longo do comprimento da membrana. Assim, o valor da pressão transmembrana é calculado pela média aritmética dos gradientes de pressão na entrada e na saída da membrana. Se a saída do permeado for aberta para o ambiente, a pressão manométrica P_P é nula e a pressão transmembrana é determinada de acordo com a Equação 3.9:

$$P_T = \frac{P_e + P_s}{2} \quad (3.9)$$

na qual, P_e e P_s são, respectivamente, as pressões de entrada e de saída da membrana no lado do retentado.

Para fluidos que não contêm muitos componentes causadores da incrustação, altas pressões podem aumentar o fluxo de permeado, pois a força motriz será maior. Porém, nos casos nos quais a camada polarizada e a incrustação se formam com facilidade, o aumento na pressão resulta na compactação das partículas sobre a superfície da membrana, levando a um

declínio do fluxo (PORTER, 1990). O aumento da pressão transmembrana tende a aumentar o fluxo até a consolidação da camada polarizada, após a qual o fluxo se torna independente da pressão, apenas aumentando a espessura ou a densidade da camada (CHERYAN, 1998).

Quando a concentração na alimentação aumenta, aproximando-se da concentração da camada polarizada, o fluxo de permeado tende a zero, pois quanto menor o gradiente de concentração na camada limite, menor a transferência de massa. A concentração também influencia nas características do fluido, como a viscosidade e a densidade, que por sua vez afetam o fluxo (CHERYAN, 1998).

O fator de concentração (FC) é a razão da massa inicial da alimentação (m_{alim}) pela massa de retentado ($m_{\text{retentado}}$) (Equação 3.10):

$$FC = \frac{m_{\text{alim}}}{m_{\text{retentado}}} \quad (3.10)$$

O acréscimo da velocidade tangencial provoca um aumento do fluxo de permeado, devido à turbulência causada na superfície da membrana. Essa turbulência promove o arraste de partículas retidas, diminuindo a espessura da camada polarizada e prevenindo a incrustação (DORNIER, et al., 1984; PORTER, 1990).

O aumento da temperatura diminui a viscosidade do fluido e aumenta a difusividade, melhorando o fluxo de permeado. Entretanto, em temperaturas muito altas, pode haver precipitação de sais na superfície da membrana, intensificando a incrustação e, conseqüentemente, levando à diminuição do fluxo (CHERYAN, 1998; JIRARATANANON e CHANACHAI, 1996).

3.4.4 Fluxo de Permeado

Existem três fatores que estão diretamente relacionados ao fluxo de permeado: polarização da concentração, camada polarizada e incrustação. A polarização da concentração é caracterizada por um perfil de concentração dos

solutos que se forma sobre a superfície da membrana, enquanto que a camada polarizada ocorre quando a concentração de solutos na interface aumenta a ponto de depositar uma camada na superfície da membrana (CHERYAN, 1998). A incrustação, por sua vez, é decorrente da adsorção das moléculas de soluto na superfície da membrana e entupimento de poros por moléculas ou partículas em suspensão (HABERT et al., 2006).

O principal fator que limita o uso de membranas em larga escala é a diminuição do fluxo de permeado com o tempo, devido à formação da camada polarizada, da polarização da concentração e da incrustação (CHERYAN, 1998). A queda do fluxo de permeado com o tempo é um problema inevitável e ocorre em três estágios. No primeiro estágio, que ocorre logo nos minutos iniciais, há uma rápida diminuição no fluxo, causada pela polarização da concentração. O segundo estágio, que é uma etapa intermediária, se deve à formação da camada polarizada e da incrustação. Por fim, tem-se a consolidação da incrustação no terceiro estágio, caracterizada por um declínio contínuo e lento do fluxo (MARSHALL e DAUFIN, 1995).

Deve ser salientado que os fenômenos da polarização da concentração e camada polarizada são reversíveis, ou seja, uma vez terminada a operação e a limpeza da membrana a permeabilidade ao solvente puro é recuperada. Já a incrustação é considerada total ou parcialmente irreversível (HABERT et al., 2006).

3.4.5 Modelos Matemáticos

3.4.5.1 Modelo da Renovação da Superfície

Diversos modelos matemáticos foram propostos para descrever a curva do fluxo de permeado, sendo a maior parte deles semi-empíricos. Modelos exponenciais freqüentemente ajustam razoavelmente bem os resultados experimentais (GIRARD e FUKUMOTO, 2000).

A Equação 3.11 mostra um modelo proposto a partir da teoria de renovação de superfície, onde o fluxo é representado como uma função do tempo, considerando fator de concentração constante:

$$J = J_F + (J_0 - J_F)e^{(-\lambda.t)} \quad (3.11)$$

na qual, J_0 e J_F são, respectivamente, os fluxos inicial e final de permeado, λ é a taxa de declínio do fluxo e t é o tempo.

Esse modelo se ajusta razoavelmente bem aos dados experimentais de fluxo segundo alguns trabalhos realizados com sucos de abacaxi (BARROS et al., 2003) e tamarindo (WATANABE et al., 2006).

Segundo Girard e Fukumoto (2000), quando o fator de concentração é variável com o tempo, pode-se expressar o fluxo como uma função desse fator, conforme mostra a Equação 3.12:

$$J = J_0 - B.\ln(FC) \quad (3.12)$$

na qual, J_0 é o fluxo inicial de permeado, B é uma constante que depende do sistema, condições de operação e propriedades do suco e FC é o fator de concentração.

3.4.5.2 Modelo de Hermia (1982)

Nas últimas décadas tem surgido um grande número de estudos focados no efeito de parâmetros de operação no declínio do fluxo de permeado e no mecanismo de formação da incrustação. Atualmente, a quantificação do efeito dos parâmetros básicos (velocidade tangencial, pressão transmembrana, massa molecular do soluto, etc) sobre a incrustação da membrana em processos de separação com membranas não é completamente compreendida. Dessa forma, não existe um modelo completamente teórico que consiga descrever quantitativamente a dinâmica desses processos muito acuradamente e que possa ser usado por engenheiros no desenvolvimento, simulação e operação de processos (VELA et al., 2008).

Modelos empíricos são muito precisos, no entanto, eles não podem explicar adequadamente o mecanismo da incrustação envolvido nos processos com membranas. Modelos completamente teóricos podem contribuir para o entendimento desse fenômeno. Porém, alguns desses modelos falham na acuracidade para predizer o declínio do fluxo de permeado sem usar dados experimentais para estimar alguns parâmetros do modelo. Sendo assim, modelos semi-empíricos nos quais os parâmetros têm um significado físico são uma boa solução para encontrar uma predição acurada da queda do fluxo de permeado em processos com membranas e explicar o mecanismo de incrustação ao mesmo tempo. Exemplo para esses modelos é o modelo de Hermia (1982).

Hermia (1982) desenvolveu quatro modelos que correspondem a quatro tipos básicos de incrustação: bloqueio completo, bloqueio padrão, bloqueio intermediário e formação da camada polarizada. Os parâmetros considerados por esse modelo têm um significado físico e contribuem para a compreensão dos mecanismos de incrustação da membrana.

Esses modelos foram desenvolvidos para aplicação à filtração perpendicular de fluidos não newtonianos, que obedecem à Lei da Potência. Além disso, são baseados em leis de filtração com pressão constante.

$$\frac{d^2t}{dV^2} = K' \left(\frac{dt}{dV} \right)^n \quad (3.13)$$

O parâmetro 'n' admite diferentes valores para cada tipo de incrustação, conforme ilustrado na Figura 3.6.

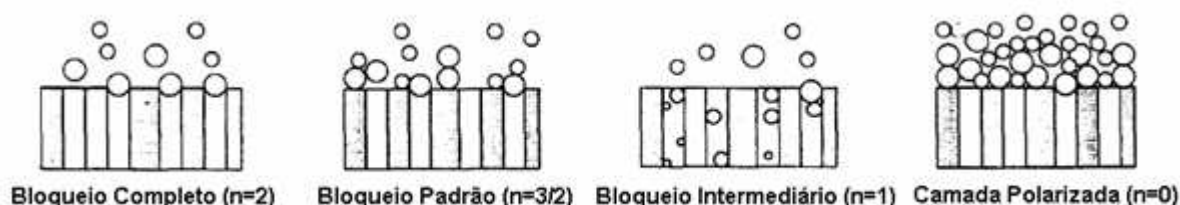


Figura 3.6: Ilustração dos mecanismos de incrustação (Fonte: KOLTUNIEWICZ e FIELD, 1996).

Bloqueio completo (n=2)

De acordo com esse modelo, todas as moléculas que atingem a superfície da membrana bloqueiam completamente a entrada dos poros da membrana. Além disso, uma molécula nunca se sedimenta sobre outra molécula que tenha se depositado sobre a membrana previamente. Considerando essas duas hipóteses, Hermia (1982) concluiu que 'n' era igual a 2 nesse caso. Para n=2, a Equação 3.13 linearizada e expressa em termos de fluxo de permeado *versus* tempo resulta na Equação 3.14:

$$\ln J = \ln J_0 - K_c t \quad (3.14)$$

O parâmetro K_c pode ser expresso como uma função da superfície da membrana bloqueada por unidade de volume total que permeia através da membrana (K_A) e como uma função do fluxo de permeado inicial (J_0) de acordo com a Equação 3.15:

$$K_c = K_A J_0 \quad (3.15)$$

Esse tipo de incrustação ocorre quando o tamanho das moléculas de soluto é maior que o tamanho dos poros da membrana.

Bloqueio intermediário (n=1)

Assim como o modelo para bloqueio completo, esse modelo considera que, quando uma molécula se aproxima de um poro aberto, a molécula bloqueia o poro. O modelo do bloqueio intermediário é menos restrito porque considera que algumas moléculas podem se depositar sobre outras previamente depositadas. Isso significa que nem toda molécula que se aproxima da membrana irá bloquear algum poro. Considerando essas hipóteses, Hermia (1982) concluiu que nesse caso 'n' era igual a 1.

A linearização da Equação 3.13 para n=1 e expressa em termos de fluxo de permeado como uma função do tempo resulta a Equação 3.16:

$$\frac{1}{J} = \frac{1}{J_0} + K_i t \quad (3.16)$$

O parâmetro K_i pode ser expresso como uma função da superfície bloqueada da membrana por unidade do volume total que permeia através da membrana, K_A (Equação 3.17). A superfície da membrana que não está bloqueada diminui com o tempo. Conseqüentemente, a probabilidade de uma molécula bloquear o poro da membrana continuamente diminui com o tempo.

$$K_i = K_A \quad (3.17)$$

O bloqueio intermediário ocorre quando o tamanho das moléculas de soluto é similar ao tamanho dos poros da membrana.

Bloqueio padrão ($n=3/2$)

Esse modelo considera que as moléculas se depositam sobre as paredes dos poros, de forma que o volume desses diminui proporcionalmente com o volume de permeado, ou seja, a seção transversal dos poros diminui com o tempo. Para esse modelo, o fluxo de permeado como uma função do tempo é dada pela forma linearizada apresentada na Equação 3.18:

$$\frac{1}{J^{1/2}} = \frac{1}{J_0^{1/2}} + K_s t \quad (3.18)$$

O parâmetro K_s é definido pela Equação 3.19, na qual A e A_0 representam, respectivamente, a área da membrana e a área da superfície dos poros:

$$K_s = 2 \frac{K_B}{A_0} A J_0^{1/2} \quad (3.19)$$

Esse tipo de incrustação é causado pelas moléculas menores que o tamanho dos poros da membrana e o entupimento ocorre devido à adsorção dessas moléculas nas paredes dos poros.

Formação da camada polarizada ($n=0$)

Nesse caso, a camada polarizada se forma sobre a superfície da membrana. Assim como no caso do modelo para bloqueio total, as moléculas de soluto são maiores que os poros das membranas e não penetram neles. No

entanto, a concentração das moléculas de soluto é alta e elas podem se depositar sobre a superfície da membrana e sobre a própria camada de sólidos previamente depositada. A equação linearizada para fluxo de permeado com o tempo está apresentada na Equação 3.20:

$$\frac{1}{J^2} = \frac{1}{J_0^2} + K_{gl}t \quad (3.20)$$

O parâmetro K_{gl} é dado pela Equação 3.21, na qual R_P e R_M representam as resistências da camada polarizada e da membrana, respectivamente:

$$K_{gl} = \frac{2R_P K_D}{J_0 R_M} \quad (3.21)$$

Usualmente, apenas um desses mecanismos de bloqueio é assumido a fim de analisar os resultados experimentais, sendo que, freqüentemente, os modelos de bloqueio padrão e da camada polarizada são os mais utilizados. No entanto, parece ser razoável esperar que, em um experimento de completa filtração, um processo complexo de declínio de permeado deva estar presente de tal forma que todos ou alguns desses modelos de processo de bloqueio podem atuar sucessivamente (BOWEN et al., 1995).

3.4.5.3 Modelo das Resistências

Além dos modelos descritos, existe o modelo das resistências em série que relaciona o fluxo de permeado com a força motriz aplicada (pressão transmembrana) (CHERYAN, 1998). A consequência da polarização da concentração, da camada polarizada e da incrustação é a queda no valor do fluxo de permeado em relação ao valor obtido com o solvente puro, ou seja, esses fatores representam resistências adicionais à transferência de massa através da membrana (HABERT et al., 2006). A cinética relativamente lenta dos fenômenos que provocam a incrustação justifica a demora para se atingir um possível estado estacionário (fluxo constante).

O modelo de fluxo de um solvente puro baseado na lei de Hagen-Poiseuille pode ser descrito conforme a Equação 3.22.

$$J = \frac{\varepsilon \cdot d_p^2 \cdot P_T}{32 \cdot \Delta x \cdot \mu} \quad (3.22)$$

na qual ε é a porosidade da superfície da membrana, d_p é o diâmetro médio de poro, P_T é a pressão transmembrana, Δx é a espessura da película da membrana e μ é a viscosidade do solvente (permeado).

Cheryan (1998) reescreve esta equação para ajustar ao conceito de resistências em série, obtendo a Equação 3.23:

$$J = \frac{P_T}{\mu R_T} \quad (3.23)$$

na qual o termo R_T é a resistência total ao fluxo de permeado.

Utilizando a água como alimentação e considerando R_T como sendo a resistência da membrana (R_M), tem-se a Equação 3.24:

$$J_w = \frac{P_T}{\mu_w \cdot R_M} \quad (3.24)$$

na qual o índice “w” refere-se à água.

Ao operar com uma solução multi-componente, torna-se necessária a adição de um termo de resistência causada pelo acúmulo e deposição de solutos. Sendo assim, na Equação 3.24 serão adicionadas uma resistência devida à polarização da concentração e à camada polarizada (R_P) e outra devida à incrustação (R_F), resultando na Equação 3.25:

$$J = \frac{P_T}{\mu \cdot (R_M + R_F + R_P)} \quad (3.25)$$

na qual J e μ são referentes ao permeado.

A resistência devida à incrustação (Equação 3.26) é determinada utilizando o fluxo de água filtrada que passa pela membrana após o processo de retirada da camada polarizada por meio de enxágüe (J_w').

$$R_F = \frac{P_T}{\mu_w \cdot J_w'} - R_M \quad (3.26)$$

Denominando a soma das resistências como uma única resistência total (R_T) tem-se a Equação 3.27:

$$R_T = R_M + R_F + R_P \quad (3.27)$$

3.5 PROCESSOS DE MEMBRANAS NA TECNOLOGIA DE SUCOS

Atualmente, processos com membranas estão presentes em diversos setores produtivos, visto que o processo de separação não envolve grandes variações de temperatura e trocas de fases ou o uso de agentes químicos. A tecnologia de membranas para processamento de sucos de frutas bebidas tem sido aplicada, principalmente, para clarificação usando micro e ultrafiltração e para concentração usando osmose reversa (FUKUMOTO e GIRARD, 2000). Matta et al. (2004), referindo-se ao processamento industrial, afirmam que esta tecnologia é utilizada principalmente para a clarificação de sucos de laranja e maçã.

Uma grande variedade de novos produtos, baseados em sucos de frutas clarificados, tais como bebidas suaves, coquetéis de frutas, águas naturalmente aromatizadas, bebidas alcoólicas, chás gelados com suco clarificado, entre outros, tem surgido no mercado. Para esses produtos, transparência e homogeneidade são duas características essenciais, as quais podem ser apenas obtidas a partir da completa remoção dos sólidos suspensos (VAILLANT et al., 1999). A introdução dessa tecnologia no processamento de sucos representa uma das respostas tecnológicas ao problema da produção de sucos com elevada qualidade sensorial e nutricional (CASSANO et al., 2007).

Carvalho et al. (1998) realizaram a formulação de bebida carbonatada de abacaxi com permeado obtido da ultra e microfiltração. Os autores utilizaram três membranas (polissulfona de 50 kDa, α -alumina de 50 kDa e α -alumina de 0,22 μ m). Esses autores obtiveram maior fluxo (52 L/m²h) e maior permeação de componentes no suco clarificado utilizando a membrana de α -alumina de 0,22 μ m. Quanto às bebidas formuladas, a análise sensorial indicou que os provadores não conseguiram detectar diferença entre as formulações que utilizaram permeados obtidos das diferentes membranas ($p \leq 0,05$).

Um repositório hidroeletrólítico foi formulado à base de sucos clarificados de acerola e caju no trabalho de Wolkoff (2004). A polpa de acerola foi tratada enzimaticamente utilizando 100 ppm de enzima Pectinex Ultra SP-L por 30 min à 35°C. Os sucos foram obtidos por microfiltração, utilizando uma membrana tubular de polietersulfona de 0,3 µm. Houve pequena perda de ácido ascórbico (de 0 a 13%) e os produtos se mostraram dentro dos padrões microbiológicos exigidos pela legislação brasileira e houve boa aceitabilidade dos produtos (de 82 a 91%).

A micro e ultrafiltração são particularmente indicadas na separação de sólidos suspensos em líquidos e tem substituído o uso de filtros auxiliares, isto é, terra diatomácea e filtros de papel, para clarificação de sucos de frutas e vinhos (HERNANDEZ et al., 1992). A eliminação destes filtros ou a eliminação dos agentes de refino, como gelatina ou bentonite, reduz custos e evita problemas com tratamento de efluentes, segundo Cheryan (1998), que comparou o processo convencional de clarificação com a ultrafiltração para suco de maçã (Figura 3.7).

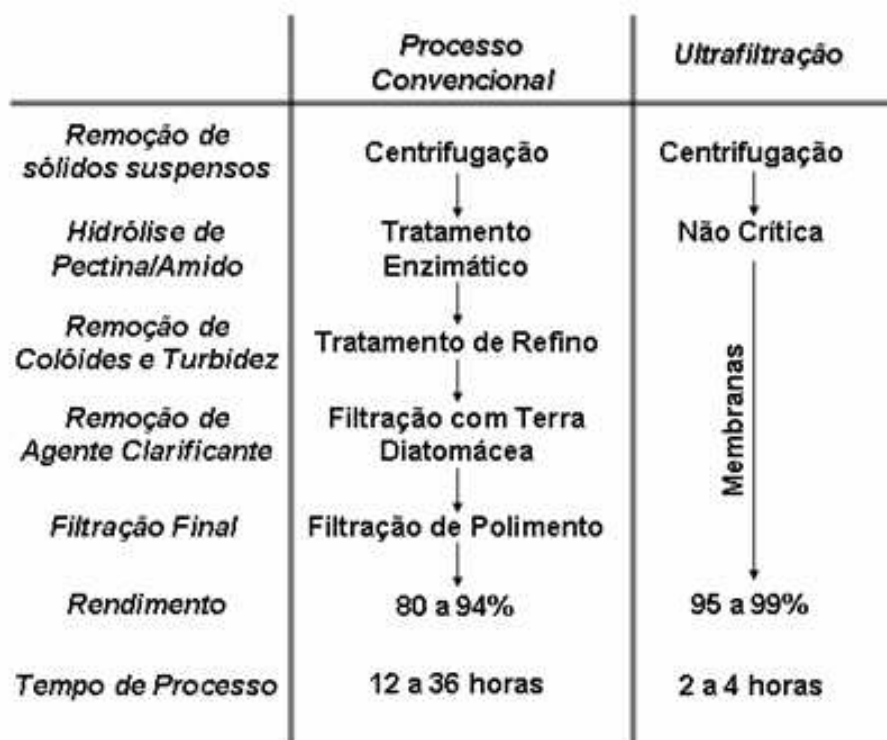


Figura 3.7: Clarificação de suco de maçã convencional *versus* ultrafiltração (Fonte: CHERYAN, 1998).

Além da clarificação, as membranas podem ser utilizadas no processamento de sucos de frutas para concentração, empregando a osmose inversa e para desacidificação e descoloração, pela nanofiltração (CHERYAN, 1998; GIRARD e FUKUMOTO, 2000).

No estudo realizado por Cassano et al. (2003), sucos de cenoura, laranja e limão foram submetidos a um processo integrado de membranas que utilizou ultrafiltração, osmose inversa e destilação osmótica para concentração. A ultrafiltração em membrana de 15 kDa foi utilizada para clarificação dos sucos de concentração inicial entre 6 e 12 °Brix, obtendo-se fluxos iniciais de 15 a 25 L/m²h. O permeado foi pré-concentrado por osmose inversa atingindo-se concentração de 15 a 20 °Brix. A destilação osmótica, por fim, concentrou o retentado obtido na osmose inversa, obtendo-se valores de 60 a 63 °Brix.

Tanada (1996) eliminou a enzima polifenoloxidase do extrato de banana por ultrafiltração e concentrou-o posteriormente por osmose inversa. A ultrafiltração foi realizada com membrana de polissulfona de 20 kDa. Os fluxos iniciais foram próximos de 7 L/m²h, valor baixo devido à alta viscosidade do extrato de banana. A osmose inversa resultou em fluxo de até 28 L/m²h e concentração de suco de 31 °Brix. Com o extrato, produziu-se um licor, que teve aprovação de 74% dos provadores na análise sensorial.

Pigmentos naturais de extrato de casca de uva (antocianinas) e suco de beterraba (betanina) foram concentrados por ultrafiltração, utilizando membranas de acetato de celulose, em trabalho realizado por Philip (1984). Para o extrato de casca de uva, o autor obteve fluxo médio de 8,1 e 3,8 L/m²h e retenção de 98 e 99% de antocianina em membranas de 1000 e 500 Da, respectivamente. Já para o suco de beterraba, obtiveram-se fluxos de até 8,3 e 4,5 L/m²h e retenção de até 85 e 99% de betanina, utilizando as mesmas membranas.

Industrialmente, um dos principais fatores que eleva o custo dos processos de clarificação de sucos utilizando membranas está associado aos baixos rendimentos de fluxo que podem ser encontrados. Para suco de maracujá, por exemplo, a FC 4, o custo do suco representa 80 a 90% do custo total, sendo que

30 a 40% desse valor correspondem aos 25% do suco inicial que é transformado em retentado de baixo valor. Para suco de manga, isso é mais crítico, visto que o fator de concentração ótimo levando em consideração os custos do processo seria de 2. Uma alternativa para redução dos custos finais para clarificação de sucos seria dar ao retentado valor econômico relativamente suficiente ou igual aos sucos crus (VAILLANT et al., 2001).

O número de trabalhos realizados utilizando a tecnologia de membranas aplicada a sucos de frutas ainda é reduzido, comparando a imensa variedade de frutas, tipos de membranas e condições de processos. Muitas frutas brasileiras têm grande potencial de mercado, tornando-se interessante o estudo de processos que lhes agreguem valor e/ou que permitam sua aplicação em novos produtos. Dentre os estudos aplicando processos de separação com membranas na clarificação de sucos, a maioria tem avaliado o efeito da temperatura, velocidade tangencial e pressão transmembrana nos processos de micro e ultrafiltração. Alguns desses estudos estão apresentados na Tabela 3.5. As condições ótimas encontradas em cada caso são dependentes do processamento do suco, equipamento utilizado e procedimento de operação.

3.5.1 Tratamento Enzimático

A celulose é uma cadeia de massa molecular elevada, linear e insolúvel, formada, principalmente, por moléculas de D-glicose. É o principal material constituinte da parede celular das plantas (FENNEMA, 1993).

As pectinas são cadeias de ácido D-galacturônico com número de metoxilas esterificadas e grau de neutralização variáveis. Elas são encontradas, principalmente, em tecidos menos rígidos de vegetais. Durante o processamento de sucos, a pectina resulta em aumento da viscosidade, dificuldade na filtração e clarificação e baixo rendimento (MAHLER, 1997).

Um dos maiores problemas encontrados na preparação de sucos de frutas é a turbidez devido à presença de pectinas. Em processos de filtração com membranas, a presença de pectina pode causar a incrustação e,

conseqüentemente, a diminuição do fluxo de permeado (RAI et al., 2004; ABDULLAH et al., 2007).

Tabela 3.5: Parâmetros de operação já estudados que resultaram em melhor fluxo de permeado para processamento de sucos utilizando micro e ultrafiltração.

Suco	Membrana	P _T	CFV	T	J	Referência
Abacaxi	Membrana cerâmica tubular de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$	4	4,2 m/s	50	118	BARROS, et al., 2003
Abacaxi	Membrana de fibra oca de polissulfona 100 kDa	2	1,2 m/s	40	43,33	BARROS, et al., 2003
Cana de açúcar	Membrana cerâmica assimétrica, tubular, 1,4 μm .	1,5	6 m/s	80	80	DORNIER et al., 1984
Kiwi (UF)	Membrana tubular de polifluoreto de vinilideno 15 kDa	0,9	700 L/h	25	9	CASSANO et al., 2007
Maçã	Membrana de óxido de zircônio com suporte de carbono, 15 kDa	4	2 m/s	50	-	BRUIJN et al., 2002
Maracujá (UF)	Membrana de fibra oca de polissulfona 30 kDa	1,17	72 L/h	40	-	JIRARATANANON e CHANACHAI, 1996
Tamarindo (MF)	Membrana tubular de polipropileno 0,2 μm	1,1	6 m/s	35	110,5*	WATANABE et al., 2006
Tangerina	Membrana plana de polissulfona 0,1 μm	1,94	3,5 m/s	25	72	CHAMCHONG e NOOMHORM, 1991
Umbu	Membrana de polipropileno 0,2 μm	0,5	6 m/s	35	72*	USHIKUBO et al., 2007

Todos os resultados acima são referentes a processos sem tratamento enzimático.

P_T: Pressão transmembrana (bar); CFV: velocidade tangencial (m/s) ou vazão (L/h); T: Temperatura (°C); J: fluxo médio de permeado (L/m²h).

* Valores referentes ao fluxo final

O comportamento da incrustação nos processos de clarificação de sucos com membranas depende da variedade e estágio de maturação das frutas utilizadas, assim como do método de extração. Porém, a estrutura e a interação dos componentes tais como pectina, compostos fenólicos, proteínas e fibras são quem controlam a filtrabilidade do suco (GIRARD e FUKUMOTO, 2000). A morfologia da camada polarizada e, conseqüentemente, do fluxo de permeado, podem ser drasticamente alterados pela manipulação das interações entre pectina, taninos e proteínas (RIEDL et al., 1998).

A utilização de enzimas em polpas de frutas diminui significativamente a viscosidade, principalmente, pela quebra das moléculas de pectina e pela redução do tamanho das partículas de fibras contidas na polpa. Sabe-se que quanto menor a viscosidade do fluido, menor é a perda de carga durante o escoamento, diminuindo custos de potência com bombeamento e, conseqüentemente, diminuindo os custos energéticos.

Existem trabalhos aplicando tanto enzimas com atividade pectinolítica quanto com atividade celulolítica, sendo que o primeiro grupo tem maior destaque em processos de clarificação de sucos. A Tabela 3.6 apresenta estudos realizados utilizando a metodologia de superfície de resposta para determinação das condições ótimas do tratamento enzimático utilizando pectinases. Outros estudos comprovaram a efetividade da utilização de enzimas pectinolíticas na diminuição da viscosidade e da incrustação formada sobre a membrana em suco de acerola (MATTA et al., 2004), caju (CIANCI, et al., 2005), goiaba (CLARETO, 2007), umbu (USHIKUBO et al., 2007), tangerina (CHAMCHONG e NOOMHORM, 1991), entre outros.

Vaillant et al. (2005) estudaram o processo de clarificação de suco de melão utilizando celulase como pré-tratamento da polpa obtida após maceração das frutas, enquanto que Lukanin et al. (2003) observaram que a aplicação de protease reduziu os biopolímeros presentes no suco de maçã, melhorando o processo de concentração do suco por destilação com membranas.

Tabela 3.6: Tratamento enzimático utilizando pectinase em diferentes sucos de frutas: condições avaliadas e resultados obtidos.

		Condições avaliadas				Referência
Fruta	Enzima	Conc. (%)	t (min)	T (°C)	Condição Ótima	
Banana (<i>Musa sapientum</i> cv Berangan)	Pectinex Ultra SP-L	0,01	30	30	0,084%	LEE et al., 2006
		a	a	a	43,2°C	
		0,1	120	50	80min	
Carambola (<i>Carambola avertroa</i> L.)	Pectinex Ultra SP-L	0,01	20	30	0,1%	ABDULLAH et al., 2007
		a	a	a	30°C	
		0,1	100	50	20min	
Laranja doce (<i>Citrus sinensis</i> L.)	Pectinase	0,0004	40	32	0,0004%	RAI et al., 2004
		a	a	a	41,9°C	
		0,014	141	49	99,3min	
Sapoti (<i>Achras sapota</i>)	Pectinex 3X L	0,03	30	30	0,1%	SIN et al., 2006
		a	a	a	40°C	
		0,1	120	50	120min	

Até então, não foi encontrado nenhum trabalho na literatura que reporte a aplicação da metodologia de superfície de resposta para determinação das condições ótimas de aplicação de celulases.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 MATERIAL

4.1.1 Matéria-Prima e Preparação do Suco

Foram utilizados, aproximadamente, 20 kg de polpa de pitanga congelada da marca De Marchi, pertencentes ao mesmo lote, a fim de reduzir a influência das variações da composição nos resultados decorrentes do estágio de maturação das frutas, conforme relatam Lima et al. (2002) e Cavalcante (1991).

Para os experimentos, a polpa foi descongelada, homogeneizada, diluída na proporção de uma parte de polpa para duas partes de água, em massa, conforme sugestão do fabricante para obtenção de suco ideal para consumo. Posteriormente o suco foi separado em porções individuais de massa variada de acordo com o experimento para o qual ele destinava-se e as porções foram congeladas novamente.

4.1.2 Enzimas

Nesse trabalho foram utilizadas três enzimas: pectinase (Pectinex Ultra SP-L), celulase (Cellubrix-L) e protease (Brazzin 400). A Pectinex Ultra SP-L e a Cellubrix-L são produzidas comercialmente a partir dos microrganismos *Aspergillus aculeatus* e *Trichoderma reesei*, respectivamente. Ambas as enzimas foram fornecidas pela empresa Novozymes (Bagsvaerd, Dinamarca) e são utilizadas na indústria de alimentos durante o processamento de suco de frutas para reduzir sua viscosidade e/ou auxiliar a etapa de clarificação. Suas temperaturas ótimas estão entre 25 e 55°C, sendo que a 80°C durante 5 minutos elas sofrem inativação. A protease utilizada foi fornecida pela Prozyn (São Paulo, Brasil). Essa enzima é comercialmente extraída do látex do mamão papaia. Ela é usada em cervejarias, na fabricação de temperos prontos e em hidrólise de proteínas de origem animal e vegetal. Ela atua em um pH entre 3,5 e 9,0, com um

ótimo entre 5,0 e 7,0. A temperatura ótima está entre 65 e 80°C, sendo que o aquecimento a 90°C por 30 minutos inativa totalmente a enzima.

Apenas a pectinase e a celulase foram utilizadas para avaliar a influência do tratamento enzimático na viscosidade do suco de pitanga. Além disso, foi estudada a aplicação de todas as enzimas como pré-tratamento para a clarificação do suco.

4.1.3 Membranas

Foram utilizadas quatro membranas planas poliméricas da marca comercial Microdyn-Nadir (Wiesbaden, Alemanha) de diferentes materiais e massas moleculares de corte (MWCO). A Tabela 4.1 apresenta as principais características de fabricação, como material, massa molecular de corte, faixa de pH e temperatura de processo das membranas utilizadas.

Tabela 4.1: Características de fabricação das membranas utilizadas.

Material	Código	Massa Molecular de Corte/ Diâmetro de Poro	pH	Temperatura
PVDF	UV150P	150 kDa	2 a 11	Até 95°C
PES	UP150T	150 kDa	0 a 14	Até 95°C
CEL	UC030	30 kDa	1 a 11	5 a 55°C
PVDF	MV020T	500 kDa / 0,2 μ m	2 a 11	Até 95°C

PVDF = Polifluoreto de vinilideno, PES = Polietersulfona, CEL = Celulose

Através da Tabela 4.1 observa-se que as membranas são constituídas de polímeros sintéticos (CEL, PES e PVDF). A utilização desses polímeros já está estabelecida em processos industriais de separação por membranas (ULBRICHT, 2006). As principais diferenças apresentadas por estes materiais estão relacionadas aos valores limites de pH e temperaturas de processo. Todas as membranas suportam variação alta de pH, especialmente as de PES, que suportam valores de pH de 0 a 14.

4.1.4 Equipamentos

Foram utilizados dois equipamentos para realização dos ensaios de micro e ultrafiltração: uma célula de laboratório e uma planta piloto.

4.1.4.1 Célula de Laboratório

A célula de laboratório é construída em aço inox AISI 304 sob medida e constituída de um cilindro encamisado de diâmetro externo de 13 cm e comprimento de 27 cm, tendo capacidade para 800 mL de amostra e suportando até 40 bar (Figura 4.1).



Figura 4.1: Célula de laboratório.

Na parte inferior deste cilindro há uma base e uma saída de permeado. Sobre a base é montado um suporte que serve de apoio ao disco de membrana, sobre a qual existe outro suporte para o agitador magnético. O agitador magnético promove a agitação da alimentação, com o intuito de aumentar o fluxo de permeado, diminuindo o efeito da resistência devido à camada polarizada que se forma sobre a membrana. Anéis de vedação (padrão sanitário) impedem o vazamento entre as partes. Na tampa superior do equipamento existe a entrada de gás nitrogênio que é utilizado para criar a pressão no interior da célula gerando

a força motriz do processo (Figura 4.2). A temperatura é controlada por meio da circulação de água na temperatura adequada do processo na camisa do equipamento, através de um banho termostático (Nova Técnica, Piracicaba, SP).

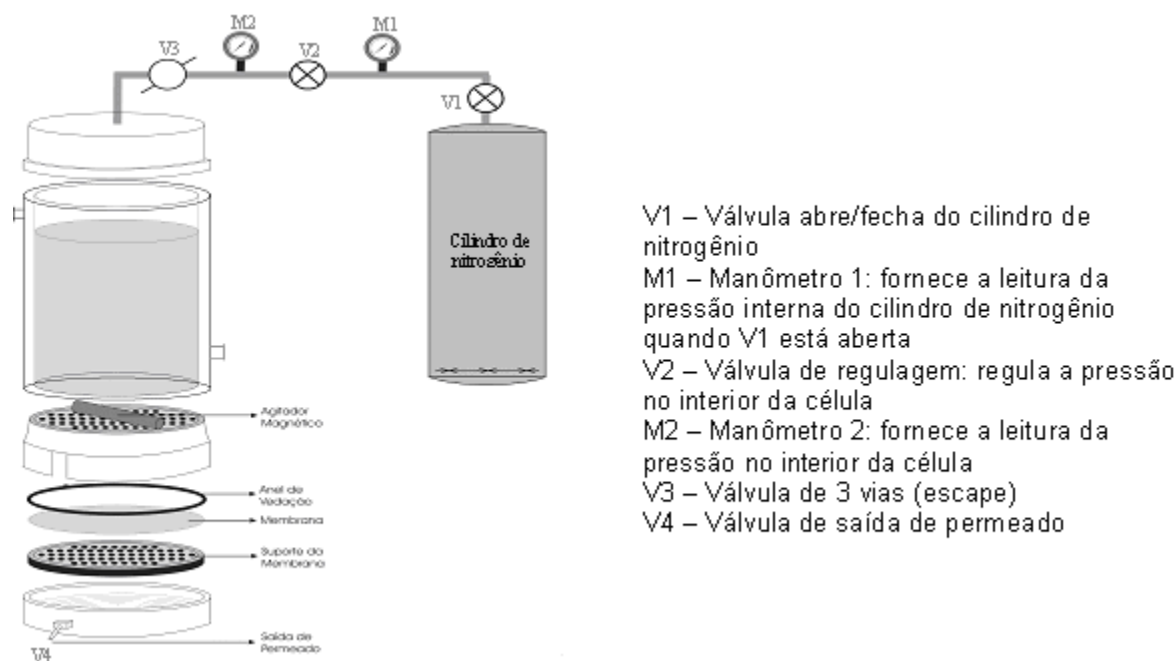


Figura 4.2: Esquema da célula de laboratório.

4.1.4.2 Planta Piloto

A planta piloto (Figura 4.3) é composta por um tanque de aço inoxidável encamisado e isolado (parede tripla) com capacidade para 30 L, uma bomba helicoidal (Netsch, Pomerode, SC), um medidor magnético de vazão (0 – 6 m³/h) (Conaut, São Paulo, SP), dois manômetros (0 – 9,8 bar) (Zürich, São Paulo, SP), sendo um posicionado na entrada e outro na saída da membrana, um termômetro (0 – 100°C) (Zürich, São Paulo, SP), uma válvula bo rboleta na saída do tanque e uma válvula agulha na saída da membrana (Figura 4.4).

Nesse equipamento, o ajuste das condições operacionais (pressão e vazão) é feito pelo controle simultâneo da rotação da bomba por meio de um inversor de frequência e da válvula agulha, enquanto que a temperatura é controlada por meio da circulação de água na temperatura adequada ao processo na camisa do

tanque. Na câmara de sucção da bomba foi montada uma válvula tipo borboleta para drenagem do sistema, que, por sua vez, apresenta volume morto de 3 litros.



Figura 4.3: Planta piloto.

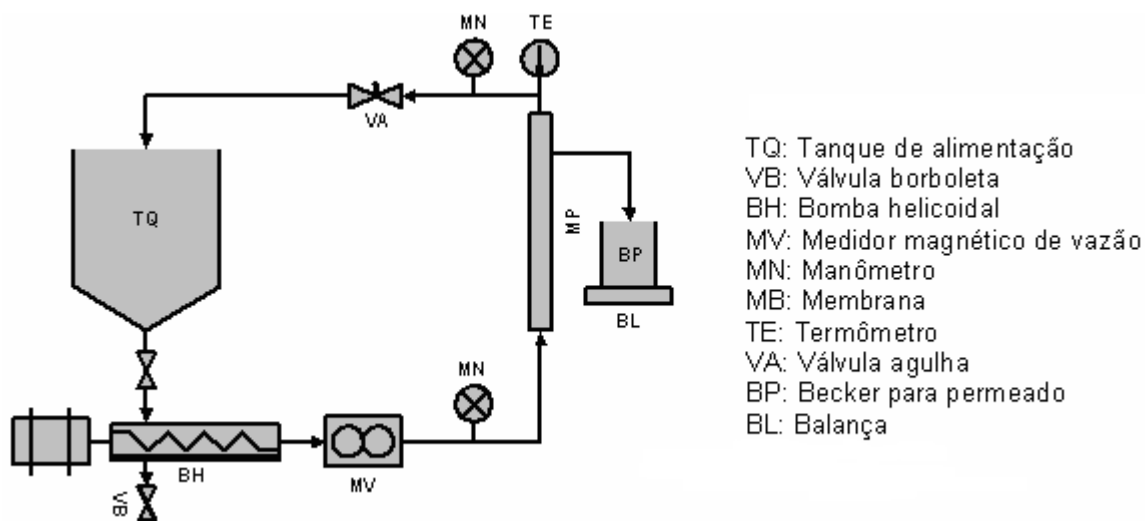


Figura 4.4: Esquema da planta piloto.

4.2 ANÁLISES REALIZADAS

4.2.1 Análises Físico-Químicas

Todas as análises físico-químicas foram realizadas em triplicata. A seguir são apresentadas as análises que foram realizadas, juntamente com suas respectivas metodologias:

- Acidez titulável (mg/100 g expressa em ácido cítrico): titulação com NaOH com indicador fenolftaleína, segundo método nº42.15 da AOAC (1997);
- Ácido ascórbico: titulação com solução 2,6-diclorofenolindofenol, segundo método nº43.065 da AOAC (1984) modificado por Benassi (1990);
- Açúcares redutores e totais: segundo métodos nº52.35 e nº52.36 da AOAC (1997);
- Carotenóides totais ($\mu\text{g/g}$ expressos em licopeno): quantificação por espectrofotometria de absorção no ultravioleta visível, utilizando espectrofotômetro Beckman DU-70 (Beckman, Loveland, USA), segundo método descrito por Rodriguez-Amaya (1999);
- Cinzas: segundo método gravimétrico nº40.26 da AOAC (1997);
- Cor: sistema Hunter, leitura em colorímetro ColorQuest II (Hunterlab, Reston, EUA), utilizando os parâmetros L^* (luminosidade), que varia de 0 (escuro) a 100 (claro), c^* (saturação) e h^* (ângulo de tonalidade);
- Fibras: digestão da amostra em ácido e base (AACC, 1976);
- Pectina (expressa em pectato de cálcio): neutralização das cargas dos resíduos de ácidos urônicos livres pelos íons cálcio, provocando a geleificação da pectina e sua precipitação segundo método de Carré e Haynes (PEARSON, 1970);
- pH: medido em potenciômetro (Mettler Toledo, Schwerzenbach, Suíça), segundo método nº81-12 da AOAC (1997);
- Proteína: segundo método Kjeldahl nº20.152 da AOAC (1997);

- Sólidos solúveis: leitura direta em refratômetro (PZO, Varsóvia, Polônia), com correção de temperatura segundo método nº32.12 da AOAC (1997);
- Sólidos totais: secagem em estufa segundo método nº920.151 da AOAC (1997);
- Taninos: segundo método nº52.03 da AOAC (1997);
- Viscosidade do permeado: leitura a 35°C em viscosímetro (Brookfield, Middleboro, EUA), modelo LVDV II+, spindle 00, adaptador UL e 70 RPM.

Os resultados obtidos foram tratados estatisticamente para verificar se houve diferença significativa entre as amostras de alimentação, permeado e retentado, utilizando o teste de Tukey com nível de significância de 95%.

4.2.2 Comportamento Reológico

O comportamento reológico das amostras foi avaliado utilizando-se viscosímetro (Brookfield, Middleboro, EUA), modelo LVDV II+. A temperatura de análise foi 30°C e essa era controlada por meio de um banho termostático modelo MLW UH4 (VEB Prüfgeräte-Werk, Medingen, Alemanha). O Spindle foi selecionado em função da escala de torque fornecida pelo mesmo, a qual deveria ser acima de 10%. Sendo assim, para as medidas de viscosidade do suco e do permeado foi utilizado o adaptador UL, enquanto que para as amostras de retentado foi utilizado S-18. Foram obtidos valores de viscosidade aparente para velocidades rotacionais de 40 a 140 RPM. Para realização do ajuste dos dados aos diferentes modelos reológicos (Tabela 3.3), através do programa Statistica®, versão 7.0, essas velocidades foram convertidas em taxa de deformação (s^{-1}), enquanto que a viscosidade aparente foi convertida em tensão de cisalhamento (Pa) a partir da Equação 3.2.

4.2.3 Microscopia Óptica

Todas as amostras foram homogeneizadas com a ajuda de agitador magnético a 500 RPM durante 5 minutos. De cada uma das amostras homogeneizadas retirou-se 50 μ L de solução, que foi espalhada suave e

uniformemente sobre a placa de observação. As amostras foram fixadas nas placas por ação de calor, com o auxílio de secador de ar quente. Uma vez fixadas e secas, as amostras foram descoloridas com álcool etílico e coloridas com azul de metileno (1% em álcool) para dar contraste. Logo após, o excesso de corante azul de metileno foi removido mergulhando a placa em álcool etílico, seguido de secagem com secador de ar quente. Feito isso as amostras estavam preparadas para observação microscópica. O equipamento utilizado foi o microscópio óptico, modelo 250-CF (Jena Microscopes, Jena, Alemanha), com lentes Carl Zeiss Jena, adaptador de câmera e sistema microfotográfico mf-AKS com conexão para TV, lâmpada de luz halogenada de 6 V, 25 W, tipo HLW-S-5-A.

Essa metodologia foi determinada a partir do método de tentativa e erro, visto que não existe uma metodologia específica de elaboração das amostras para microscopia óptica (AGUILERA e STANLEY, 1999).

4.2.4 Microscopia Eletrônica de Varredura

A morfologia da superfície das membranas foi analisada no Laboratório de Recursos Analíticos e de Calibração (LRAC) da Faculdade de Engenharia Química na Universidade Estadual de Campinas (FEQ/UNICAMP) por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em microscópio modelo LEO 440i (Leica, Wetzlar, Alemanha) sob aceleração de voltagem de 10 kV. Para a realização deste ensaio, as membranas foram cortadas na dimensão de aproximadamente 5x5 mm. Para a obtenção das imagens, as amostras foram fixadas em um suporte adequado e metalizadas em mini “*Sputter coater*” modelo SC 7620 (Emitech, Ashford, Inglaterra) pela deposição de uma fina camada de ouro (espessura de 92 Å) em suas superfícies.

4.3 MÉTODOS

Esse trabalho está dividido em três partes: 1) avaliação do tratamento enzimático sobre o suco de pitanga; 2) estudo do desempenho das membranas de micro e ultrafiltração observando o fluxo de permeado e a retenção de

carotenóides na célula de laboratório e planta piloto; 3) modelagem matemática do processo de microfiltração de suco de pitanga.

4.3.1 PARTE 1: Avaliação do Tratamento Enzimático

Nessa etapa do trabalho foi estudado o efeito do tratamento enzimático sobre a viscosidade do suco de pitanga, aplicando duas enzimas: celulase e pectinase.

4.3.1.1 Preparo das Amostras e Tratamento Enzimático

As amostras primeiramente eram descongeladas em banho termostático modelo NT281 (Nova Técnica, Piracicaba, SP) com temperatura e tempo controlados de 30°C/45 min. Para o procedimento de hidrólise, o suco, depois de descongelado, foi colocado em erlenmeyers de 250 mL fechados e aquecido em banho-maria até temperatura de hidrólise. Em seguida, a enzima diluída (50%) foi adicionada ao suco e mantida em “*shaker*” modelo TE-421 (Tecnal, Piracicaba, SP) sob temperatura e agitação (150 RPM) controladas, durante os diferentes tempos de incubação. Ao final de cada ensaio, os sucos tratados foram aquecidos em banho-maria até as condições de inativação enzimática (80°C/5 min, para ambas as enzimas) e resfriados, em seguida, até 35°C, em banho termostático a 30°C.

4.3.1.2 Avaliação Preliminar da Concentração Enzimática

As enzimas foram testadas isoladamente nas mesmas condições de tempo e temperatura, porém em diferentes concentrações, para verificar, preliminarmente, o efeito dessas na viscosidade. A pectinase foi avaliada nas concentrações de 0,07%, 0,14% e 0,27%, enquanto que a celulase nas concentrações de 0,03%, 0,07% e 0,14%. A viscosidade foi avaliada nas velocidades rotacionais de 30, 50, 70, 90 e 120 RPM, para todos os tratamentos.

4.3.1.3 Planejamento Experimental para o Tratamento Enzimático

Para otimizar as condições de operação do tratamento enzimático foi realizado um planejamento experimental fatorial completo do tipo 2^3 , com três pontos centrais e seis axiais, totalizando 17 ensaios para cada enzima. A Tabela 4.2 apresenta os níveis utilizados para as variáveis independentes (valores reais e codificados): concentração da enzima (%), tempo de atividade enzimática (minutos) e temperatura de incubação ($^{\circ}\text{C}$) tanto para a pectinase quanto para a celulase.

Tabela 4.2: Matriz do planejamento experimental do tratamento enzimático do suco de pitanga.

Exp.	Conc. Enzimática (%)		Tempo de Atividade (min)	Temp. de Incubação ($^{\circ}\text{C}$)
	<i>Pectinase</i>	<i>Celulase</i>		
	$X_{1P} (x_{1P})$	$X_{1C} (x_{1C})$	$X_2 (x_2)$	$X_3 (x_3)$
1	0,04 (-1)	0,02 (-1)	30 (-1)	30 (-1)
2	0,16 (+1)	0,08 (+1)	30 (-1)	30 (-1)
3	0,04 (-1)	0,02 (-1)	90 (+1)	30 (-1)
4	0,16 (+1)	0,08 (+1)	90 (+1)	30 (-1)
5	0,04 (-1)	0,02 (-1)	30 (-1)	50 (+1)
6	0,16 (+1)	0,08 (+1)	30 (-1)	50 (+1)
7	0,04 (-1)	0,02 (-1)	90 (+1)	50 (+1)
8	0,16 (+1)	0,08 (+1)	90 (+1)	50 (+1)
9	0 (-1,682)	0 (-1,682)	60 (0)	40 (0)
10	0,20 (+1,682)	0,10 (+1,682)	60 (0)	40 (0)
11	0,10 (0)	0,05 (0)	10 (-1,682)	40 (0)
12	0,10 (0)	0,05 (0)	110 (+1,682)	40 (0)
13	0,10 (0)	0,05 (0)	60 (0)	23,2 (-1,682)
14	0,10 (0)	0,05 (0)	60 (0)	56,8 (+1,682)
15	0,10 (0)	0,05 (0)	60 (0)	40 (0)
16	0,10 (0)	0,05 (0)	60 (0)	40 (0)
17	0,10 (0)	0,05 (0)	60 (0)	40 (0)

Para cada ensaio foram retiradas amostras para determinação da viscosidade (variável dependente). Os resultados do delineamento experimental foram analisados através da Metodologia de Superfície de Resposta a partir do programa Statistica®, versão 7.0, considerando 95% de nível de confiança.

Para cada enzima, obteve-se um modelo linear codificado, como mostrado na Equação 4.1:

$$y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{11}x_1x_1 + b_{22}x_2x_2 + b_{33}x_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 \quad (4.1)$$

na qual, y é a variável dependente (viscosidade), x são as variáveis independentes codificadas (x_1 referente à concentração de enzima, x_2 ao tempo de incubação e x_3 à temperatura) e b são os coeficientes de regressão.

As relações de conversão dos valores codificados para os reais para as variáveis concentração de pectinase, concentração de celulase, tempo de atividade e temperatura de incubação são mostradas, respectivamente, nas Equações 4.2, 4.3, 4.4 e 4.5:

$$[PECTINASE](\%) = 0,06.x_{1P} + 0,1 \quad (4.2)$$

$$[CELULASE](\%) = 0,03.x_{1C} + 0,05 \quad (4.3)$$

$$t(\text{min}) = 30.(x_2 + 2) \quad (4.4)$$

$$T(^{\circ}\text{C}) = 10.(x_3 + 4) \quad (4.5)$$

4.3.1.4 Avaliação de “Blends” Enzimáticos

Com as condições de operação otimizadas, estudou-se o comportamento da viscosidade do suco de pitanga tratado enzimaticamente com “blends” de diferentes concentrações de pectinase e celulase. Foi avaliado o suco diluído sem tratamento enzimático e cinco “blends” com concentração total de enzima de 0,1% em massa, conforme apresentado na Tabela 4.3. Nesses tratamentos o tempo de atividade e a temperatura de incubação foram 105 minutos e 35°C.

Para esses experimentos foram realizadas análises de pectina e fibra e estudo do comportamento reológico, sendo os dados de taxa de deformação e tensão de cisalhamento ajustados a diferentes modelos (Tabela 3.3) com o intuito de verificar qual deles apresenta melhor ajuste. Para isto foi utilizado o programa Statistica®, versão 7.0.

Tabela 4.3: Concentração das enzimas Pectinex Ultra SP-L e Cellubrix-L dos “*blends*” avaliados.

Experimento	Conc. Celulase (%)	Conc. Pectinase (%)
1	0,000	0,100
2	0,025	0,075
3	0,050	0,050
4	0,075	0,025
5	0,100	0,000
6	0,000	0,000

4.3.2 PARTE 2: Avaliação das Membranas

4.3.2.1 Preparação das Amostras

As amostras primeiramente foram descongeladas em banho termostático modelo NT281 (Nova Técnica, Piracicaba, Brasil) com temperatura e tempo controlados de 30°C/45 min, aproximadamente. Para o procedimento de hidrólise, o suco, depois de descongelado, foi colocado em erlenmeyers de 250 mL fechados e aquecidos em banho-maria até temperatura de hidrólise. Em seguida, a enzima diluída (10%) foi adicionada ao suco e mantida em “*shaker*” modelo TE-421 (Tecnal, Piracicaba, Brasil) sob temperatura controlada e agitação de 150 RPM.

A aplicação de celulase, pectinase e do “*blend*” dessas duas foi realizada de acordo com as condições previamente otimizadas a partir do estudo do tratamento enzimático, conforme descrito no item 4.3.1. A aplicação da protease, por sua vez, seguiu as especificações do fabricante para o bom desempenho da enzima: incubação a 60°C durante 120 minutos. Além disso, a aplicação de protease exigiu ajuste do pH do suco até pH 5. Essa correção foi realizada com solução de hidróxido de sódio (NaOH) 20%. Ao final de cada ensaio, o suco tratado foi aquecido em banho-maria até as condições de inativação enzimática (80°C/5 min, para celulase e pectinase e 90°C/30 min para protease), resfriado até 30°C, em banho termostático, fracionado em frascos com capacidade para 500 g e armazenado sob congelamento até utilização para avaliação das membranas,

quando, então, era novamente descongelado em banho termostático sob condições de 30°C/45 min.

4.3.2.2 Procedimento Experimental na Célula de Laboratório

Nessa etapa do trabalho foram avaliadas 4 membranas de diferentes materiais e massa molecular de corte e 4 tratamentos enzimáticos assim como o suco sem tratamento enzimático (PSTE), totalizando 20 experimentos, conforme apresentado na Tabela 4.4.

Tabela 4.4: Corridas realizadas.

Material da membrana	Massa Molecular de Corte (kDa)	Tratamento Enzimático
Polifluoreto de vinilideno (PVDF)	150	PSTE
		Protease
		Celulase
		Pectinase
		Celulase + Pectinase
Polietersulfona (PES)	150	PSTE
		Protease
		Celulase
		Pectinase
		Celulase + Pectinase
Celulose (CEL)	30	PSTE
		Protease
		Celulase
		Pectinase
		Celulase + Pectinase
Polifluoreto de vinilideno (PVDF)	500	PSTE
		Protease
		Celulase
		Pectinase
		Celulase + Pectinase

Utilizou-se massa inicial de alimentação de 500 g. A rotação do agitador magnético foi ajustada para 500 RPM e a temperatura do banho a 35°C. Logo após a temperatura da alimentação alcançar o valor determinado do processo, foi

realizado o ajuste da pressão a 2 bar. A válvula de saída de permeado foi então aberta e a cada intervalo de tempo foi registrada a massa de permeado, coletado em béquér previamente tarado em balança semi-analítica. Foi utilizado um fator de concentração mássico (definido pela Equação 3.10) igual a 2 para comparar os diferentes experimentos. O fluxo de permeado foi calculado de acordo com a Equação 3.6, obtendo-se para cada ensaio uma curva de fluxo de permeado *versus* tempo.

Medidas de pH, sólidos solúveis e totais, cinzas, acidez titulável, taninos, carotenóides totais, ácido ascórbico e cor foram feitas para amostras da alimentação, retentado e permeado de todas as corridas, conforme descrito no item 4.2, sendo que a retenção de carotenóides foi calculada a partir da Equação 3.7. Os resultados obtidos foram tratados estatisticamente para verificar se houve diferença significativa utilizando o teste de Tukey com nível de confiança de 95%, empregando o programa Statistica®, versão 7.0.

4.3.2.3 Procedimento Experimental na Planta Piloto

A planta piloto apresenta condições mais próximas àquelas que realmente acontecem em uma operação industrial.

Nessa etapa foi utilizada apenas a membrana de PVDF de 500 kDa (microfiltração), devido aos resultados encontrados após aplicação da unidade de laboratório (item 4.3.2.2). Com essa membrana foram realizados dois ensaios: suco sem tratamento enzimático e suco tratado com celulase e pectinase, simultaneamente (0,05% de celulase e 0,05% de pectinase).

A preparação das amostras ocorreu de forma semelhante à utilizada para os experimentos na célula de laboratório. As amostras primeiramente foram descongeladas em banho termostático modelo NT281 (Nova Técnica, Piracicaba, Brasil) com temperatura e tempo controlados de 30°C/45 min. Para o procedimento de hidrólise, o suco, depois de descongelado, foi colocado em erlenmeyers de 250 mL fechados e aquecido em banho-maria até temperatura de hidrólise. Em seguida, foi adicionado o “blend” enzimático (0,05% de celulase e

0,05% de pectinase). O suco foi mantido em “*shaker*” modelo TE-421 (Tecnal, Piracicaba, Brasil) sob condições controladas (35°C por 105 minutos a 150 RPM). A inativação enzimática aconteceu a 80°C/5 min em banho termostático. Em seguida, as amostras eram resfriadas até 35°C, em banho termostático a 30°C e acondicionadas sob refrigeração até utilização para avaliação das membranas.

No início de cada ensaio, o sistema foi operado com água filtrada e ajustado às condições operacionais do experimento para medição do fluxo de água pela membrana limpa (J_w), sendo então drenado. Em seguida, o suco foi transferido para o tanque de alimentação. Utilizou-se massa inicial de alimentação de 7,0 kg. Logo após a temperatura da alimentação alcançar o valor determinado do processo (35°C), a bomba foi posta em funcionamento e foi realizado o ajuste da pressão a 2,0 bar e a vazão a 0,432 m³/h (velocidade tangencial sobre a membrana de 1 m/s). A válvula de saída de permeado foi então aberta e a cada intervalo de tempo foi registrada a massa de permeado, coletado em becker previamente tarado em balança semi-analítica até FC 2.

Após o experimento, o sistema foi submetido a um procedimento de limpeza. Inicialmente, o tanque foi lavado manualmente para retirada do excesso de partículas retidas na parede. Em seguida, procedeu-se à limpeza do sistema, a fim de que se retirasse a camada polarizada da membrana. Essa limpeza foi realizada em três etapas: enxágüe do sistema, fazendo passar, sem recirculação, 5 litros de água destilada; lavagem durante 10 minutos nas condições de 2 bar, 35°C e 1 m/s com água destilada; enxágüe, fazendo passar pelo sistema, sem recirculação, 8 litros de água destilada. Em seguida, fez-se a leitura de fluxo de água pela membrana com incrustação (J_w') a 35°C e 2 bar. Tanto o fluxo de permeado quanto as resistências foram calculadas conforme apresentado no item 3.4.5.3.

Medidas de pH, sólidos solúveis e totais, cinzas, acidez titulável, taninos, carotenóides totais, ácido ascórbico e cor foram feitas para amostras da alimentação, retentado e permeado de todas as corridas, conforme descrito no item 4.2, sendo que a retenção de carotenóides foi calculada a partir da Equação

3.7. Os resultados obtidos foram tratados estatisticamente para verificar se houve diferença significativa utilizando o teste de Tukey com nível de confiança de 95%, empregando o programa Statistica®, versão 7.0.

4.3.2.4 Cálculo das Resistências

A resistência da membrana (R_M) foi calculada utilizando a Equação 3.24 do modelo de resistência em série, passando água filtrada pela membrana limpa. A resistência total (R_T) foi calculada a partir do fluxo obtido no final do experimento ($FC=2$), conforme Equação 3.23. A resistência devido à incrustação (R_F) foi determinada pela Equação 3.26. Por último, como a resistência total é a soma das resistências R_M , R_F e R_P , a resistência causada pela polarização da concentração e pela camada polarizada (R_P) foi obtida por diferença, conforme Equação 3.27.

4.3.3 PARTE 3: Modelagem dos Resultados

Nessa parte do trabalho, os resultados obtidos para microfiltração, tanto utilizando a célula de laboratório quanto a planta piloto foram ajustados aos modelos de renovação da superfície, de Hermia (1982) e das resistências em série para entender melhor os motivos pelos quais ocorre o declínio do fluxo de permeado. Foram utilizados os resultados da microfiltração do suco sem tratamento obtidos tanto na célula de laboratório quanto na planta piloto, assim como os resultados para microfiltração do suco tratado com celulase e pectinase, obtidos na célula de laboratório e na planta piloto, além de mais um experimento realizado em unidade de laboratório com suco tratado com celulase e pectinase, considerando fator de concentração igual a 10 (FC 10).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA

Na Tabela 5.1 são apresentadas as características físico-químicas do suco de pitanga (uma parte de polpa para duas partes de água) utilizado nos experimentos.

Tabela 5.1: Características físico-químicas do suco de pitanga.

PARÂMETRO	SUCO
pH	2,95 ± 0,02
Acidez titulável ¹	38,84 ± 0,77
Ácido ascórbico (mg/100 g)	20,02 ± 1,01
Sólidos totais (%)	2,53 ± 0,05
Sólidos solúveis (°Brix)	2,47 ± 0,04
Açúcares redutores (%)	1,39 ± 0,40
Açúcares totais (%)	2,21 ± 0,55
Proteína (%)	0,32 ± 0,02
Cinzas (%)	0,06 ± 0,01
Fibras (%)	0,04 ± 0,00
Pectina ² (%)	0,02 ± 0,00
Carotenóides totais ³	28,14 ± 1,48
Taninos (mg/100 g)	13,73 ± 0,13
L *	41,17 ± 0,13
c *	29,64 ± 0,16
h *	53,72 ± 0,04

¹ mg de ácido cítrico/100 g.

² expresso em pectato de sódio/100 g.

³ µg/g expressos em licopeno.

Observa-se que o suco de pitanga apresenta pH baixo (2,95) e que é constituído principalmente por água (97,66%). Os sólidos totais são constituídos, principalmente por açúcares (2,21%), sendo que uma pequena quantidade de proteína também foi obtida (0,32%), enquanto que pectina, fibras e cinzas apresentaram teores baixos: 0,02, 0,04 e 0,06%, respectivamente.

Os valores encontrados para taninos, sólidos solúveis, açúcares redutores e totais, cinzas, sólidos totais e fibras foram inferiores àqueles encontrados por Guimarães et al. (1982) e Lopes (2005) (Tabela 3.1). Para o ácido ascórbico foi encontrado 20,02 mg/100 g de suco, enquanto que Guimarães et al. (1982) encontraram 9,8 mg/100 g.

O teor de carotenóides totais encontrado (28,14 µg/g) está abaixo daquele encontrado por Lopes et al. (2005) para polpa “*in natura*” (123,73 µg/g). Já era esperado encontrar teores menores, visto que se utilizou o suco de pitanga (polpa diluída). Além disso, a polpa utilizada para preparação do suco apresentava mais de três meses de congelamento e segundo Lopes et al. (2005) após 30 dias de congelamento, a polpa de pitanga perdeu 14% dos carotenóides iniciais.

Em relação à análise de cor, o suco de pitanga apresentou luminosidade tendendo ao escuro ($L^* < 50$), cor alaranjado tendendo ao amarelo ($h^* > 45$) e saturação igual a 29,64.

5.2 PARTE 1: AVALIAÇÃO ENZIMÁTICA

5.2.1 Avaliação da Concentração Enzimática

O efeito sobre a viscosidade do tratamento enzimático realizado com celulase (Figura 5.1) foi mais significativo do que aquele realizado com pectinase (Figura 5.2). Esses resultados já eram esperados em função da composição do suco de pitanga, conforme apresentado na Tabela 5.1, visto que a quantidade de fibras presente é o dobro da quantidade de pectina.

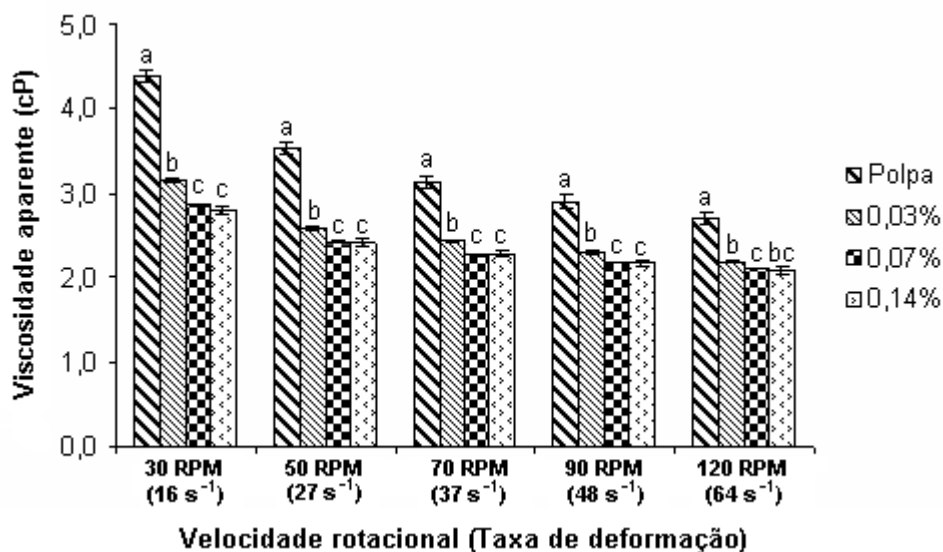


Figura 5.1: Viscosidade aparente do suco de pitanga tratado com celulase.

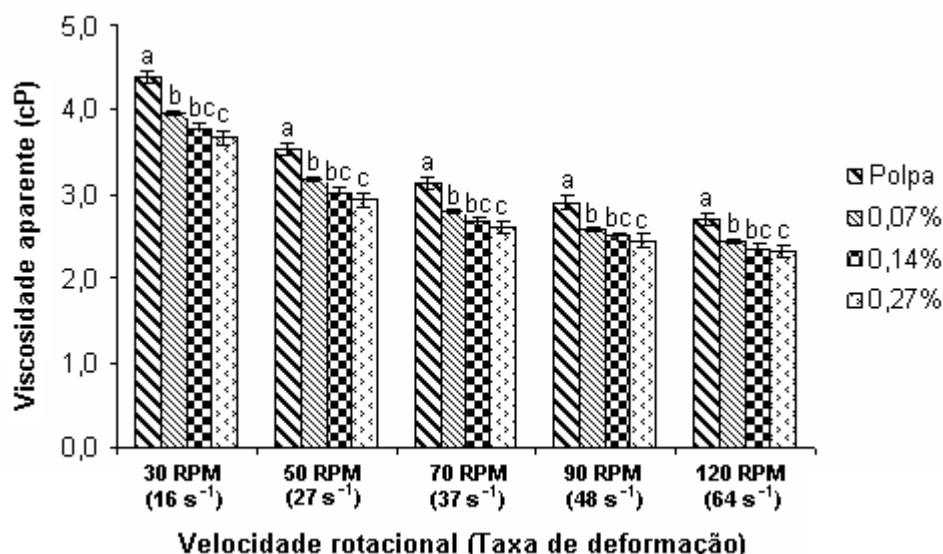


Figura 5.2: Viscosidade aparente do suco de pitanga tratado com pectinase.

O comportamento reológico de polpas e sucos de frutas está diretamente relacionado com a composição química dessas, sendo que as frações de fibra e pectina estão entre os principais responsáveis pela variação da viscosidade (QUEIROZ, 1998). Sendo assim, o suco de pitanga apresenta maior quantidade

de substrato para atuação da celulase do que para pectinase, o que justifica o maior efeito do tratamento realizado com a enzima com atividade celulolítica.

Tanto a aplicação de celulase quanto de pectinase não apresentaram diferença significativa entre as respostas para as duas concentrações mais altas. Esses resultados contribuíram para a determinação dos níveis de concentração estudados durante a otimização enzimática. Além disso, após aplicação do tratamento com celulase, o suco apresentou comportamento mais próximo do Newtoniano, visto que não houve grande variação da viscosidade aparente com a taxa de deformação (velocidade rotacional). Esse fato não foi observado após aplicação de pectinase, já que tanto o suco com e sem tratamento apresentaram o mesmo comportamento (pseudoplasticidade) na medida em que se aumentou a velocidade rotacional.

5.2.2 Otimização Enzimática

5.2.2.1 Pectinase

A Tabela 5.2 apresenta os resultados para viscosidade aparente para as taxas de deformação correspondentes à velocidade rotacional do “*spindle*” entre 30 e 120 RPM. Na Tabela 5.3 estão presentes os coeficientes de regressão do modelo da Equação 4.1 para o tratamento enzimático realizado com pectinase.

A viscosidade do suco de pitanga para diferentes velocidades rotacionais, independente das condições do tratamento enzimático, apresentou comportamento pseudoplástico, visto que ela diminuiu com o aumento da taxa de deformação.

A partir dos dados presentes na Tabela 5.3 é possível verificar que a viscosidade aparente foi influenciada, principalmente, pela concentração de enzima (b_1), seguida pelo tempo de incubação (b_2), assim como a interação entre esses dois fatores (b_{12}). Para o caso das velocidades rotacionais de 50 e 70 RPM, a temperatura quadrática também teve efeito linear e positivo sobre a viscosidade,

considerando $p\text{-valor} < 0,1$. Além disso, pode-se afirmar que o modelo se ajustou bem aos dados experimentais, visto que se obteve coeficiente de correlação (R^2) em torno de 0,90 para todos os valores de RPM.

Tabela 5.2: Resultados para viscosidade aparente (cP) do suco de pitanga tratado com Pectinex Ultra SP-L.

Exp	30 RPM		50 RPM		70 RPM		90 RPM		120 RPM	
	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio
1	4,55	0,15	3,68	0,11	3,20	0,09	2,92	0,08	2,70	0,08
2	3,86	0,06	3,12	0,07	2,75	0,05	2,53	0,06	2,38	0,04
3	3,96	0,12	3,20	0,07	2,83	0,07	2,60	0,05	2,43	0,04
4	3,98	0,13	3,20	0,08	2,80	0,06	2,58	0,05	2,43	0,05
5	4,42	0,04	3,58	0,02	3,14	0,01	2,89	0,02	2,67	0,01
6	3,87	0,05	3,17	0,05	2,84	0,03	2,65	0,02	2,49	0,04
7	4,21	0,09	3,39	0,06	2,99	0,02	2,75	0,03	2,56	0,02
8	3,89	0,06	3,18	0,05	2,81	0,07	2,61	0,05	2,45	0,05
9	4,46	0,09	3,62	0,06	3,18	0,05	2,96	0,05	2,76	0,04
10	3,79	0,10	2,97	0,06	2,66	0,06	2,47	0,05	2,35	0,05
11	4,19	0,05	3,39	0,03	2,97	0,02	2,74	0,03	2,54	0,03
12	3,88	0,03	3,02	0,03	2,70	0,03	2,49	0,03	2,37	0,02
13	4,30	0,12	3,40	0,11	3,00	0,09	2,77	0,07	2,59	0,06
14	4,01	0,13	3,27	0,08	2,87	0,07	2,65	0,07	2,49	0,06
15	4,01	0,08	3,26	0,06	2,87	0,05	2,65	0,04	2,47	0,04
16	4,11	0,29	3,21	0,17	2,83	0,14	2,62	0,12	2,48	0,11
17	3,99	0,11	3,15	0,08	2,80	0,07	2,58	0,05	2,44	0,04

Tabela 5.3: Coeficientes de regressão do modelo da Equação 4.1 para o tratamento enzimático com pectinase.

Coeficientes	30 RPM	50 RPM	70 RPM	90 RPM	120 RPM
b_0	4,0377 *	3,2046 *	2,8321 *	2,6162 *	2,4637 *
b_1	-0,1953 *	-0,1664 *	-0,1343 *	-0,1182 *	-0,0952 *
b_2	-0,0865 **	-0,0880 *	-0,0699 **	-0,0637 **	-0,0480 **
b_3	-0,0328	-0,0072	-0,0014	0,0050	0,0045
b_{11}	0,0275	0,0384	0,0350	0,0364	0,0310
b_{22}	-0,0043	0,0066	0,0049	0,0011	-0,0043
b_{33}	0,0381	0,0525 **	0,0403 ***	0,0346	0,0257
b_{12}	0,1175 **	0,0950 **	0,0675 **	0,0587 ***	0,0488 ***
b_{13}	-0,0250	-0,0075	0,0000	0,0038	0,0038
b_{23}	0,0350	0,0275	0,0175	0,0113	0,0087
R^2	0,92	0,93	0,92	0,89	0,88
F_{cal}	9,28	10,05	8,83	6,47	5,55

* $p\text{-valor} < 0,001$

** $p\text{-valor} < 0,05$

*** $p\text{-valor} < 0,1$

F_{tab} : $F_{10; 7; 0,1} = 2,72$; $F_{10; 7; 0,05} = 3,68$; $F_{10; 7; 0,01} = 6,72$

Tanto a concentração de pectinase quanto o tempo de incubação tiveram efeito linear e negativo sobre a resposta avaliada, ou seja, os menores valores para viscosidade aparente foram encontrados para os níveis mais elevados desses parâmetros, sendo que para concentrações superiores a 0,16%, independente do tempo, os resultados não apresentaram diferença significativa (Figura 5.3a). Comportamento semelhante foi obtido por Lee et al. (2006), Abdullah et al. (2007) e Sin et al. (2006) para suco de banana, carambola e sapoti, respectivamente.

Apesar de a temperatura não ter apresentado efeito significativo para o caso de velocidade rotacional de 90 RPM, a superfície de resposta para esse parâmetro foi gerada com o intuito de facilitar a interpretação dos resultados. A partir da Figura 5.3b é possível verificar que para concentrações de enzima mais elevadas as menores viscosidades foram obtidas entre 30 e 45°C. Da mesma forma, avaliando tempo e temperatura, as menores viscosidades foram encontradas, entre 35 e 40°C, considerando tempo superior a 90 min (Figura 5.3c).

Substâncias pécticas possuem alta capacidade de retenção de água, formando uma estrutura coesa. A degradação da pectina por enzimas contribui para a redução da capacidade de retenção dessas estruturas, aumentando a água livre presente no sistema de modo que ocorre a redução da viscosidade (ABDULLAH et al., 2007; LEE et al., 2006; SIN et al., 2006).

As superfícies de resposta apresentadas são apenas para os valores de viscosidade aparente obtidos a 90 RPM. As superfícies obtidas para os outros valores têm comportamento muito semelhante. Além disso, a maioria dos estudos realizados que utilizaram viscosímetro semelhante ao utilizado nesse trabalho expressaram os resultados considerando velocidades próximas de 90 RPM.

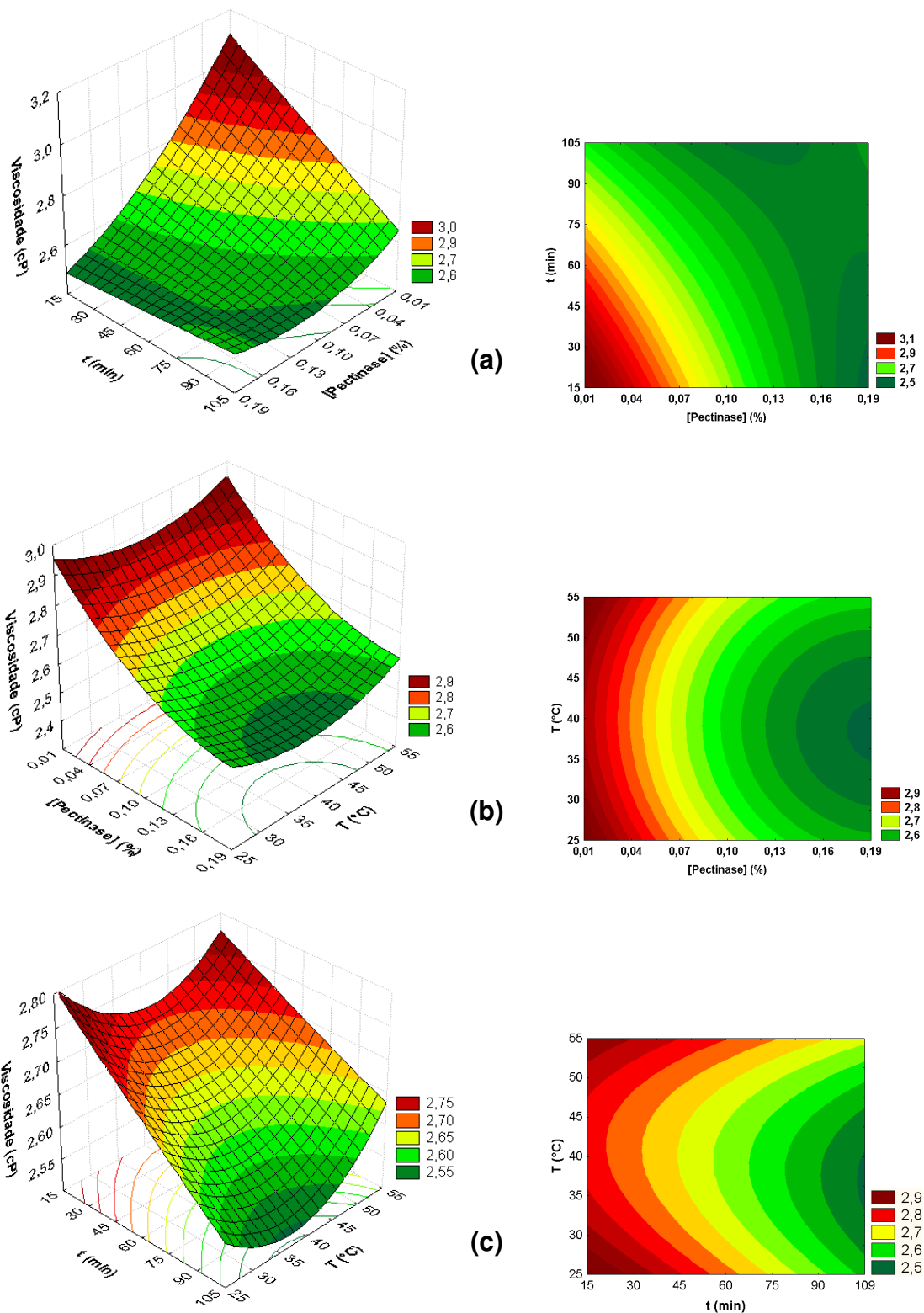


Figura 5.3: Superfícies de resposta e curvas de contorno para viscosidade aparente a 90 RPM do tratamento enzimático com pectinase.

As condições ótimas foram obtidas a partir dos coeficientes de regressão para o modelo codificado apresentados na Tabela 5.3. Esse foi derivado parcialmente em relação à x_1 , x_2 e x_3 , obtendo-se os seguintes valores codificados referentes às condições ótimas: $x_1=1,11$, $x_2=0,66$ e $x_3=-0,24$. Esses parâmetros, transformados em valores reais, referem-se à concentração de pectinase de 0,17% e condições de incubação de 80 minutos e 37,6°C, respectivamente. Esses resultados estão de acordo com as superfícies de resposta apresentadas na Figura 5.3. A aplicação de Pectinex Ultra SP-L apresentou temperatura ótima de 43,2°C e 30°C para suco de banana (LEE et al., 2006) e carambola (ABDULLAH et al., 2007), respectivamente.

5.2.2.2 Celulase

A Tabela 5.4 apresenta os resultados para viscosidade aparente nas diversas taxas de deformação, enquanto que na Tabela 5.5 estão presentes os coeficientes de regressão do modelo da Equação 4.1 para o tratamento enzimático com celulase.

Tabela 5.4: Resultados para viscosidade aparente (cP) do suco de pitanga tratado com Cellubrix-L.

Exp	30 RPM		50 RPM		70 RPM		90 RPM		120 RPM	
	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio
1	4,22	0,11	3,48	0,03	3,07	0,02	2,88	0,02	2,70	0,02
2	3,33	0,05	2,81	0,05	2,55	0,05	2,42	0,04	2,31	0,05
3	3,71	0,08	3,06	0,05	2,73	0,06	2,58	0,04	2,45	0,03
4	2,96	0,03	2,52	0,03	2,29	0,03	2,20	0,03	2,12	0,03
5	4,25	0,05	3,47	0,03	3,07	0,01	2,86	0,02	2,71	0,01
6	3,46	0,07	2,91	0,06	2,60	0,06	2,49	0,05	2,42	0,04
7	3,73	0,04	3,11	0,05	2,77	0,02	2,63	0,03	2,53	0,03
8	3,39	0,07	2,85	0,03	2,57	0,05	2,46	0,03	2,37	0,04
9	4,71	0,16	3,74	0,05	3,30	0,03	3,07	0,03	2,91	0,02
10	3,09	0,06	2,60	0,07	2,34	0,06	2,25	0,06	2,20	0,05
11	4,15	0,14	3,38	0,03	2,94	0,05	2,79	0,05	2,68	0,03
12	3,37	0,16	2,79	0,03	2,48	0,01	2,36	0,02	2,32	0,01
13	3,53	0,07	2,97	0,05	2,65	0,04	2,51	0,03	2,41	0,03
14	4,35	0,06	3,57	0,04	3,17	0,03	2,97	0,03	2,82	0,03
15	3,35	0,01	2,82	0,06	2,53	0,04	2,42	0,03	2,31	0,04
16	3,52	0,05	2,98	0,08	2,64	0,04	2,52	0,05	2,42	0,06
17	4,05	0,60	3,01	0,04	2,68	0,02	2,55	0,02	2,45	0,03

Tabela 5.5: Coeficientes de regressão do modelo da Equação 4.1 para o tratamento enzimático com celulase.

Coeficientes	30 RPM	50 RPM	70 RPM	90 RPM	120 RPM
b_0	3,6560 *	2,9471 *	2,6243 *	2,5033 *	2,4007 *
b_1	-0,4023 **	-0,2890 *	-0,2376 *	-0,2020 *	-0,1731 *
b_2	-0,2037 **	-0,1554 *	-0,1247 **	-0,1101 *	-0,0934 **
b_3	0,1456	0,1083 **	0,0911 **	0,0830 **	0,0834 **
b_{11}	0,0366	0,0463	0,0455	0,0349	0,0316
b_{22}	-0,0129	0,0162	0,0066	0,0048	0,0121
b_{33}	0,0508	0,0816	0,0773 ***	0,0631	0,0528
b_{12}	0,0737	0,0538	0,0438	0,0350	0,0238
b_{13}	0,0638	0,0488	0,0363	0,0375	0,0338
b_{23}	0,0363	0,0362	0,0338	0,0325	0,0263
R^2	0,83	0,91	0,91	0,91	0,89
F_{cal}	9,28	10,05	8,83	6,47	5,55

* p-valor < 0,001

** p-valor < 0,05

*** p-valor < 0,1

 F_{tab} : $F_{10; 7; 0,1} = 2,72$; $F_{10; 7; 0,05} = 3,68$; $F_{10; 7; 0,01} = 6,72$

De acordo com os resultados presentes na Tabela 5.5 é possível observar que a concentração de enzima (b_1) e o tempo de incubação (b_2) apresentaram efeito linear e negativo, enquanto que a temperatura (b_3) apresentou efeito linear e positivo sobre a viscosidade do suco de pitanga. Além disso, para a velocidade de 70 RPM, o termo quadrático da temperatura (b_{33}) também foi significativo considerando nível de significância de 90%, enquanto que para velocidade de 30 RPM apenas tempo (b_2) e concentração (b_1) apresentaram efeitos significativos. Além disso, os modelos propostos se ajustaram bem aos dados experimentais, considerando que o coeficiente de correlação (R^2) foi superior a 0,90, exceto para 30 e 120 RPM, que apresentaram R^2 de 0,83 e 0,89, respectivamente.

Na Figura 5.4a fica evidente que as menores viscosidades foram obtidas para maiores concentrações de enzima e maiores tempos de incubação, assim como a Figura 5.4b mostra que quanto maior a temperatura, menos efetivo foi o tratamento enzimático. Além disso, para concentrações mais elevadas, a faixa ótima de temperatura foi entre 25 e 40°C, sendo que quando o tempo foi levado em consideração essa faixa caiu para 25 a 35°C (Figura 5.4c). Esses resultados eram esperados, visto que tanto a Pectinex Ultra SP-L e a Cellubrix-L apresentam boa atividade em temperaturas próximas à temperatura ambiente.

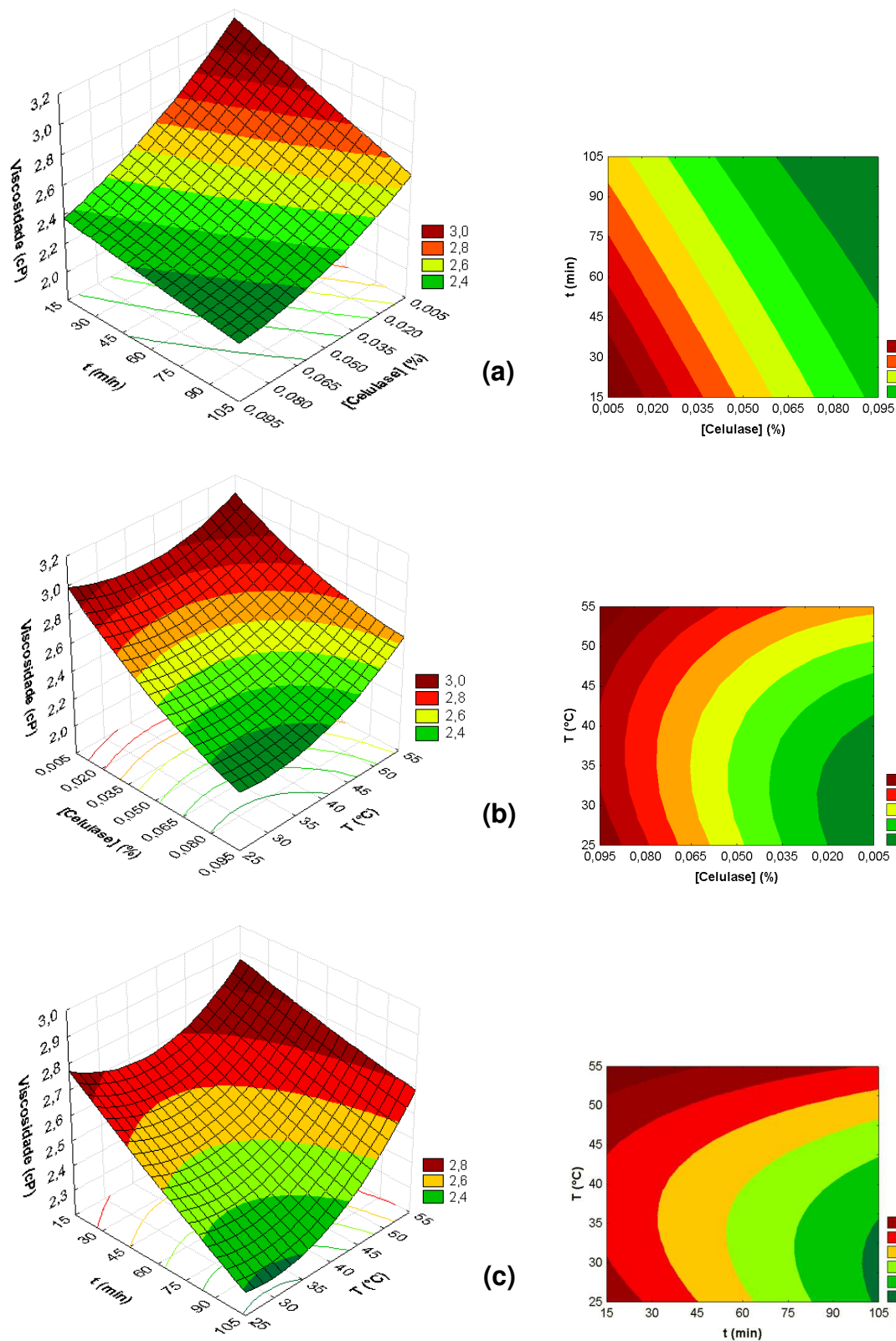


Figura 5.4: Superfícies de resposta e curvas de contorno para viscosidade aparente a 90 RPM do tratamento enzimático com celulase.

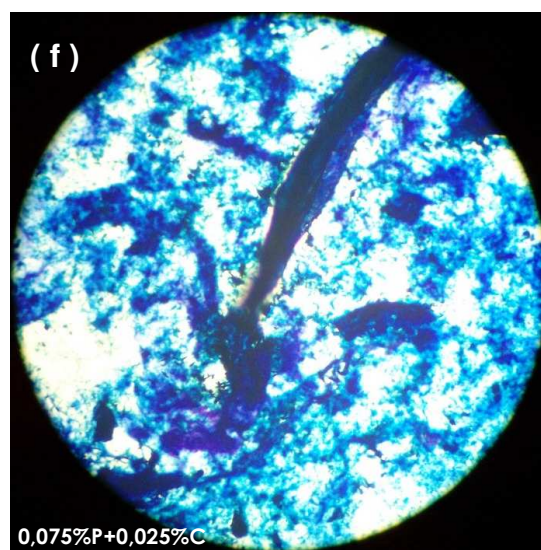
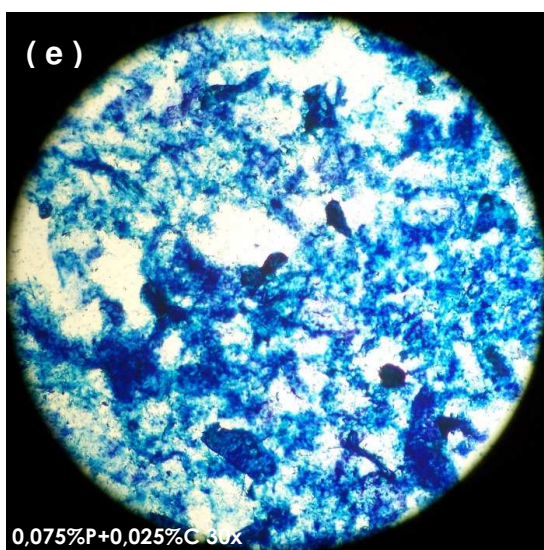
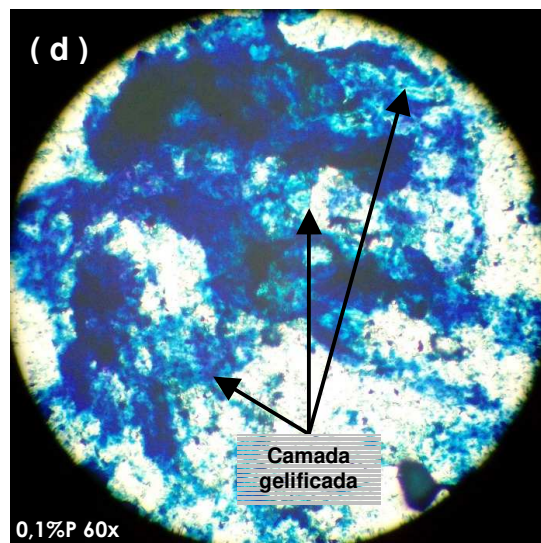
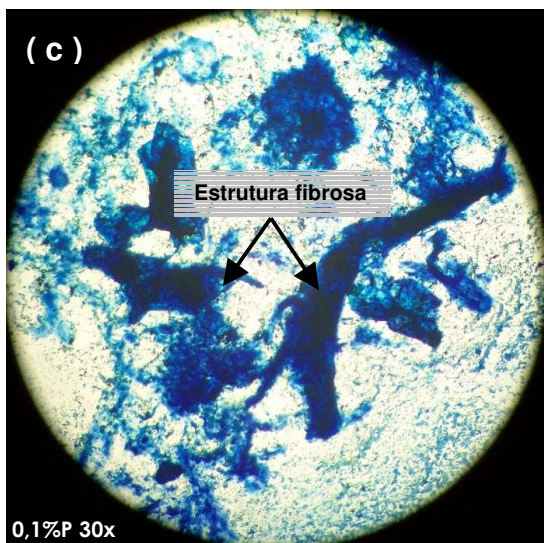
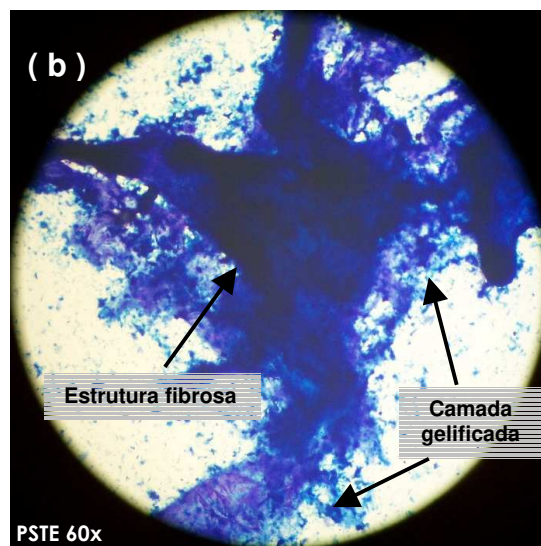
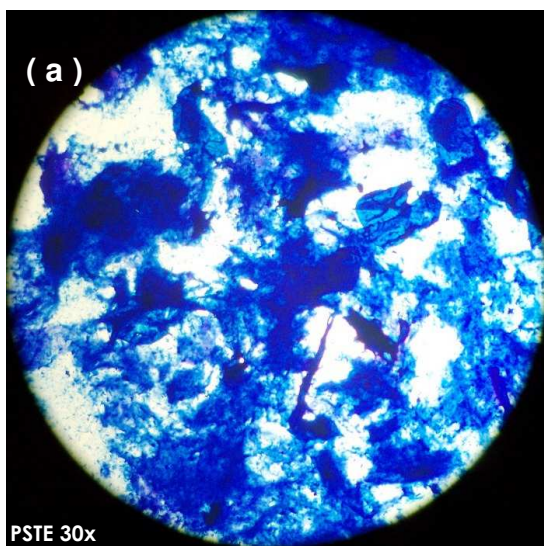
Nesse caso, de acordo com as superfícies encontradas não foi possível encontrar as condições ótimas por derivação matemática do modelo, visto que dentro da faixa estudada para cada parâmetro, não foi obtido ponto de inflexão nas superfícies de resposta. Sendo assim, essa determinação foi feita a partir da análise das curvas de contorno encontradas. É possível afirmar que as condições ótimas de aplicação da celulase foram concentração da enzima de 0,1% com tempo de incubação de 110 minutos e temperatura na faixa de 25 a 35°C.

Apesar de ser fornecida uma condição ótima, vale salientar que a análise de superfície de resposta é muito importante, pois visualiza o quanto é robusto ou não o processo, informação indispensável ao engenheiro de controle que definirá, por exemplo, o tipo de controlador e os sensores que deverão ser instalados, afetando diretamente a implementação e a viabilidade do processo (RODRIGUES, IEMMA, 2005).

5.2.3 Avaliação de “*Blends*” Enzimáticos

A Figura 5.5 apresenta as fotomicrografias do suco de pitanga com e sem tratamento enzimático para diferentes concentrações de celulase e pectinase. Através das fotos **a** e **b**, tomadas com aumento de 30x e 60x, observa-se que a microestrutura do suco de pitanga é composta por uma matriz de formato irregular, tendo como principais constituintes as pectinas e fibras.

Sabe-se que as pectinas, mesmo em baixas concentrações, em soluções aquosas e em presença de açúcares e ácidos (como ácido cítrico e málico) formam géis muito estáveis (BOBBIO e BOBBIO, 1992). Esta consistência gel é melhor observada nos detalhes apresentados pela foto **b** tomada com aumento de 60x, onde é possível visualizar um aglomerado formado por uma estrutura fibrosa (região mais escura) coberta por uma camada gelificada (regiões mais claras). Esta configuração estrutural é também descrita por Aguilera e Stanley (1999), os quais afirmam que em tecidos vegetais, as microfibrilas de celulose são englobadas por uma matriz amorfa composta principalmente por substâncias pécnicas.



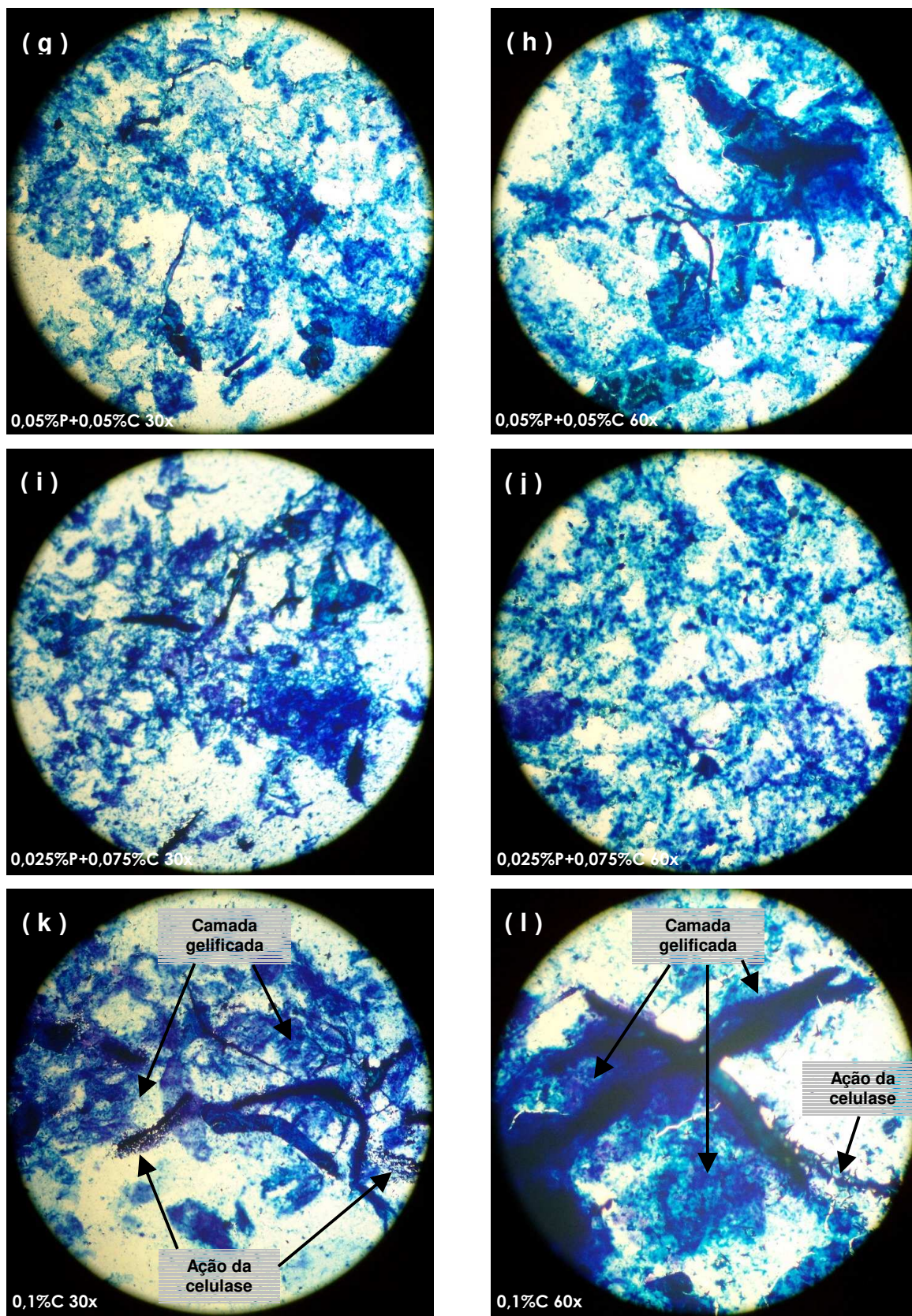


Figura 5.5: Fotomicrografias do suco com e sem tratamento enzimático (a –l).

O suco que passou pelo tratamento enzimático apenas com pectinase apresentou regiões nas quais a camada gelificada constituída por substâncias pécnicas se apresentou menos densa – regiões mais claras – (foto **d**) ou até mesmo deixou de existir ficando evidente, apenas, a presença de estruturas fibrosas (foto **c**). Já para os experimentos nos quais pectinase e celulase foram aplicadas, simultaneamente, não foram observadas mudanças significativas entre os diferentes tratamentos a partir da microscopia. Apenas notou-se a ação da pectinase devido à presença de regiões mais claras e a ação da celulase decorrente da diminuição das partículas fibrosas.

Analiticamente foi observado que a quantidade de fibras e pectina diminuiu gradativamente à medida que se aumentou a concentração de celulase e pectinase, respectivamente (Tabela 5.6). No entanto, para o experimento 5 que consistia no tratamento enzimático utilizando apenas celulase foi observado um aumento da quantidade de fibras no suco. Isso ocorre pelo fato de que a matriz pécica exerce um efeito protetor sobre as fibras celulósicas, dificultando a hidrólise enzimática exercida pela celulase (SHALOM, 1986). O principal efeito da pectinase é hidrolisar os polissacarídeos pécicos e expor a celulose e hemicelulose à degradação enzimática. Esse fato pode ser observado nas fotos **k** e **l**, nas quais fica evidente que a celulase conseguiu agir apenas em regiões expostas, enquanto que a matriz pécica presente nos arredores das fibras impediu a ação dessa enzima.

Tabela 5.6: Concentração de fibra e pectina do suco de pitanga após tratamento com “blend” enzimático.

Exp.	[Enzima]	Fibra (%)	Pectina (%)
1	0,1%P	0,033 ^{ab} ± 0,004	*
2	0,075%P+0,025%C	0,029 ^{ac} ± 0,002	0,001 ^a ± 0,000
3	0,05%P+0,05%C	0,023 ^c ± 0,002	0,001 ^a ± 0,000
4	0,025%P+0,075%C	0,012 ^d ± 0,001	0,003 ^b ± 0,001
5	0,1%C	0,022 ^{dc} ± 0,001	0,013 ^c ± 0,001
6	PSTE	0,041 ^b ± 0,003	0,015 ^d ± 0,001

* não detectável

Letras diferentes (na mesma coluna) significam diferença estatística, considerando nível de confiabilidade de 95%.

C = Celulase P = Pectinase PSTE = Suco Sem Tratamento Enzimático

A pectina é um dos principais componentes causadores da incrustação em processos com membranas. Dessa forma, entre os “blends” avaliados, os experimentos 2 e 3 apresentaram as menores quantidades de pectina após tratamento enzimático (Tabela 5.6). Visto que o experimento 3 resultou em quantidade de fibra inferior do que a encontrada para o experimento 2, optou-se em utilizar essas concentrações (0,05% de celulase e 0,05% de pectinase) para o desenvolvimento dos demais experimentos que utilizaram o “blend” enzimático.

5.2.3.1 Comportamento Reológico

Os tratamentos realizados com a combinação de celulase e pectinase apresentaram as maiores reduções de viscosidade, sendo que aquele realizado com 0,025% de pectinase e 0,075% de celulase foi o que proporcionou maior efeito (Figura 5.6).

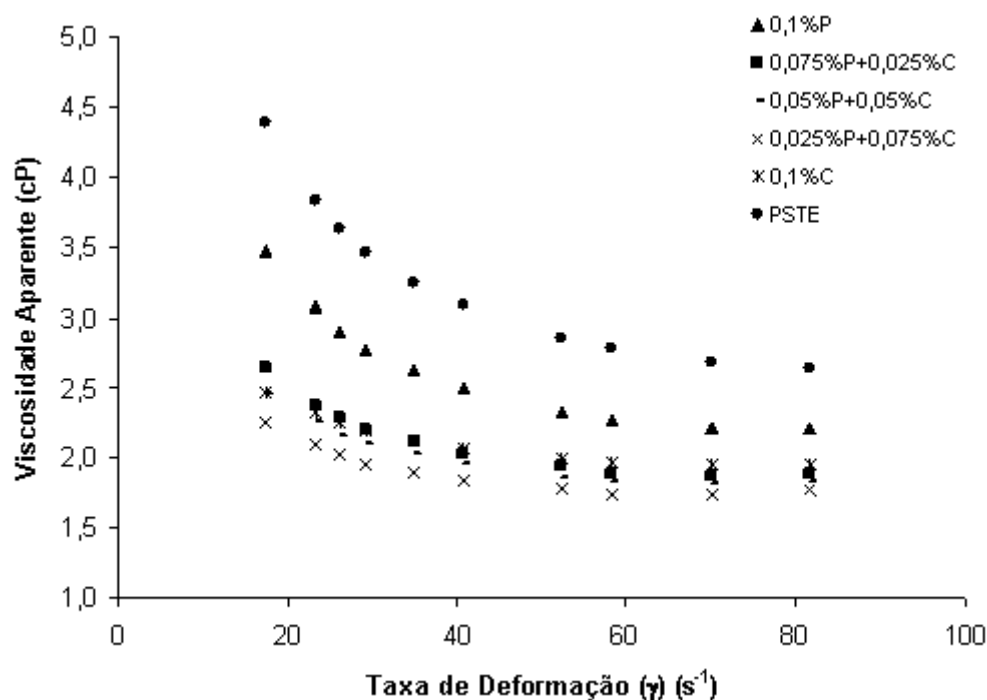


Figura 5.6: Relação entre viscosidade aparente e taxa de deformação para o suco de pitanga com e sem tratamento enzimático.

Esse comportamento está de acordo com os resultados apresentados na Tabela 5.6, na qual é possível verificar que a aplicação de pectinase,

independente da concentração, resultou em valores praticamente insignificantes de pectina, assim como, o aumento da concentração de celulase ocasionou a redução das fibras totais presentes.

Tabela 5.7: Parâmetros reológicos e estatísticos para o suco de pitanga antes e após tratamento enzimático.

Newtoniano $\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}$					
Experimento	η (Pa.s)	R^2	χ^2		
1	0,0024	0,8981	0,0012		
2	0,0020	0,9572	0,0004		
3	0,0019	0,9673	0,0003		
4	0,0018	0,9792	0,0002		
5	0,0020	0,9810	0,0002		
Suco	0,0029	0,8533	0,0023		
Ostwald-de-Waele (Lei da Potência) $\tau = K \cdot \dot{\gamma}^n$					
Experimento	K	n	R^2	χ^2	
1	0,0067	0,7412	0,9921	0,0001	
2	0,0041	0,8191	0,9943	0,0000	
3	0,0036	0,8392	0,9958	0,0000	
4	0,0030	0,8726	0,9951	0,0000	
5	0,0034	0,8714	0,9979	0,0001	
Suco	0,0096	0,7007	0,9944	0,0001	
Herschel-Bulkley (HB) $\tau = \tau_0 + K \cdot \dot{\gamma}^n$					
Experimento	τ_0	K	n	R^2	χ^2
1	0,0180	0,0032	0,8851	0,9960	0,0001
2	0,0119	0,0022	0,9420	0,9977	0,0001
3	0,0110	0,0020	0,9586	0,9977	0,0001
4	0,0064	0,0021	0,9391	0,9967	0,0001
5	0,0026	0,0030	0,8905	0,9979	0,0000
Suco	0,0273	0,0038	0,8807	0,9984	0,0000
Mizrahi-Berk $\tau^{0,5} = K_{0M} + K_M \cdot \dot{\gamma}^{n_M}$					
Experimento	K_{0M}	K_M	n_M	R^2	χ^2
1	0,1797	0,0065	0,8220	0,9996	0,0000
2	0,1389	0,0085	0,7697	0,9997	0,0000
3	0,1266	0,0097	0,7417	0,9996	0,0000
4	0,1211	0,0091	0,7600	0,9995	0,0000
5	0,1031	0,0160	0,6626	0,9999	0,0000
Suco	0,1886	0,0110	0,7283	0,9999	0,0000

Para comparar os ajustes aos modelos da Lei de Potência, Herschel-Bulkley (HB) e Mizrahi-Berk foram determinados os parâmetros reológicos e estatísticos para o suco de pitanga antes e após cada tratamento enzimático, utilizando-se as equações 3.3, 3.4 e 3.5, respectivamente. Os valores obtidos são apresentados na Tabela 5.7.

O modelo de Mizrahi-Berk teve o melhor ajuste para os dados experimentais, com coeficiente de correlação (R^2) superior a 0,9990 e χ^2 igual a zero para todos os experimentos (exceto o experimento 2 que apresentou R^2 de 0,9967). Os demais modelos (Lei da Potência e HB) também apresentaram ótimos ajustes com R^2 superior a 0,99 e χ^2 muito próximo de zero.

O modelo Lei da Potência também apresentou bom ajuste aos dados experimentais para suco de acerola, com R^2 superior a 0,97, sendo que o modelo HB apresentou os melhores resultados (SILVA et al., 2005). O modelo de HB foi o que melhor descreveu o comportamento da polpa de jabuticaba, sendo que o modelo Lei da Potência também apresentou um razoável ajuste ao comportamento de escoamento dessa polpa, com elevado coeficiente de determinação ($R^2 > 0,96$) (SATO e CUNHA, 2007). O modelo Lei da Potência, por sua vez, apresentou os melhores resultados para o ajuste dos dados experimentais durante o estudo das propriedades reológicas do suco de mirtilo (CEPEDA et al., 2002) e para polpa de manga centrifugada, no qual se obteve coeficiente de correlação igual a 0,99 (VIDAL et al., 2006).

A partir da Figura 5.7 verifica-se que todas as amostras apresentam comportamento muito próximo do Newtoniano dentro da faixa estudada. Porém, o ajuste a diferentes modelos reológicos (Tabela 5.7) mostrou que os sucos de pitanga sem tratamento assim como o tratado apenas com pectinase apresentaram comportamento pseudoplástico mais acentuado, visto que o índice de comportamento “n” para esses dois casos foi menor que a unidade.

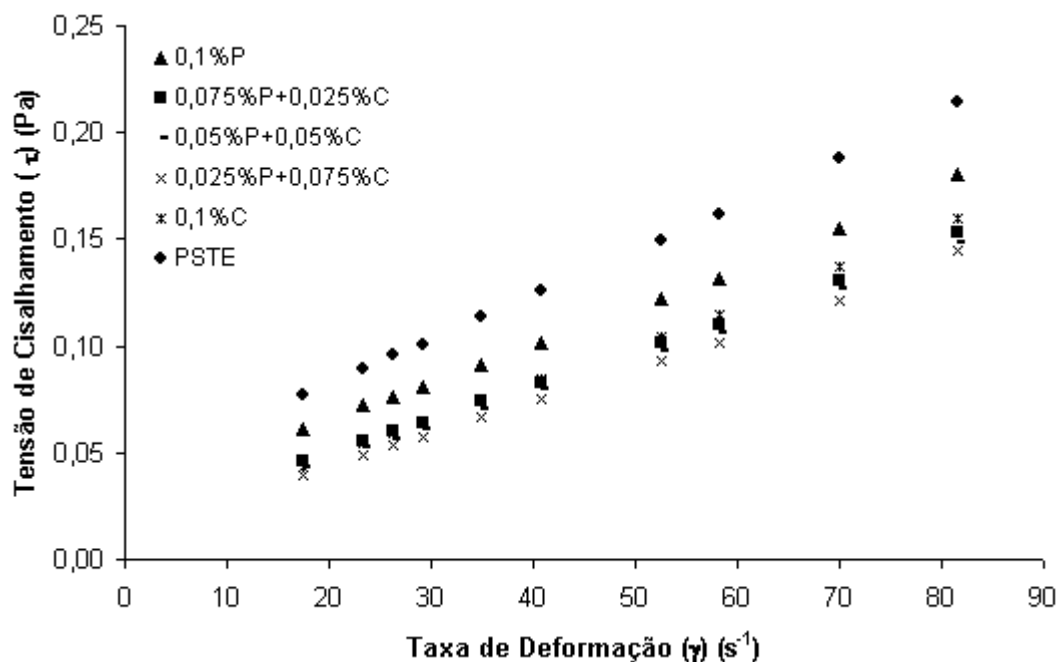


Figura 5.7: Relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação para o suco de pitanga com e sem tratamento enzimático.

5.3 PARTE 2: AVALIAÇÃO DAS MEMBRANAS

5.3.1 Aplicação da Célula de Laboratório

5.3.1.1 Produtos Obtidos (Retentado e Permeado)

Nas Tabelas 5.8, 5.9 e 5.10 estão presentes os resultados das análises de cor, análises físico-químicas e concentração de taninos das amostras de alimentação, retentado e permeado obtidas para as corridas realizadas com as membranas de polifluoreto de vinilideno de 500 kDa (PVDF500) e de 150 kDa (PVDF150), de polietersulfona de 150 kDa (PES150) e de celulose de 30 kDa (CEL30) para suco sem tratamento (PSTE) e com tratamento enzimático utilizando protease, celulase e pectinase.

Os parâmetros (c^* , h^* e L^*) avaliados durante a análise de cor (Tabela 5.8) apresentaram tendência semelhante para todas as membranas quando se

compararam os resultados para alimentação, retentado e permeado. Girard e Fukumoto (1999) realizaram estudo semelhante para suco de maçã e encontraram o mesmo comportamento. Percebeu-se que, tanto as alimentações quanto os retentados tiveram luminosidade tendendo ao escuro (L^* inferior a 50), cor alaranjada tendendo ao amarelo ($45 < h^* < 60$) e saturação (c^*) em torno de 30. Notou-se uma discreta diferença entre os valores dos parâmetros dos retentados e das alimentações, porém, dada a grandeza da escala dos parâmetros, essa diferença não é importante e não foi percebida visualmente. Os permeados, por sua vez, mostraram-se claros (L^* superior a 93) e com cor no quadrante do amarelo tendendo ao vermelho para as amostras de suco sem tratamento enzimático e para as amostras tratadas com celulase e pectinase ($83 < h^* < 90$). O suco tratado com protease resultou em permeado amarelo com tendência ao verde ($h^* > 97$) e com maior saturação ($c^* > 22$).



Figura 5.8: Fotografias das frações de retentado e permeado para suco sem tratamento enzimático e tratado com protease.

Os valores para pH variaram pouco entre os diferentes experimentos. Para a alimentação houve variação entre 2,90 e 2,95. Para o retentado, esse valor ficou entre 2,88 e 2,98 e no permeado apresentou-se entre 2,92 e 3,03. Para o caso dos experimentos com protease, devido ao ajuste de pH realizado, a alimentação caracterizou-se por um pH igual a 5, sendo que o retentado e o permeado tiveram variação de 4,93 a 5,01 e 4,97 a 5,05, respectivamente.

Tabela 5.8: Resultados para análise de cor das alimentações e das frações obtidas.

		Parâmetro c*			Parâmetro h*			Parâmetro L*		
		A	R	P	A	R	P	A	R	P
PSTE	PVDF150		31,20±0,05 ^a	9,50±0,01 ^a		52,54±0,07 ^a	83,28±0,01 ^a		41,97±0,05 ^{ab}	96,51±0,01 ^a
	PES150	29,51±0,19 ^a	32,35±0,11 ^b	12,19±0,02 ^b	53,55±0,04 ^a	52,46±0,08 ^b	85,03±0,02 ^b	41,18±0,14 ^a	42,31±0,11 ^{ac}	95,95±0,01 ^b
	CEL30		32,32±0,04 ^{bc}	12,69±0,01 ^c		52,50±0,05 ^b	84,19±0,00 ^c		42,50±0,01 ^c	95,71±0,01 ^c
	PVDF500		31,86±0,03 ^{bd}	13,08±0,01 ^d		52,15±0,04 ^c	89,04±0,01 ^d		42,20±0,06 ^{ac}	94,24±0,01 ^d
PROTEASE	PVDF150		29,25±0,03 ^e	22,24±0,00 ^e		53,64±0,11 ^d	98,77±0,00 ^e		40,58±0,06 ^{de}	95,51±0,01 ^e
	PES150	26,02±0,06 ^b	29,98±0,02 ^f	24,62±0,01 ^f	55,75±0,07 ^b	53,52±0,11 ^{ef}	98,44±0,01 ^f	39,14±0,06 ^b	41,05±0,01 ^{ef}	95,01±0,00 ^f
	CEL30		29,04±0,32 ^g	25,43±0,00 ^g		53,25±0,04 ^{egh}	97,85±0,00 ^g		40,36±0,21 ^{dg}	94,75±0,00 ^g
	PVDF500		29,11±0,04 ^g	25,58±0,00 ^h		54,23±0,04 ⁱ	98,11±0,01 ^h		40,62±0,03 ^{de}	94,62±0,00 ^h
CELULASE	PVDF150		31,55±0,45 ^{cdh}	11,08±0,01 ⁱ		52,87±0,07 ^j	86,62±0,03 ^j		41,61±0,29 ^{bh}	96,13±0,02 ⁱ
	PES150	28,07±0,01 ^c	32,07±0,09 ^{bcd}	14,88±0,00 ^j	55,09±0,03 ^c	53,36±0,05 ^{ef}	85,46±0,00 ^j	40,47±0,01 ^c	42,02±0,09 ^{abc}	95,01±0,01 ^f
	CEL30		31,45±0,31 ^{dh}	13,99±0,01 ^k		52,95±0,07 ^j	85,28±0,01 ^k		41,57±0,28 ^{bh}	95,34±0,00 ^j
	PVDF500		31,78±0,06 ^{bd}	10,47±0,00 ^l		53,55±0,04 ^f	88,83±0,01 ^l		41,89±0,17 ^{abi}	94,77±0,01 ^k
PECTINASE	PVDF150		31,00±0,20 ^{hi}	11,25±0,01 ^m		53,35±0,08 ^{ef}	85,44±0,03 ^j		41,01±0,17 ^{efj}	96,01±0,01 ^l
	PES150	27,26±0,06 ^d	31,31±0,16 ^{dh}	13,90±0,01 ⁿ	54,54±0,01 ^d	53,00±0,04 ^{gj}	89,19±0,01 ^m	39,21±0,02 ^b	41,24±0,15 ^{fhi}	95,70±0,02 ^c
	CEL30		31,68±0,08 ^{bdh}	14,10±0,01 ^o		53,26±0,08 ^{efgh}	87,59±0,03 ⁿ		41,44±0,06 ^{fhi}	95,48±0,01 ^e
	PVDF500		30,27±0,24 ^{fi}	15,52±0,01 ^p		53,89±0,03 ^l	84,74±0,00 ^o		40,94±0,17 ^{efj}	94,77±0,01 ^g
CEL+PEC	PVDF150		30,52±0,50 ^{fi}	10,64±0,00 ^q		51,90±0,13 ^{cm}	87,84±0,02 ^p		40,25±0,42 ^d	94,76±0,01 ^g
	PES150	27,38±0,10 ^d	31,50±0,21 ^{dh}	13,82±0,00 ^r	53,48±0,14 ^a	51,85±0,03 ^m	89,82±0,06 ^q	39,02±0,05 ^b	40,75±0,20 ^{dji}	94,20±0,01 ^d
	CEL30		31,58±0,04b ^{dh}	13,89±0,01 ⁿ		51,77±0,07 ^m	88,71±0,03 ^r		40,81±0,03 ^{egj}	94,03±0,00 ^m
	PVDF500		30,51±0,07 ^{fi}	14,47±0,00 ^s		52,98±0,01 ^{hj}	87,68±0,02 ^s		40,65±0,03 ^{de}	93,79±0,01 ⁿ

Letras diferentes (na mesma coluna) significam diferença estatística, considerando nível de confiabilidade de 95%.

A = Alimentação, R = Retentado, P = Permeado

Tabela 5.9: Composição físico-química das alimentações e frações obtidas.

		pH			Acidez Titulável (mg ác. Cítrico/100 g)			Ácido Ascórbico (mg/100 g)		
		A	R	P	A	R	P	A	R	P
PSTE	PVDF150	2,95±0,02 ^a	2,98±0,02 ^a	3,00±0,04 ^a	38,84±0,77 ^a	39,62±0,18 ^{ab}	36,44±0,19 ^a	19,41±0,98 ^a	17,95±0,17 ^{ab}	18,59±0,13 ^{ab}
	PES150		2,93±0,01 ^{ab}	2,95±0,01 ^a		40,04±0,37 ^a	34,13±1,63 ^{bc}		16,65±0,34 ^{acd}	12,40±0,03 ^{cd}
	CEL30		2,94±0,01 ^{ab}	2,92±0,01 ^a		39,35±0,20 ^{ab}	34,92±0,32 ^{bd}		16,07±0,54 ^{ae}	16,35±1,26 ^{ef}
	PVDF500		2,88±0,07 ^b	3,00±0,13 ^a		37,24±0,23 ^c	33,51±0,69 ^{bc}		19,94±0,24 ^{bf}	16,03±0,11 ^f
PROTEASE	PVDF150	5,00±0,00 ^b	4,98±0,02 ^{cd}	4,98±0,01 ^b	14,78±0,18 ^b	14,99±0,07 ^{de}	13,25±0,09 ^e	13,87±0,26 ^b	14,33±0,26 ^{eg}	13,71±0,12 ^c
	PES150		5,01±0,01 ^c	5,04±0,02 ^b		14,91±0,21 ^d	12,91±0,26 ^e		13,54±0,99 ^g	10,66±0,33 ^g
	CEL30		5,00±0,01 ^{cd}	5,05±0,05 ^b		15,37±0,47 ^{de}	13,29±0,25 ^e		12,43±0,14 ^g	9,40±0,07 ^g
	PVDF500		4,93±0,01 ^d	4,97±0,04 ^b		15,63±0,19 ^e	13,34±0,05 ^e		13,47±0,32 ^g	12,80±0,35 ^c
CELULASE	PVDF150	2,93±0,03 ^c	2,96±0,02 ^{ab}	2,95±0,04 ^a	36,32±0,14 ^c	38,12±0,08 ^{fg}	28,01±0,15 ^g	19,08±0,36 ^a	17,93±0,13 ^{ab}	17,85±0,49 ^{ah}
	PES150		2,91±0,01 ^{ab}	2,93±0,01 ^a		38,35±0,15 ^{fb}	33,54±0,09 ^{cf}		15,91±0,27 ^{ce}	13,60±0,03 ^c
	CEL30		2,94±0,02 ^{ab}	2,96±0,02 ^a		37,41±0,06 ^{cghi}	33,16±0,08 ^{ch}		17,11±0,99 ^{ach}	17,46±0,57 ^{aei}
	PVDF500		2,91±0,03 ^{ab}	2,96±0,01 ^a		37,32±0,17 ^{ch}	34,50±0,09 ^{bdf}		18,50±0,74 ^{bdh}	17,66±0,52 ^{aej}
PECTINASE	PVDF150	2,90±0,03 ^{ac}	2,93±0,02 ^{ab}	2,94±0,02 ^a	37,86±0,08 ^{ad}	37,91±0,19 ^{cfh}	35,76±0,14 ^{ad}	19,69±0,23 ^a	18,37±0,23 ^{bdh}	19,47±0,28 ^b
	PES150		2,97±0,02 ^a	2,95±0,03 ^a		38,95±0,11 ^{bi}	34,35±0,19 ^{bc}		19,19±0,35 ^{bf}	18,08±0,54 ^{akl}
	CEL30		2,89±0,01 ^b	2,92±0,01 ^a		39,73±0,15 ^a	34,45±0,12 ^{bci}		19,29±0,39 ^{bf}	19,00±0,51 ^{bhk}
	PVDF500		2,89±0,02 ^b	2,94±0,01 ^a		38,57±0,19 ^{fi}	36,88±0,24 ^a		18,51±0,35 ^{bdh}	17,75±0,23 ^{aej}
CEL+PEC	PVDF150	2,94±0,10 ^{ac}	2,95±0,01 ^{ab}	2,94±0,04 ^a	37,12±0,27 ^{cd}	35,90±0,08 ^j	32,14±0,12 ^h	20,16±0,78 ^a	18,37±0,59 ^{bdh}	17,01±0,33 ^{efl}
	PES150		2,96±0,04 ^{ab}	2,93±0,01 ^a		36,43±0,37 ^j	33,59±0,18 ^{cf}		19,00±0,13 ^{bf}	17,59±0,11 ^{aej}
	CEL30		2,98±0,04 ^a	3,03±0,01 ^a		38,60±0,40 ^{fi}	35,71±0,39 ^{adi}		20,37±1,27 ^f	16,28±0,31 ^{fi}
	PVDF500		2,95±0,03 ^{ab}	2,95±0,01 ^a		36,04±0,20 ^j	34,37±0,35 ^{bc}		19,18±0,35 ^{bf}	16,58±0,25 ^{fij}

Letras diferentes (na mesma coluna) significam diferença estatística, considerando nível de confiabilidade de 95%.

A = Alimentação, R = Retentado, P = Permeado

Continuação

Tabela 5.9.

		Sólidos totais (%)			Sólidos solúveis (°Brix)			Cinzas (%)		
		A	R	P	A	R	P	A	R	P
PSTE	PVDF150		3,02±0,01 ^a	1,95±0,01 ^a		2,69±0,02 ^{abcd}	2,24±0,05 ^{ab}		0,06±0,00 ^{ab}	0,04±0,00 ^{ab}
	PES150	2,53±0,05 ^a	2,96±0,01 ^{bc}	1,88±0,01 ^{bc}	2,59±0,04 ^{ab}	2,71±0,10 ^{abde}	2,05±0,04 ^c	0,06±0,01 ^a	0,06±0,01 ^{ab}	0,06±0,00 ^{ab}
	CEL30		2,89±0,01 ^{de}	1,89±0,01 ^{bc}		2,60±0,03 ^{adcd}	2,05±0,02 ^c		0,03±0,00 ^a	0,02±0,01 ^a
	PVDF500		2,88±0,01 ^{df}	1,90±0,00 ^b		2,76±0,03 ^{ae}	2,32±0,07 ^{ade}		0,07±0,02 ^b	0,05±0,02 ^{ab}
PROTEASE	PVDF150		2,88±0,00 ^{df}	1,96±0,01 ^{ad}		2,73±0,00 ^{abcde}	2,31±0,03 ^{abde}		0,22±0,01 ^{cd}	0,20±0,02 ^c
	PES150	2,64±0,01 ^b	3,04±0,01 ^a	2,05±0,01 ^{ef}	2,75±0,08 ^a	3,11±0,02 ^f	2,31±0,02 ^{ade}	0,22±0,02 ^b	0,23±0,01 ^c	0,20±0,02 ^c
	CEL30		2,97±0,01 ^b	1,99±0,01 ^g		2,93±0,09 ^{ef}	2,18±0,02 ^{bcd}		0,24±0,01 ^c	0,20±0,02 ^c
	PVDF500		2,86±0,01 ^{df}	1,86±0,02 ^c		2,67±0,10 ^{abcd}	2,38±0,07 ^{degh}		0,19±0,01 ^d	0,20±0,02 ^c
CELULASE	PVDF150		2,93±0,01 ^{ceb}	2,03±0,01 ^{eh}		2,57±0,02 ^{bcd}	2,05±0,05 ^c		0,07±0,00 ^{ab}	0,05±0,01 ^{ab}
	PES150	2,54±0,01 ^{ab}	2,62±0,01 ^g	1,69±0,01 ⁱ	2,63±0,00 ^{ab}	2,74±0,0 ^{ade}	2,29±0,02 ^{adf}	0,07±0,00 ^a	0,07±0,00 ^b	0,07±0,00 ^b
	CEL30		2,92±0,01 ^{ceh}	2,02±0,01 ^h		2,60±0,03 ^{abcd}	2,25±0,00 ^{af}		0,07±0,00 ^{ab}	0,07±0,01 ^{ab}
	PVDF500		2,88±0,03 ^{dffh}	2,09±0,01 ^j		2,67±0,06 ^{abcd}	2,42±0,02 ^{def}		0,04±0,00 ^{ab}	0,04±0,01 ^{ab}
PECTINASE	PVDF150		2,76±0,01 ^{ij}	2,05±0,00 ^{ef}		2,58±0,00 ^{abcd}	2,32±0,02 ^{ade}		0,07±0,01 ^b	0,07±0,01 ^b
	PES150	2,50±0,05 ^a	2,79±0,02 ^j	1,94±0,01 ^a	2,46±0,02 ^b	2,55±0,06 ^{bc}	2,26±0,06 ^{afg}	0,08±0,00 ^a	0,06±0,00 ^{ab}	0,06±0,01 ^{ab}
	CEL30		2,77±0,02 ⁱ	1,98±0,01 ^{gd}		2,70±0,10 ^{abcd}	2,29±0,06 ^{afd}		0,07±0,01 ^{ab}	0,07±0,01 ^b
	PVDF500		2,69±0,01 ^k	2,14±0,01 ^k		2,68±0,04 ^{abcd}	2,41±0,02 ^{deh}		0,06±0,00 ^{ab}	0,06±0,00 ^{ab}
CEL+PEC	PVDF150		2,84±0,01 ^f	1,99±0,00 ^g		2,71±0,06 ^{abcde}	2,35±0,02 ^{ade}		0,08±0,03 ^b	0,07±0,013 ^b
	PES150	2,56±0,06 ^{ab}	2,85±0,01 ^{df}	2,06±0,01 ^f	2,59±0,12 ^{ab}	2,70±0,07 ^{abcd}	2,36±0,02 ^{ade}	0,08±0,01 ^a	0,07±0,03 ^{ab}	0,04±0,01 ^{ab}
	CEL30		2,85±0,00 ^{df}	2,14±0,00 ^k		2,52±0,10 ^c	2,45±0,00 ^{eh}		0,08±0,02 ^b	0,05±0,00 ^{ab}
	PVDF500		2,72±0,02 ^{jk}	2,16±0,00 ^k		2,62±0,07 ^{abcd}	2,49±0,08 ^h		0,06±0,03 ^{ab}	0,05±0,04 ^{ab}

Letras diferentes (na mesma coluna) significam diferença estatística, considerando nível de confiabilidade de 95%.

A = Alimentação, R = Retentado, P = Permeado

Tabela 5.10: Concentração e retenção de taninos.

		Taninos (mg/100 g)			
		A	R	P	Retenção
PSTE	PVDF150		16,61±0,29 ^{abcd}	8,50±0,09 ^{ab}	48,83
	PES150	13,73±0,13 ^a	17,29±0,46 ^{abd}	9,34±0,26 ^{ac}	45,98
	CEL30		17,01±0,54 ^{abd}	8,97±0,14 ^{abc}	47,27
	PVDF500		18,00±0,41 ^{ad}	9,76±0,68 ^{cd}	45,78
PROTEASE	PVDF150		14,45±0,27 ^{bce}	10,15±0,10 ^{be}	29,76
	PES150	14,02±0,22 ^{ab}	15,34±0,20 ^{abce}	9,02±0,13 ^{abc}	41,20
	CEL30		14,84±0,33 ^{bcef}	8,80±0,30 ^{abc}	40,70
	PVDF500		14,85±0,44 ^{abcde}	8,53±0,08 ^{ab}	42,56
CELULASE	PVDF150		15,52±0,09 ^{abcde}	7,04±0,71 ^{ef}	54,83
	PES150	14,56±0,38 ^{ab}	15,13±1,29 ^{abcde}	8,21±0,49 ^{ab}	48,23
	CEL30		17,02±0,05 ^{abcde}	9,29±0,13 ^{abc}	45,42
	PVDF500		14,02±0,34 ^c	8,06±0,21 ^{be}	42,47
PECTINASE	PVDF150		13,47±0,30 ^e	6,96±0,26 ^{ef}	48,33
	PES150	11,96±0,13 ^c	13,77±0,48 ^{ce}	6,69±0,11 ^f	51,42
	CEL30		16,66±0,97 ^{abcd}	9,50±0,44 ^{acd}	42,98
	PVDF500		13,73±0,97 ^{ce}	8,29±0,21 ^{ab}	39,62
CEL+PEC	PVDF150		18,43±0,00 ^{afd}	8,74±0,42 ^{abg}	52,58
	PES150	15,01±0,67 ^b	17,87±0,74 ^{ad}	10,78±0,35 ^b	39,68
	CEL30		18,46±0,41 ^d	12,33±0,69 ^h	33,21
	PVDF500		17,84±3,46 ^{ad}	9,86±0,58 ^{cdg}	44,73

Letras diferentes (na mesma coluna) significam diferença estatística, considerando nível de confiabilidade de 95%.

A = Alimentação, R = Retentado, P = Permeado

As amostras de alimentação, retentado e permeado diferiram significativamente ($p \leq 0,05$) com relação à acidez, cujo valor inicial foi de 14,78 mg de ácido cítrico/100 g para a alimentação tratada com protease e entre 36,32 e 38,84 mg de ácido cítrico/100 g para as demais. Foi possível observar que o suco que passou por tratamento enzimático apresentou valores de acidez levemente inferiores àquele apresentado pelo suco sem tratamento, exceto para o caso do suco tratado com protease. Em todos os casos, a acidez foi maior no retentado (14,91 a 40,04 mg de ácido cítrico/100 g) e menor no permeado (12,91 a 36,44 mg de ácido cítrico/100 g). Os menores valores para acidez titulável encontrados nos

ensaio com tratamento enzimático utilizando protease foram decorrentes do ajuste de pH necessário para uma boa atividade dessa enzima.

Comparando as respostas para pH e acidez titulável das amostras de retentado e permeado, percebeu-se que no processo de micro e ultrafiltração do suco de pitanga ocorreu uma concentração de ácidos não-dissociados, sem alterar a concentração de íons hidrogênio, visto que o retentado apresentou maior concentração de ácido cítrico quando comparado com o permeado, porém, o pH foi praticamente igual em ambas as frações. O mesmo comportamento foi obtido com suco de umbu (USHIKUBO et al., 2007), tamarindo (WATANABE, 2007) e abacaxi (BARROS et al., 2003).

A quantidade de ácido ascórbico na alimentação variou entre 13,87 e 20,16 mg/100 g. O ácido ascórbico, em presença de ar, sofre oxidação rapidamente (FENNEMA, 1993). Isso justifica a maior quantidade de vitamina C na alimentação, que sofreu menos manipulação. Após o processo de clarificação, na maior parte dos casos, o retentado apresentou maior concentração de ácido ascórbico, visto que o permeado ficou em contato direto com ar durante o experimento, provocando perda mais acentuada desse componente. Comportamento contrário foi observado para os experimentos com suco sem tratamento enzimático para PVDF150 e CEL30, tratado com protease para CEL30 e com pectinase para PVDF150.

Cassano et al. (2007), avaliando a ultrafiltração do suco de kiwi com uma membrana de PVDF de 150 kDa também obtiveram maior concentração de ácido ascórbico no permeado (750 mg/L). Porém, Filho et al. (2003) encontraram maior concentração de vitamina C no retentado (32,2 a 39,6 mg/100 g) quando estudaram a aplicação de membranas cerâmicas na microfiltração de suco de laranja. Como a quantidade de ácido ascórbico presente no suco inicial foi muito pequena, é difícil estabelecer uma relação, pois qualquer diferença no tratamento do suco pode ter influenciado o resultado da análise.

A menor concentração de vitamina C nas amostras de suco tratado com protease está relacionada ao ajuste de pH, que provocou a neutralização de parte

do ácido ascórbico presente. Além disso, o próprio tratamento enzimático também pode ter influenciado, decorrente do maior tempo de processamento e condições elevadas de temperatura, conforme relataram Ciani et al. (2005) quando estudaram a clarificação e concentração de suco de caju aplicando uma membrana de polietersulfona de 0,3 μm .

Em todos os experimentos as membranas agiram como uma barreira à passagem de sólidos. A alimentação apresentou concentração de sólidos totais variando entre 2,50 e 2,64%, o retentado entre 2,69 e 3,04% e o permeado entre 1,69 e 2,16%. A retenção aumentou à medida que a massa molecular de corte das membranas diminuiu, exceto para a membrana CEL30. As maiores retenções dos sólidos totais foram obtidas com a membrana PES150 (28,02 a 36,44%), seguida pela PVDF150 (25,49 a 35,32%), CEL30 (25,00 a 34,85%) e PVDF500 (20,36 a 33,75%). O suco sem tratamento enzimático (PSTE) foi o que resultou em maiores retenções, enquanto que a aplicação combinada de celulase e pectinase apresentaram os menores resultados.

A correção do pH feita com solução de hidróxido de sódio para realização do tratamento com protease elevou a quantidade de sólidos e, conseqüentemente, a quantidade de cinzas. Para os demais experimentos praticamente não houve diferença entre a quantidade de cinzas para alimentação, retentado e permeado.

O teor de sólidos solúveis é de grande importância nos frutos, tanto para o consumo "*in natura*" como para o processamento industrial, visto que elevados teores desses constituintes na matéria-prima implicam menor adição de açúcares (PINHEIRO et al., 1984). O teor de sólidos solúveis inicialmente entre 2,46 e 2,71 °Brix aumentou no retentado (2,52 a 3,11 °Brix) e, conseqüentemente, diminuiu no permeado (2,05 a 2,49 °Brix). Carvalho et al. (2008) avaliaram a retenção de açúcares no processo de clarificação de suco de abacaxi e perceberam que a quantidade de sacarose diminuiu quando se comparou o suco antes e após o processo de clarificação.

Maiores valores para retenção de sólidos solúveis foram obtidos para o suco sem tratamento enzimático e tratado com protease (10,86 a 25,72%),

enquanto que a aplicação combinada de celulase e pectinase resultou nas menores retenções (2,78 a 13,28%). As aplicações isoladas de celulase e pectinase resultaram em retenções variando de 9,36 a 20,23 e de 10,07 a 15,19%, respectivamente. Em relação à retenção, verificou-se que a membrana de microfiltração (PVDF500) apresentou menores retenções (4,96 a 15,94%) do que as membranas de ultrafiltração (7,60 a 25,72%). Carvalho et al. (2008) e Youn et al. (2004) encontraram comportamento contrário para suco de abacaxi e maçã, respectivamente, provavelmente devido ao tipo de filtração aplicado e à configuração das membranas. Esses autores utilizaram filtração tangencial e membranas tubulares, enquanto que nos experimentos realizados na célula de laboratório, utilizaram-se membranas planas. Além disso, os ensaios realizados na célula se assemelham à filtração convencional, resultando em acúmulo excessivo de sólidos sobre a superfície da membrana, que podem ter agido como uma barreira extra à passagem de sólidos solúveis.

De acordo com a Tabela 5.10, a retenção de taninos variou entre 29,76 e 54,83%, sendo que os experimentos realizados com suco tratado com protease apresentaram retenções mais baixas (média de 38%), enquanto que para os demais casos essa média foi superior a 42%.

Os taninos são polifenóis de elevada massa molecular (500 a 3000 Da). Além disso, mesmo em baixas concentrações protéicas, os polifenóis se ligam à superfície das moléculas de proteína formando uma monocamada hidrofóbica, gerando uma estrutura de maior massa molecular (GAONKAR e McPHERSON, 2006). Dessa forma, a retenção de taninos pode estar relacionada com a retenção de proteínas. Sendo assim, a aplicação de protease provavelmente provocou a destruição desses complexos polifenóis-proteínas, o que justifica os menores índices de retenção de taninos apresentados na clarificação do suco tratado com essa enzima.

Barato (2008) obteve retenções de taninos superiores a 71% para suco de caju utilizando membranas poliméricas de massa molecular de corte entre 0,5 e 200 kDa. Watanabe (2007) obteve retenção de até 36% de taninos durante

microfiltração de suco de tamarindo utilizando membrana tubular de polipropileno de 0,2 μm (500 kDa), resultado semelhante ao encontrado por Carvalho et al. (1998) para suco de abacaxi utilizando membrana de polissulfona de 50 kDa.

Em nenhum experimento houve permeação de carotenóides pela membrana, ou seja, ocorreu 100% de retenção. Isso demonstra a importância de estudar possíveis aplicações desse retentado, devido ao elevado valor funcional. Miranda (2005) aplicou o retentado do processo de clarificação de suco de melancia para produção de bala de goma com elevado teor de carotenóides. A análise sensorial deste produto mostrou grande aceitabilidade do mesmo.

Vaillant et al. (2005) obtiveram 100% de retenção de β -caroteno na clarificação de suco de melão utilizando membrana cerâmica de diâmetro de poro de 0,2 μm (500 kDa). O mesmo comportamento foi observado por Clareto (2007) durante microfiltração de polpa de goiaba utilizando membrana cerâmica de 0,2 μm (500 kDa), enquanto que Miranda (2005) obteve índices de retenção de licopeno entre 96,2 e 98,2% durante ultrafiltração de suco de melancia utilizando membrana cerâmica de 0,01 μm .

Comportamento Reológico

As amostras de permeado apresentaram o mesmo comportamento, independente do tratamento enzimático realizado, considerando taxas de deformação inferiores a 41 s^{-1} (Figura 5.9). Para taxas superiores os resultados apresentaram comportamento anômalo, decorrente da limitação do equipamento nessa faixa de estudo.

A partir da Tabela 5.11 verificou-se que o modelo Newtoniano pode ser utilizado para descrever os dados experimentais obtidos para as frações de permeado, visto que se obteve R^2 superior a 0,98 em todos os casos. Além disso, a viscosidade para as frações de permeado obtidas a 35°C (1,00 cP) é semelhante à viscosidade da água à mesma temperatura (0,77 cP), o que era esperado, já que a clarificação de sucos utilizando membranas provoca a

completa remoção dos sólidos suspensos, um dos fatores responsáveis por viscosidades mais elevadas.

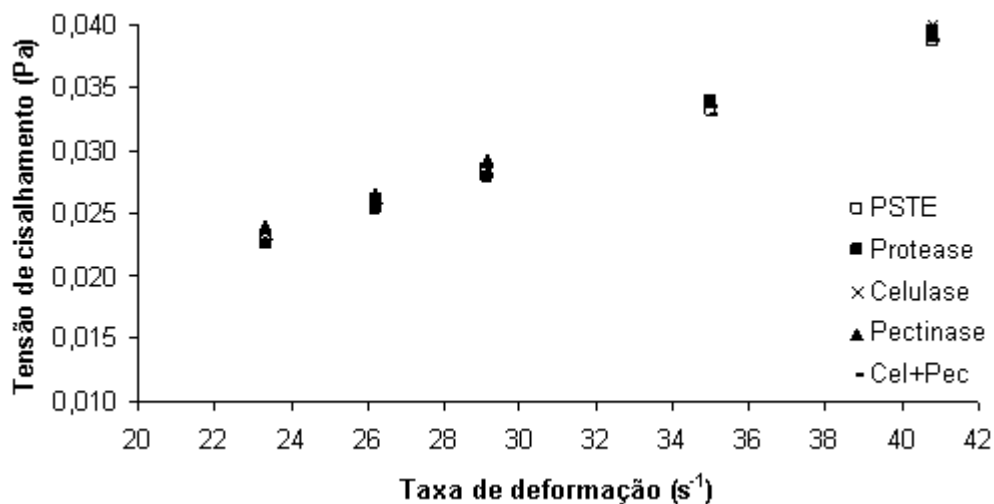


Figura 5.9: Curvas de escoamento para o permeado.

Tabela 5.11: Parâmetros reológicos e estatísticos para o permeado obtido nos ensaios de microfiltração (PVDF 500 kDa).

Newtoniano $\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}$			
Experimento	η (Pa.s)	R ²	χ^2
PSTE	0,0010	0,9871	0,0001
PROTEASE	0,0010	0,9996	0,0000
CELULASE	0,0010	0,9975	0,0000
PECTINASE	0,0010	0,9794	0,0001
CEL+PEC	0,0010	0,9931	0,0000

Também foi observado comportamento Newtoniano para suco de banana (KHALIL et al., 1989), pêra (IBARZ et al., 1989) e laranja (IBARZ et al., 1994). Nesses estudos, o suco primeiramente foi despectinizado e posteriormente os sólidos suspensos foram removidos por filtração convencional, obtendo-se um suco clarificado com características semelhantes às obtidas para as frações de permeado com suco de pitanga.

Para o ajuste das curvas de escoamento das frações de retentado foram utilizados os modelos: Newtoniano, Lei da Potência, Herschel-Bulkley (HB) e Mizrahi-Berk (Tabela 5.12).

Tabela 5.12: Parâmetros reológicos e estatísticos para o retentado obtido nos ensaios de microfiltração.

Ostwald-de-Waele (Lei da Potência) $\tau = K \cdot \dot{\gamma}^n$					
Experimento	K	n	R ²	χ^2	
PSTE	0,0955	0,5109	0,9983	0,0006	
PROTEASE	0,0840	0,4960	0,9917	0,0024	
CELULASE	0,0365	0,5090	0,9949	0,0004	
PECTINASE	0,0507	0,4372	0,9934	0,0002	
CEL+PEC	0,0151	0,5535	0,9919	0,0003	
Herschel-Bulkley $\tau = \tau_0 + K \cdot \dot{\gamma}^n$					
Experimento	τ_0	K	n	R ²	χ^2
PSTE	0,1049	0,0561	0,6044	0,9991	0,0003
PROTEASE	0,0897	0,0494	0,5879	0,9941	0,0017
CELULASE	0,0178	0,0292	0,5475	0,9942	0,0004
PECTINASE	0,0591	0,0257	0,5491	0,9924	0,0003
CEL+PEC	0,0030	0,0142	0,5362	0,9921	0,0003
Mizrahi-Berk $\tau^{0,5} = K_{0M} + K_M \cdot \dot{\gamma}^{n_M}$					
Experimento	K _{0M}	K _M	n _M	R ²	χ^2
PSTE	0,3800	0,0709	0,4755	0,9995	0,0002
PROTEASE	0,5201	0,0095	0,8212	0,9996	0,0001
CELULASE	0,2307	0,0477	0,4566	0,9903	0,0007
PECTINASE	0,2938	0,0360	0,4785	0,9906	0,0003
CEL+PEC	0,1963	0,0159	0,5983	0,9962	0,0002

Ao contrário das frações de permeado, para as amostras de retentado ficou evidente a influência do tratamento enzimático no comportamento reológico (Figura 5.10). Além disso, a tensão de cisalhamento para as amostras de retentado foi 10 a 20 vezes maior do que aquela para as frações de permeado. Esse comportamento é consequência dos sólidos suspensos presentes em grande quantidade no retentado.

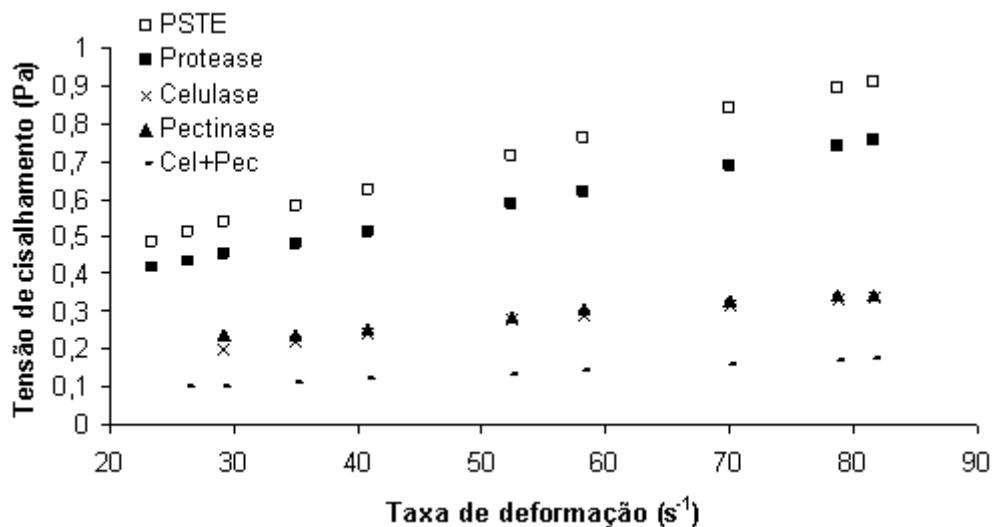


Figura 5.10: Curvas de escoamento para o retentado.

De acordo com os resultados encontrados (Tabela 5.12), as amostras de retentado (FC 2) apresentaram índice de comportamento (n) menor que 1, caracterizando comportamento pseudoplástico, característico para polpas de frutas e semelhante ao observado anteriormente na caracterização reológica do suco antes e após diferentes tratamentos enzimáticos (Resultados e Discussão PARTE 1). Exceto o modelo Newtoniano que apresentou coeficiente de determinação (R^2) inferior a 0,50, os demais apresentaram R^2 próximo de 0,99. Sendo assim, o modelo Lei da Potência é indicado para aplicação em cálculos de engenharia, por apresentar apenas dois parâmetros.

Optou-se em avaliar reologicamente apenas as frações obtidas da microfiltração do suco de pitanga (PVDF500). Porém, resultados preliminares mostraram que as frações de retentado e permeado obtidas com as outras membranas apresentaram comportamento semelhante ao acima descrito.

Para suco concentrado de tamarindo (71 °Brix), em baixas temperaturas (10 a 30°C), o modelo de Herschel-Bulkley apresentou melhor ajuste, seguido pelo modelo Lei da Potência, obtendo-se erro padrão de 3,82 e 7,45, respectivamente (AHMED et al., 2007). Para suco de manga, o modelo Lei da Potência descreveu melhor os dados experimentais e obteve-se índice de comportamento entre 0,20 e

0,33 (DAK et al., 2007). Cepeda et al. (2002) avaliando o comportamento reológico do suco concentrado de mirtilo também constataram que o modelo Lei da Potência teve melhor ajuste, sendo que para concentrações mais baixas (24,9 °Brix) a 30°C o índice de comportamento foi igual a 0,78. Em todos esses casos não foi realizada a remoção dos sólidos suspensos, seja por centrifugação ou filtração, o que os faz semelhante às frações de retentado obtidas durante a clarificação do suco de pitanga.

5.3.1.2 Fluxo de Permeado

A partir da Figura 5.11 e da Tabela 5.13 fica evidente a presença de três comportamentos distintos em relação ao fluxo de permeado.

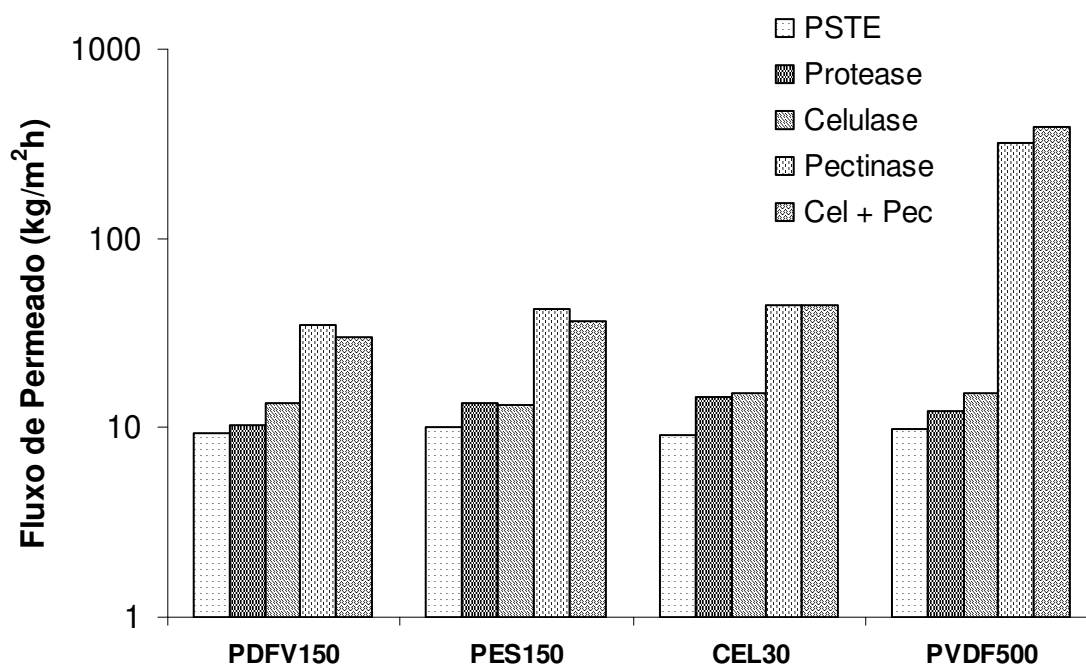


Figura 5.11: Fluxo médio de permeado para os experimentos realizados.

O primeiro é caracterizado por menores fluxos de permeado, na ordem de 10 a 15 kg/m²h. Nesse grupo encontram-se os resultados obtidos com todas as membranas quando se utilizou suco sem tratamento enzimático e o tratado com

protease e celulase. Um segundo comportamento é caracterizado por fluxos intermediários (entre 30 e 45 kg/m²h). Esses fluxos foram obtidos para as membranas de PVDF150, PES150, CEL30 e PVDF500 aplicando suco tratado com pectinase e com a combinação de celulase e pectinase. O terceiro comportamento apresentou fluxos de permeado muito mais elevados (superiores a 300 kg/m²h) e foram obtidos durante microfiltração (PVDF500) do suco tratado com pectinase e com a combinação de celulase e pectinase. Devido a esses comportamentos diferentes, os resultados de fluxo de permeado foram avaliados separadamente para facilitar a comparação entre os experimentos com resultados semelhantes.

Tabela 5.13: Fluxo médio de permeado.

Fluxo de permeado (kg/m²h)	PVDF150	PES150	CEL30	PVDF500
PSTE	9,29	10,08	9,04	9,81
Protease	10,30	13,49	14,56	12,11
Celulase	13,39	13,22	15,13	15,13
Pectinase	34,89	41,91	44,63	317,84
Cel + Pec	30,03	36,19	44,13	388,65

Micro e Ultrafiltração de Suco sem Tratamento e Tratado com Protease e Celulase

A partir das Figuras 5.12 e 5.13, observa-se à exceção da membrana PVDF150, queda no fluxo em função do tempo de operação do sistema com uma curva exponencial, típica de processos de micro e ultrafiltração. Esta redução do fluxo pode ser explicada devido à existência dos fenômenos de polarização da concentração, formação da camada polarizada e da incrustação. As curvas completas para todas as corridas realizadas são apresentadas individualmente nos Apêndices, item 9.2.

Para o caso das amostras que não sofreram tratamento enzimático, quanto menor a massa molecular de corte da membrana, menor foi o fluxo de permeado, exceto para a membrana PES150 que apresentou o melhor resultado, com fluxo médio de 10,08 kg/m²h, seguida pela PVDF500 (9,81 kg/m²h), PVDF150 (9,29

kg/m²h), enquanto que a membrana CEL30 apresentou o menor fluxo médio, 9,04 kg/m²h. Em relação aos fluxos iniciais (Figuras 5.12 e 5.13) as membranas PES150 e CEL30 apresentaram os maiores resultados, 173,81 e 136,53 kg/m²h, respectivamente, ao passo que para PVDF500 esse valor foi de 23,07 kg/m²h e para PVDF150 de 19,10 kg/m²h.

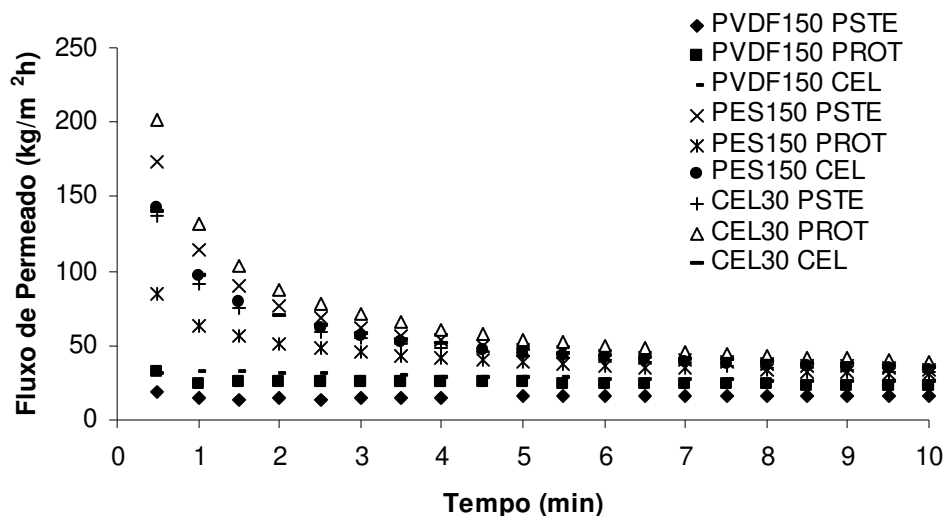


Figura 5.12: Fluxo de permeado durante os 10 minutos iniciais para as corridas de ultrafiltração do suco sem e com tratamento enzimático com protease e celulase.

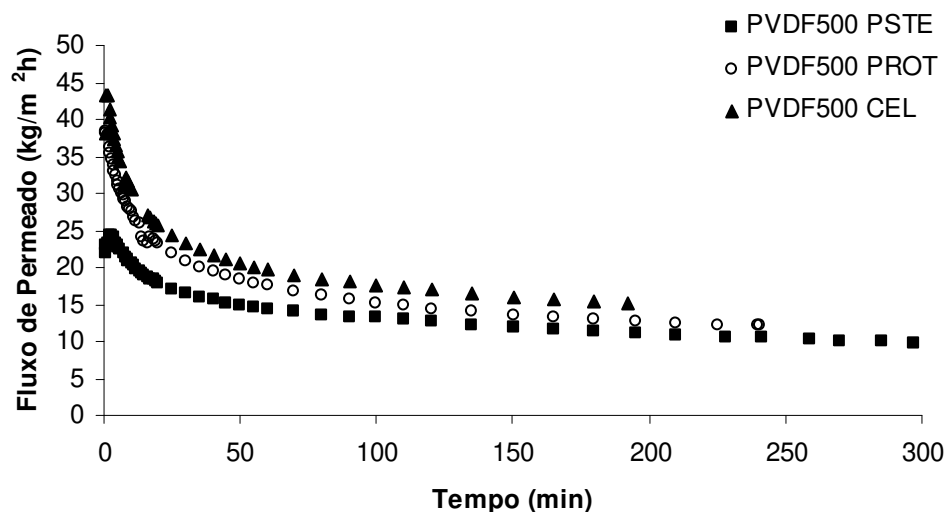


Figura 5.13: Curvas de fluxo de permeado (FC=2) obtidas com a membrana de microfiltração (PVDF500) para suco sem e com tratamento enzimático com protease e celulase.

O tamanho dos poros da membrana e dos solutos presentes na alimentação são fatores muito importantes na avaliação do fluxo de permeado. Frequentemente, membranas com poros maiores têm fluxo inicial de permeado maior, mas menores fluxos médios (CHERYAN, 1998). Se partículas do soluto têm a mesma ordem de grandeza dos poros da membrana, a possibilidade de entupimento dos poros é maior, ou seja, escolher uma membrana com poros maiores não significa obter melhores fluxos. Chamchong e Noomhorn (1991) observaram que para a clarificação de suco de tangerina, uma membrana de 0,2 μm resultou em menor fluxo de permeado que aquele obtido para membranas de 0,1 μm e 100 kDa.

Membranas de PVDF apresentam caráter mais hidrofóbico que membranas de PES (CHERYAN, 1998). Este fato foi comprovado por Riedl et al. (1998) que encontraram fluxos de água de 3,24 e 8,69 $\text{kg/m}^2\text{s}$ para membranas de 0,2 μm de PVDF e PES, respectivamente. Essa característica pode estar relacionada aos maiores fluxos obtidos com a membrana de PES, quando comparados com a de PVDF, visto que o suco em questão se apresenta como uma solução aquosa. Além disso, a membrana de PES de 0,2 μm apresentou maior fluxo de permeado que a de PVDF de 0,2 μm durante clarificação de suco de maçã não-despectinizado (RIEDL et al., 1998).

A realização de tratamento enzimático com protease resultou em aumento entre 10 e 61% do fluxo de permeado quando comparado com o suco sem tratamento, independente da membrana utilizada (Tabela 5.13). A melhor resposta ocorreu com a membrana CEL30, que também apresentou o maior fluxo inicial (201,3 $\text{kg/m}^2\text{h}$). As membranas de PVDF, por sua vez, foram as que apresentaram os aumentos de fluxo mais discretos.

Membranas de celulose, em geral, apresentam maior adsorção superficial de proteínas quando comparadas com membranas de PVDF e PES, porém, a natureza do material da membrana torna-se menos importante se a polarização da concentração e a deposição de proteínas são significativas (CHERYAN, 1998).

Esse efeito pode ser observado na Tabela 5.14, na qual, para os experimentos realizados sem tratamento enzimático, a membrana de celulose apresentou um dos maiores valores para resistência total, provavelmente, decorrente da maior adsorção de proteínas na superfície dessa membrana. De acordo com a Tabela 5.14, o efeito do entupimento dos poros (R_F), em geral, é maior nas membranas PVDF150 e PES150, o que explica o menor fluxo obtido com essas membranas, quando comparado com o resultado obtido para a membrana CEL30.

Tabela 5.14: Resistência total (m^{-1}) e contribuições, em %, das resistências da membrana, incrustação e camada polarizada.

Experimento			R_T (m^{-1})	% R_M (m^{-1}) R_F (m^{-1}) R_P (m^{-1})		
PSTE	PVDF150	(1)	8,28E+13	0,71	4,99	94,30
	PES150	(2)	7,55E+13	0,82	3,64	95,54
	CEL30	(3)	8,19E+13	1,04	0,53	98,43
	PVDF500	(4)	7,68E+13	0,13	1,88	97,99
PROTEASE	PVDF150	(5)	7,39E+13	0,79	0,47	98,74
	PES150	(6)	5,52E+13	1,12	0,53	98,35
	CEL30	(7)	5,31E+13	1,61	0,30	98,09
	PVDF500	(8)	6,25E+13	0,16	0,96	98,88
CELULASE	PVDF150	(9)	5,77E+13	1,01	0,57	98,42
	PES150	(10)	5,78E+13	1,07	0,54	98,39
	CEL30	(11)	4,90E+13	1,74	0,18	98,07
	PVDF500	(12)	5,06E+13	0,19	2,53	97,27
PECTINASE	PVDF150	(13)	2,20E+13	2,65	0,86	96,49
	PES150	(14)	1,77E+13	3,50	1,48	95,01
	CEL30	(15)	1,70E+13	5,01	0,20	94,79
	PVDF500	(16)	2,39E+12	4,06	4,47	91,47
CEL+PEC	PVDF150	(17)	2,51E+13	2,33	1,16	96,52
	PES150	(18)	2,13E+13	2,92	10,10	86,98
	CEL30	(19)	1,71E+13	5,01	2,89	92,11
	PVDF500	(20)	1,94E+12	5,02	6,78	88,21

Lukanin et al. (2003) avaliaram o processo de concentração de suco de maçã por destilação com membranas e mostraram que o tratamento enzimático adicional realizado com protease aumentou o fluxo de permeado. Os autores

atribuíram essa melhora no fluxo devido à redução de biopolímeros (entre eles as proteínas) presentes no suco após hidrólise enzimática.

Yu e Lencki (2004) avaliaram o processo de microfiltração de suco de maçã utilizando uma membrana de PVDF de 0,2 μm e aplicando tratamento enzimático com protease e pectinase. Os resultados mostraram que a aplicação de protease resultou em fluxos relativamente maiores quando comparados com o processo sem tratamento enzimático. Porém, os melhores resultados foram obtidos a partir da aplicação de pectinase.

A realização de tratamento enzimático com celulase melhorou o fluxo de permeado entre 31 e 67%, sendo que as membranas CEL30 e PVDF500 apresentaram as melhores respostas (15,13 $\text{kg/m}^2\text{h}$), com aumento do fluxo de permeado de 54 e 67%, respectivamente, em relação ao fluxo obtido para suco sem tratamento (Tabela 5.13). Vaillant et al. (2005) obtiveram, para o processo de clarificação de suco de melão, aumentos do fluxo de permeado entre 7 e 20% após aplicação de um preparado enzimático com atividade celulolítica e hemicelulolítica, sendo que a melhor resposta foi obtida para concentração total de 0,02% de enzima.

Ultrafiltração de Suco Tratado com Pectinase e com a Combinação Celulase e Pectinase

As ultrafiltrações de suco tratado com pectinase e com a combinação de celulase e pectinase apresentaram comportamento muito semelhante entre si, independente do tratamento realizado e da membrana utilizada (Figura 5.14).

Em relação à ultrafiltração de suco de pitanga, o tratamento realizado com pectinase resultou em aumentos entre 275 e 393% do fluxo de permeado quando comparado com o suco sem tratamento, sendo que a membrana CEL30 apresentou o melhor resultado (44,63 $\text{kg/m}^2\text{h}$), seguida pela PES150 (41,91 $\text{kg/m}^2\text{h}$) e pela PVDF150 (34,89 $\text{kg/m}^2\text{h}$). A mesma ordem foi observada para fluxo

inicial, com resultados de 366, 256 e 124 kg/m²h para as membranas CEL30, PES150 e PVDF150, respectivamente (Figura 5.15).

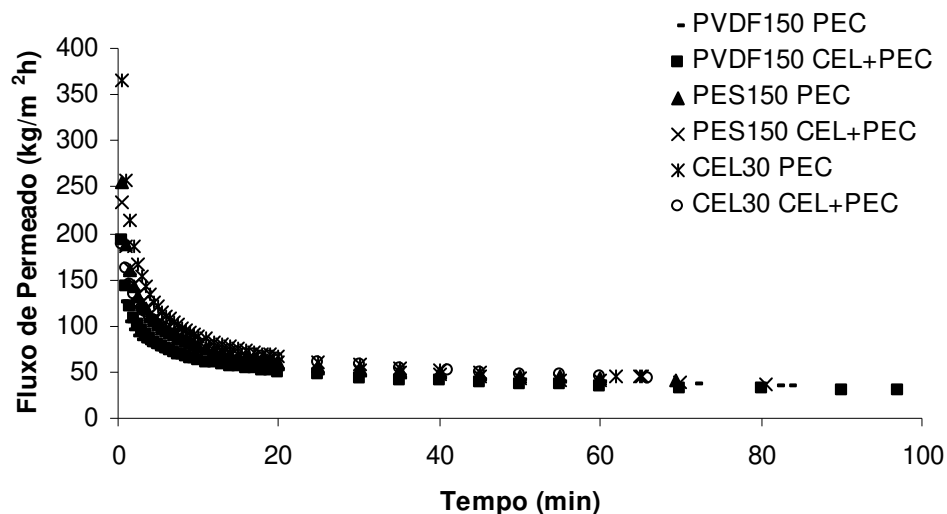


Figura 5.14: Curvas de fluxo de permeado (FC=2) obtidas com a membrana de ultrafiltração (PVDF150, PES150 e CEL30) para suco tratado com pectinase e a combinação celulase e pectinase.

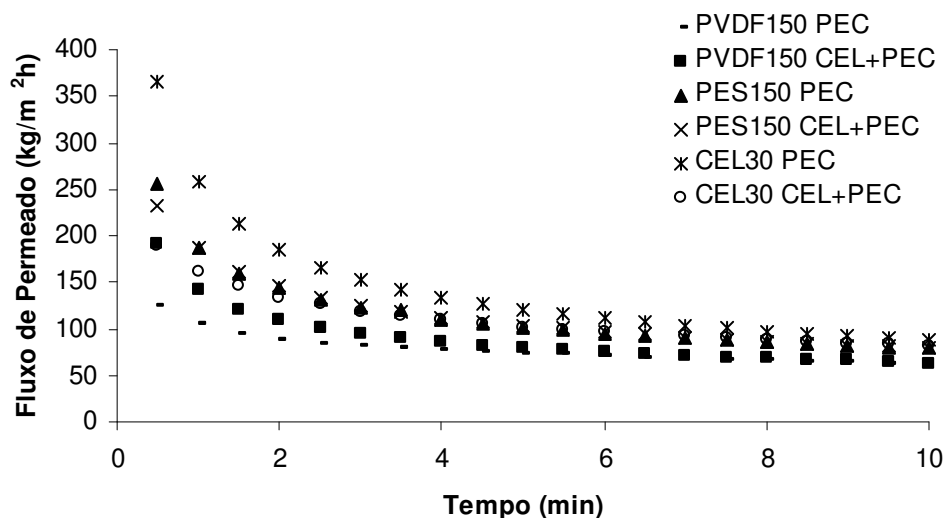


Figura 5.15: Fluxo de permeado durante os 10 minutos iniciais para as corridas de ultrafiltração do suco tratado com pectinase e a combinação celulase e pectinase.

Analisando a Figura 5.11 fica evidente que a aplicação de pectinase resultou em aumento expressivo do fluxo de permeado. Diversos estudos demonstraram esse comportamento. A aplicação de pectinase resultou um aumento de fluxo de permeado de 266% para suco de kiwi (WILSON e DONALD, 1983), 100% para suco de acerola (MATTA et al., 2000), 40% para suco de caju (CIANCI et al., 2005), entre 25 e 35% para suco de umbu (USHIKUBO et al., 2007) e 32% e 43% para ultra e microfiltração de suco de maçã, respectivamente (YOUN et al., 2004).

Os resíduos de ácido galacturônico provocam a formação de colóides (gel), que em sucos de frutas estão na concentração entre 100 e 1000 mg/L. A sua presença determina a viscosidade das soluções de pectinas e facilita para que outros componentes fiquem em suspensão dificultando a extração do suco (BARROS et al., 2004; FILHO et al., 1991). A aplicação de pectinase provoca a hidrólise das pectinas, causando a precipitação de complexos de pectina-proteína. O suco resultante apresenta menor quantidade de pectina e menor viscosidade o que facilita o processo de filtração.

É possível verificar a partir da Figura 5.16 que, para os casos onde foi realizado tratamento enzimático com pectinase (Experimentos 13 a 20), a resistência devido à camada polarizada é menor, decorrente da redução do teor de pectina, comportamento semelhante ao observado por Matta et al. (2004) durante clarificação de suco de acerola. Além disso, a resistência devido à incrustação (Figura 5.17) foi menor nas membranas de celulose (Experimentos 3, 7, 11, 15 e 19). Girard e Fukumoto (1999), avaliando as membranas de PVDF, PES e celulose também constataram que as membranas de celulose resultaram nas menores resistências decorrente do entupimento dos poros. Isso pode estar relacionado com possíveis interações que ocorrem entre os componentes do suco e o polímero formador da membrana. Os experimentos apresentados nas Figuras 5.16 e 5.17 seguem a mesma ordem apresentada na Tabela 5.14.

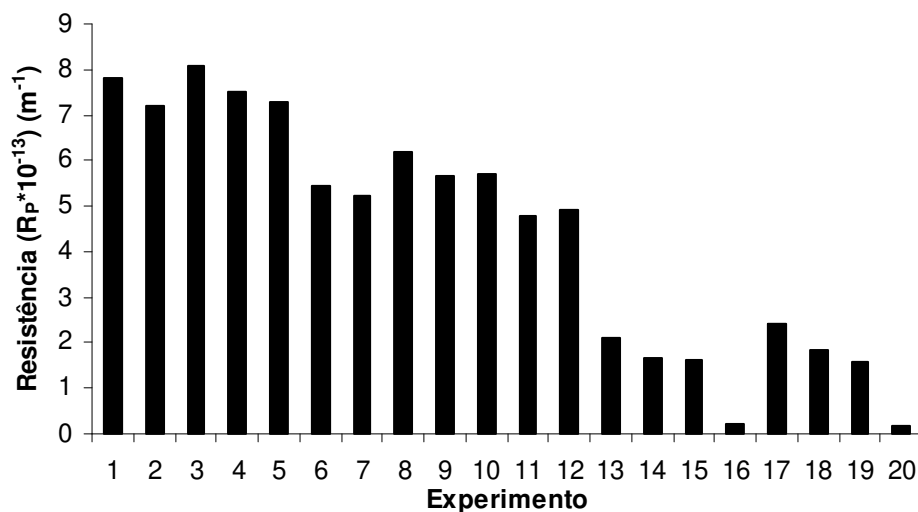


Figura 5.16: Resistência devido à camada polarizada para os experimentos realizados na unidade de laboratório.

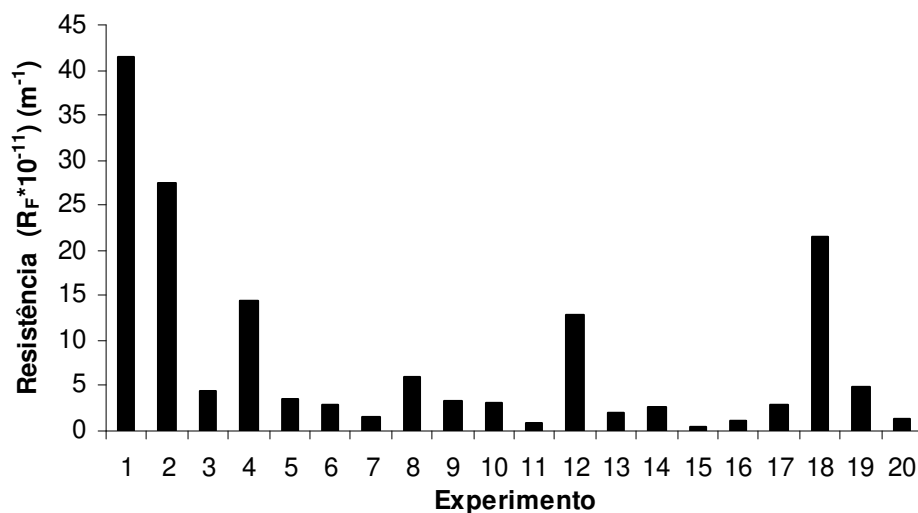


Figura 5.17: Resistência devido à incrustação para os experimentos realizados na unidade de laboratório.

Em relação à aplicação combinada de celulase e pectinase, essa apresentou comportamento semelhante à aplicação isolada de pectinase, porém foi observado fluxo de permeado levemente inferior (entre 30,03 e 44,13 kg/m²h), representando aumento de fluxo entre 223 e 388%, em relação ao suco sem tratamento. Esse fato provavelmente decorre de que a ação combinada da

celulase e da pectinase resultou em partículas de massa molecular próxima à massa molecular de corte das membranas de ultrafiltração utilizadas. Esses resultados são confirmados a partir da Figura 5.17, na qual se pode verificar que os experimentos realizados com celulase e pectinase (experimentos 17, 18 e 19) apresentaram resistência devido à incrustação maior que à apresentada pelas membranas após clarificação de suco tratado apenas com pectinase (experimentos 13, 14 e 15).

Microfiltração de Suco Tratado com Pectinase e com a Combinação Celulase e Pectinase

A microfiltração de suco de pitanga tratado com pectinase e com a combinação de celulase e pectinase resultou em fluxos médios de permeado iguais a 317,84 e 388,65 kg/m²h, respectivamente. Esses resultados são elevados quando comparados aos demais valores obtidos nas outras condições. Além disso, representam aumento de 3141% e 3863%, respectivamente, em relação ao fluxo de permeado para suco sem tratamento enzimático.

Comportamento semelhante foi obtido por Vaillant et al. (1999) durante a aplicação de membrana cerâmica de 0,2 µm para clarificação de suco de maracujá. A aplicação de tratamento enzimático melhorou em até 600% o fluxo de permeado, resultando em valores próximos a 113 L/m²h, sendo que as aplicações de preparados enzimáticos com atividade pectinolítica e celulolítica resultaram em melhores fluxos de permeado do que aqueles preparados contendo apenas pectinase ou celulase.

Ao contrário das demais corridas, durante a microfiltração de suco de pitanga tratado com pectinase e com o “blend” de celulase e pectinase, a queda do fluxo de permeado, considerando FC 2, foi menos acentuada (Figura 5.18). Avaliando as Figuras 5.16 e 5.17 é possível verificar que a resistência devido à camada polarizada foi muito menor do que para os outros experimentos e a resistência devido à incrustação também apresentou valores baixos. Esses fatores

associados foram responsáveis pelos elevados valores de fluxo de permeado obtidos nesse caso.

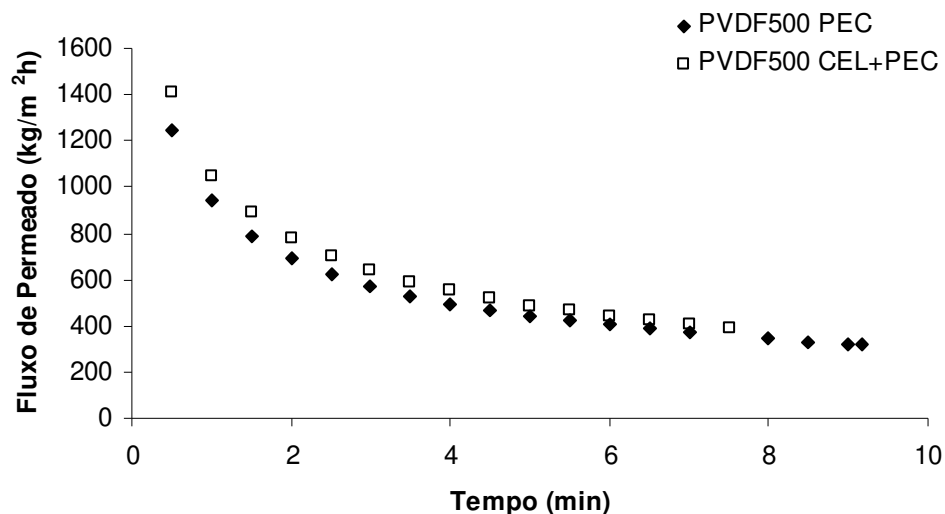


Figura 5.18: Curvas de fluxo de permeado (FC=2) obtidas com a membrana de microfiltração (PVDF500) para suco tratado com pectinase e a combinação celulase e pectinase.

5.3.1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

A análise microscópica através do MEV permite a visualização estrutural das membranas e a indicação de possíveis alterações na sua integridade. A Figura 5.19 mostra em detalhe a camada polimérica de PVDF, o suporte fibroso e o provável agente compatibilizante que melhora a aderência do polímero depositado sobre a membrana. É possível verificar que o polímero depositado sobre o suporte representa apenas uma fina camada. Além disso, esse polímero estava muito bem aderido ao suporte, o que impossibilitou uma prévia remoção da camada filtrante para posterior fratura e análise da seção transversal. Deve-se ressaltar que, para as membranas analisadas, não foi possível realizar análise da seção transversal, visto que as mesmas não fraturaram utilizando-se nitrogênio líquido. Isso ocorreu devido às fibras presentes no suporte da membrana. Sendo assim, a análise microscópica da superfície das membranas permitiu a obtenção

de algumas informações que reforçam os resultados encontrados a partir de outras observações.



Figura 5.19: Detalhe do polímero e suporte da membrana de PVDF de 500 kDa.

A Figura 5.20 (a – f) mostra a microestrutura da superfície das membranas de PVDF de 500 kDa antes e após utilização para processo de clarificação de suco de pitanga. Optou-se por avaliar microscopicamente essa membrana visto que com ela obtiveram-se os melhores resultados de fluxo de permeado.

A imagem da membrana virgem (a) permite visualizar a presença de poros aparentes. Esse comportamento foi percebido em todas as membranas, com exceção da membrana utilizada para clarificar suco tratado com celulase (d). Nesse caso, provavelmente, os sólidos presentes no suco após tratamento ocasionaram maior entupimento dos poros da membrana, aumentando a incrustação da mesma. Esse fenômeno está de acordo com os dados obtidos para as resistências devido à incrustação (Figura 5.17 – Experimento 12), visto que

esse experimento apresentou o maior valor para essa resistência avaliando os resultados obtidos para a membrana em questão.

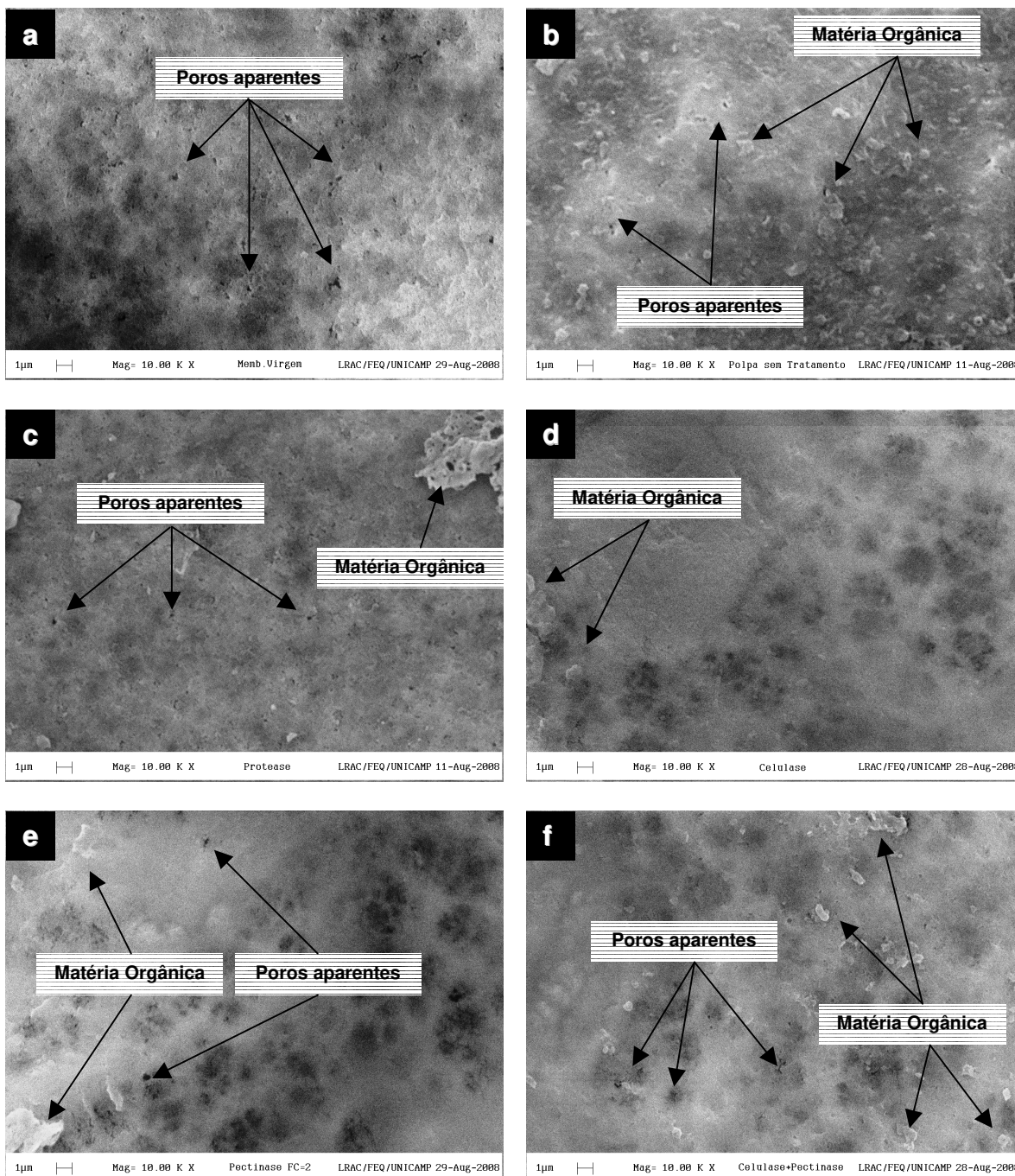


Figura 5.20: Microfotografias da superfície da membrana de PVDF de 500 kDa: Membrana virgem (a), Suco sem tratamento enzimático (b), Protease (c), Celulase (d), Pectinase (e), Celulase + Pectinase (f).

É possível verificar, também, que a membrana virgem (**a**) não apresentou depósitos de matéria orgânica, enquanto que nas demais fica evidente a presença de partículas depositadas sobre a membrana, provenientes do suco e que devem ter contribuído para a formação da camada polarizada e da incrustação das membranas.

O fato de as membranas não terem fraturado, impossibilitou relacionar a espessura dessa camada com a resistência gerada pela mesma, conforme visto por Riedl et al. (1998) e Yu e Lencki (2004). A clarificação de suco de maçã utilizando uma membrana de PVDF de 0,2 μm resultou em uma camada polarizada de 4 μm de espessura (RIEDL et al., 1998). Além disso, Yu e Lencki (2004) perceberam, a partir da microscopia eletrônica de varredura das membranas de PVDF de 0,2 μm utilizadas para clarificação de suco de maçã, que o tratamento enzimático realizado com pectinaesterase resultou em uma camada polarizada com aparência lamelar sem aumento aparente da macroporosidade dessa. Nesse mesmo estudo a ação de pectinaliase resultou em uma camada polarizada mais rugosa, diferentemente daquela obtida para o suco sem tratamento enzimático, que foi mais densa e com a presença de poucos macroporos.

5.3.2 Aplicação da Planta Piloto

5.3.2.1 Produtos Obtidos (Retentado e Permeado)

As frações obtidas na planta piloto (Tabela 5.15) foram muito semelhantes às obtidas utilizando a célula de laboratório. Para os resultados de cor foi percebido o mesmo comportamento para os parâmetros c^* , h^* e L^* . Pequena diferença foi observada para as amostras de permeado, que apresentaram cor no quadrante do vermelho ($h^* > 90$), assim como a saturação da cor nas amostras de retentado ($c^* > 27$) foram um pouco menores nas amostras obtidas na planta piloto.

Em relação à análise de pH foi observado que as amostras não diferiram de acordo com o equipamento utilizado durante a microfiltração. As frações obtidas

na planta piloto apresentaram teores mais elevados de acidez, assim como de sólidos totais e cinzas. Valores maiores para sólidos totais e cinzas foram obtidos visto que na planta piloto os sólidos depositados sobre a membrana representaram uma fração muito pequena quando comparada com a massa total de alimentação, diferentemente do caso dos experimentos na célula. Nestes a massa de alimentação é menor enquanto que o depósito de sólidos na superfície da membrana é proporcionalmente significativa por se tratar de uma filtração quase perpendicular, com maior quantidade de sólidos depositada na camada polarizada formada sobre a membrana.

Tabela 5.15: Caracterização físico-química das alimentações e das frações obtidas.

Parâmetros		A	R	P
pH	PSTE	2,95±0,02	2,97±0,02	2,99±0,02
	CEL + PEC	2,98±0,11	2,97±0,02	2,96±0,03
Acidez Titulável(mg ác. Cítrico/100 g)	PSTE	38,84±0,77	42,02±0,39	37,27±0,11
	CEL + PEC	38,79±0,28	41,75±0,17	29,58±0,09
Ácido Ascórbico (mg/100 g)	PSTE	20,02±1,01	4,75±0,41	9,18±0,19
	CEL + PEC	22,75±0,88	5,36±0,42	10,76±0,16
Sólidos Totais (%)	PSTE	2,53±0,05	3,24±0,01	2,06±0,02
	CEL + PEC	2,56±0,06	2,99±0,01	2,31±0,02
Sólidos Solúveis (°Brix)	PSTE	2,59±0,04	2,80±0,10	2,28±0,02
	CEL + PEC	2,64±0,03	2,63±0,07	2,52±0,07
Cinzas (%)	PSTE	0,06±0,01	0,06±0,00	0,06±0,00
	CEL + PEC	0,08±0,01	0,07±0,01	0,08±0,00
Taninos (mg/100 g)	PSTE	13,73±0,13	15,40±1,58	9,00±0,61
	CEL + PEC	15,01±0,67	13,82±0,18	10,02±0,50
L*	PSTE	41,18±0,14	40,16±0,13	95,61±0,04
	CEL + PEC	39,02±0,05	39,47±0,02	95,08±0,03
c*	PSTE	29,51±0,19	27,20±0,15	14,58±0,06
	CEL + PEC	27,38±0,10	28,26±0,11	16,35±0,04
h*	PSTE	53,55±0,04	54,02±0,07	91,92±0,06
	CEL + PEC	53,48±0,14	53,07±0,02	91,94±0,06

A aplicação da planta piloto resultou em perda elevada de ácido ascórbico, tanto para o suco sem tratamento como para o tratado enzimaticamente, totalizando 65% de perdas em cada caso. Tanto o retentado quanto o permeado apresentaram baixos valores de ácido ascórbico (aproximadamente 5 mg/100 g para retentado e 10 mg/100 g para permeado), diferentemente daqueles encontrados durante a aplicação da célula de laboratório que foram superiores a 19 e 16 mg/100 g, respectivamente. Os experimentos realizados na planta piloto tiveram duração muito maior do que aqueles realizados na célula. Além disso, a configuração da planta fez com que o retentado permanecesse em constante contato com o ar devido à recirculação no equipamento, potencializando a oxidação do ácido ascórbico presente. O permeado, por sua vez, apresentou perdas menores, pois à medida que era coletado, era conservado em baixa temperatura (4°C), o que pode ter retardado a reação de oxidação. Cassano et al. (2007), durante o processo de ultrafiltração de suco de kiwi aplicando planta piloto muito semelhante à usada nesse trabalho encontraram perdas de 18% de ácido ascórbico devido à recirculação do retentado após 3 horas de processo.

Para o suco sem tratamento enzimático obteve-se praticamente a mesma retenção de taninos (42% na planta e 46% na célula), porém, para o suco enzimaticamente tratado, a aplicação da planta piloto resultou em retenção menor (27%), frente aos 44% apresentados na célula. Novamente a torta de sólidos depositados sobre a membrana no caso de microfiltração na célula pode explicar esse fato, visto que ela deve ter funcionado como uma barreira extra à passagem desse componente.

5.3.2.2 Fluxo de Permeado

O fluxo de permeado para FC 2 obtido para suco sem tratamento enzimático foi de 24,71 kg/m²h, enquanto que para o suco tratado foi de 48,45 kg/m²h, o que representa aumento de 96% do fluxo devido ao efeito da hidrólise enzimática. Matta et al. (2004) estudando a clarificação de suco de acerola

utilizando membrana tubular de PES de 0,3 μm obtiveram 100% de aumento de fluxo após hidrólise enzimática com pectinase.

Fluxos maiores são esperados na filtração tangencial devido ao arraste dos sólidos que tendem a se depositar sobre a membrana. Em relação ao suco sem tratamento foi observado aumento de 152% no fluxo de permeado quando se compararam os processos realizados na célula e na planta com a mesma membrana. Porém, o efeito do tratamento enzimático foi muito maior na célula de laboratório, na qual se obteve aumento do fluxo de permeado superior a 3000% comparando suco com e sem tratamento, enquanto que na planta, esse aumento foi de apenas 96%.

A partir da Figura 5.21 é possível verificar que para o suco sem tratamento enzimático, após uma hora de processo o fluxo de permeado já era praticamente constante, enquanto que para o suco tratado, mesmo após 4 horas de processo ainda observou-se queda do fluxo com o tempo.

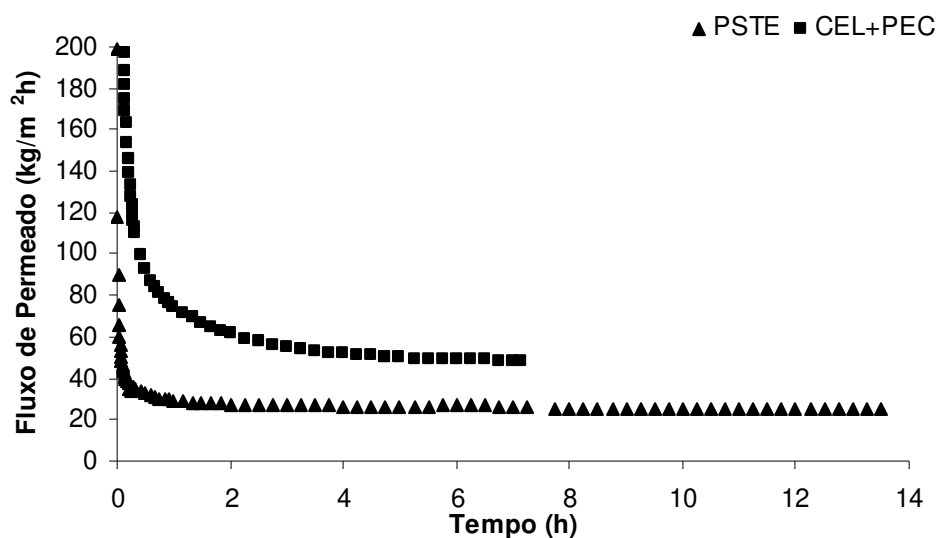


Figura 5.21: Curvas de fluxo de permeado.

A Figura 5.22 apresenta as resistências ao fluxo de permeado. Verificou-se que a camada polarizada, assim como nos experimentos realizados na célula,

representou a principal resistência ao fluxo de permeado, sendo que para o suco tratado enzimaticamente a resistência total foi menor. Conforme mencionado anteriormente, o fluxo de permeado no processo de microfiltração do suco enzimaticamente tratado foi maior como uma consequência da hidrólise enzimática. O suco hidrolisado causou redução da camada polarizada, provocando aumento do fluxo de permeado durante o processo.

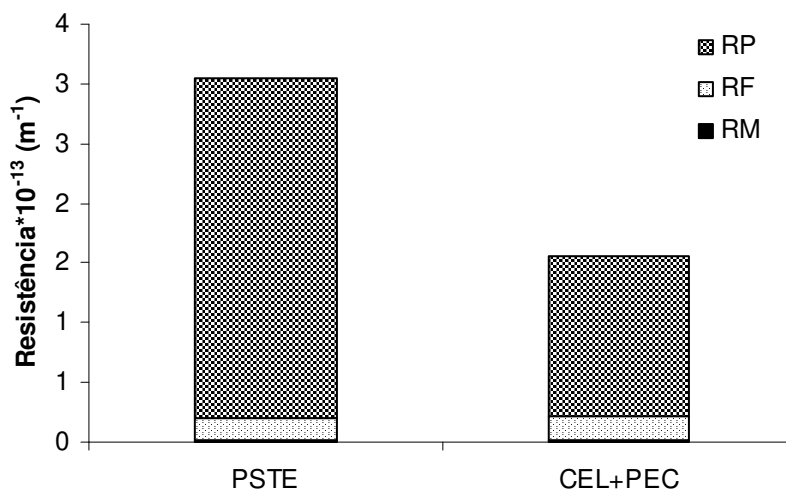


Figura 5.22: Resistência ao fluxo de permeado.

Vaillant et al. (2001) avaliaram economicamente o processo de clarificação de sucos utilizando membranas e constataram que para suco de tangerina, fluxo de $50 \text{ kg/m}^2\text{h}$ seria a produção adequada que resultaria em baixos custos totais de produção, enquanto que para suco de maracujá esse valor foi de $40 \text{ kg/m}^2\text{h}$. Para os demais sucos como de abacaxi e manga, esses fluxos devem ser mais elevados (70 e $60 \text{ kg/m}^2\text{h}$, respectivamente). Vale lembrar que esses dados encontrados por Vaillant et al. (2001) consideraram velocidade tangencial de 7 m/s . Dessa forma, a aplicação do processo de clarificação de suco de pitanga provavelmente seria economicamente viável, visto que o fluxo de $48 \text{ kg/m}^2\text{h}$ foi obtido a uma baixa velocidade tangencial (1 m/s), de forma que se fossem utilizadas velocidades maiores, provavelmente obter-se-ia fluxo de permeado mais

elevado, conforme observado para suco de umbu (USHIKUBO et al., 2007), maçã (BRUIJN et al., 2002), tamarindo (WATANABE, 2007), entre outros. Nesse trabalho não foram utilizadas velocidades maiores devido à limitação da bomba. Porém, a confirmação da viabilidade econômica para aplicação industrial desse processo dependeria de um estudo mais detalhado em relação aos custos, associando-os à produção do suco clarificado de pitanga.

5.4 PARTE 3: Modelagem

O estudo de diferentes modelos matemáticos foi feito para os dados experimentais obtidos na célula de laboratório e na planta piloto para a membrana de PVDF de 500 kDa.

5.4.1 Aplicação do Modelo Matemático Baseado na Teoria da Renovação de Superfície

As curvas de fluxo de permeado foram ajustadas conforme modelo matemático baseado na teoria da renovação (Equação 3.11). Na Tabela 5.16 são apresentados os valores de fluxo utilizados para o ajuste, bem como a taxa de declínio de fluxo (λ) e o coeficiente de determinação (R^2) para as condições avaliadas: sem enzima (PSTE) e com celulase e pectinase a FC 2 e 10 em célula e planta piloto. Os gráficos com o modelo ajustado aos dados experimentais estão apresentados nos apêndices item 9.7.

Tabela 5.16: Parâmetros obtidos para o modelo da renovação da superfície ($J=f(t)$).

	FC		J_0 (kg/m ² h)	J_F (kg/m ² h)	λ (h ⁻¹)	R^2
PSTE	2	Célula	23,07	9,81	1,0777	0,9601
		Planta	198,60	24,71	28,7988	0,8773
CEL+PEC	10	Célula	1411,00	388,65	23,3655	0,9584
		Planta	1075,58	48,45	20,6308	0,8960
CEL+PEC	10	Célula	1414,03	173,50	14,3041	0,9350

De um modo geral, o modelo se ajustou bem aos dados experimentais, visto que foram obtidos coeficientes de determinação superiores a 0,88. O modelo baseado na teoria da renovação da superfície se ajustou melhor aos dados experimentais obtidos na célula de laboratório, considerando FC 2, nos quais se obteve R^2 superior a 0,95, enquanto que para os dados obtidos na planta piloto o coeficiente de determinação foi menor que 0,90.

Sabe-se que o valor de λ está associado à taxa de declínio de fluxo, ou seja, quanto mais acentuada a queda de fluxo nos primeiros minutos do experimento (estágio I da curva descrita por Marshall e Daufin (1995)) maiores valores de λ devem ser esperados. Exceto para a microfiltração de suco de pitanga sem tratamento enzimático utilizando a célula de laboratório, para os demais experimentos foram encontrados valores elevados para a taxa de declínio do fluxo ($14,34 \text{ h}^{-1} < \lambda < 28,80 \text{ h}^{-1}$), demonstrando que para os experimentos em questão, apesar de terem apresentado fluxo inicial elevado, houve queda acentuada do fluxo de permeado logo no início do processo.

Mondor et al. (2000) avaliaram o comportamento do fluxo de permeado durante a filtração perpendicular (convencional) de suco de maçã despectinizado utilizando membranas tubulares de cerâmica de 0,2, 0,1 e 0,02 μm . Esses autores aplicaram o modelo baseado na teoria da renovação da superfície considerando o fluxo de permeado como uma função do FC e encontraram taxas de declínio do fluxo entre 12 e 53 h^{-1} , assim como coeficientes de determinação superiores a 0,93. Para microfiltração de suco de tamarindo aplicando membrana de polipropileno de 0,2 μm , Watanabe et al. (2006) encontraram valores de λ variando entre 1,48 e 4,13 h^{-1} e R^2 entre 0,95 e 0,99. Koltuniewicz e Field (1996) perceberam que o modelo baseado na teoria da renovação da superfície se ajustou melhor aos dados obtidos na filtração tangencial do que aos obtidos na filtração perpendicular, durante aplicação da microfiltração para remoção de emulsões do tipo óleo em água.

5.4.2 Aplicação do Modelo de Hermia

A avaliação do modelo de Hermia (1982) foi feita separadamente para os resultados encontrados na célula de laboratório e na planta piloto. Uma análise mais detalhada dos mecanismos de incrustação consiste em dividir as curvas de permeado em diferentes regiões que correspondem a diferentes mecanismos de incrustação. Dessa forma, para os dados experimentais obtidos na planta piloto realizou-se o ajuste aos diferentes mecanismos propostos por Hermia (1982) para cada estágio da curva de fluxo de permeado, segundo a definição de Marshall e Daufin (1995), enquanto que os resultados obtidos na célula de laboratório não foram separados em estágios.

As Figuras 5.23 e 5.24 apresentam os três estágios que ocorreram durante o declínio do fluxo de permeado (MARSHALL e DAUFIN, 1995). Para o caso da microfiltração de suco de pitanga sem tratamento enzimático (Figura 5.23), o primeiro estágio ocorreu durante os primeiros 3 minutos de filtração. O segundo estágio esteve compreendido entre 3 e 8,5 minutos, enquanto que o terceiro estágio se estendeu de 8,5 minutos até o final do experimento. Para a microfiltração de suco enzimaticamente tratado (Figura 5.24) foi observado que o primeiro estágio ocorreu durante os primeiros 8 minutos de corrida, o segundo estágio entre 8 e 20 minutos e o terceiro a partir do 20º minuto até o final do experimento. Verificou-se que o tratamento enzimático prolongou a duração dos dois primeiros estágios, de acordo com os resultados encontrados nesses experimentos.

As fronteiras entre cada período são arbitrárias e são específicas do sistema para cada investigação. Em algumas situações, o estágio I termina em valores mais elevados de fator de concentração, ou seja, em períodos de tempo diferentes do que em outras condições de filtração, devido aos diferentes fluxos de permeado (MONDOR et al., 2000).

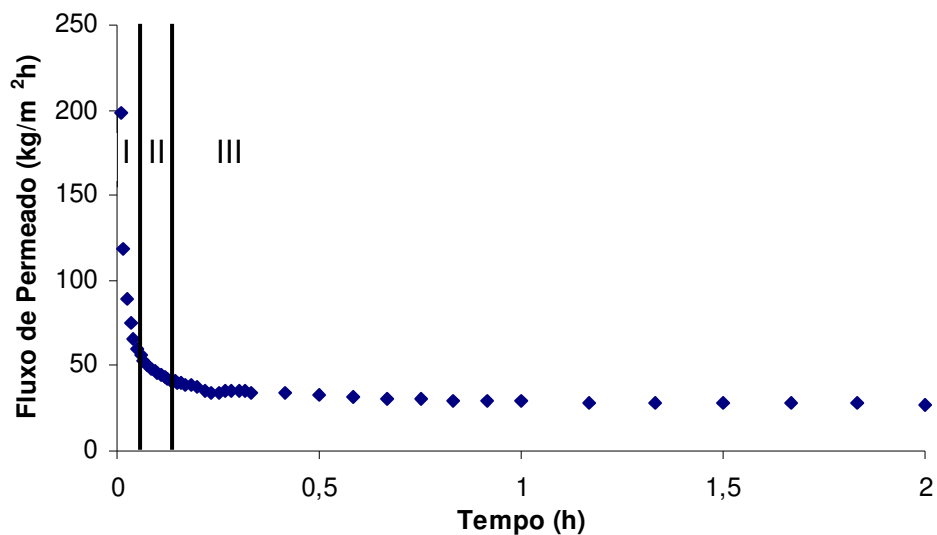


Figura 5.23: Estágios de declínio do fluxo de permeado para microfiltração na planta piloto de suco sem tratamento enzimático.

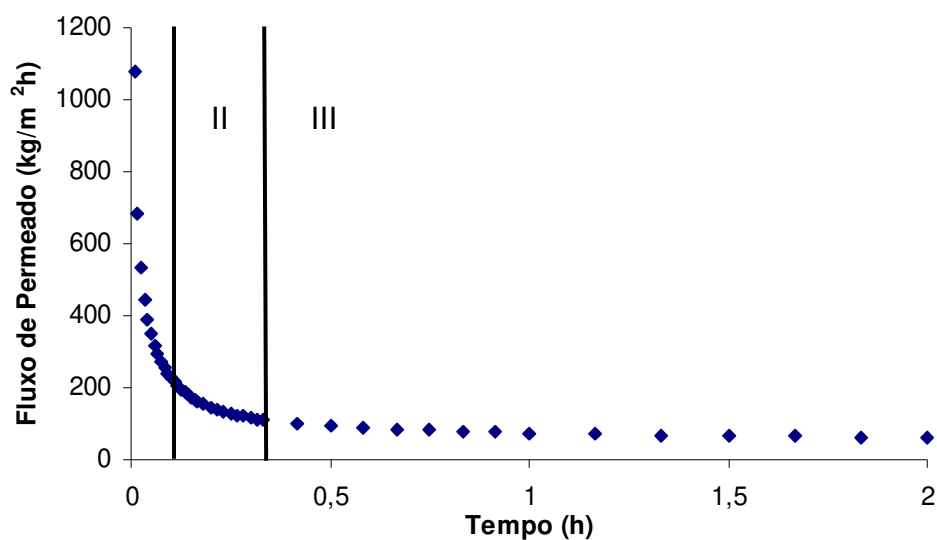


Figura 5.24: Estágios de declínio do fluxo de permeado para microfiltração na planta piloto de suco tratado com celulase e pectinase.

Os gráficos presentes nas Figuras 5.23 e 5.24 foram obtidos apenas com os dados experimentais das primeiras 2 horas de corrida. Caso fossem plotados todos os dados não seria possível visualizar os dois primeiros estágios, visto que o tempo de duração de cada um é muito pequeno quando comparado com o tempo total de processo: 7 e 13,5 horas, respectivamente. Para os resultados

encontrados aplicando a célula de laboratório observou-se que o modelo de Hermia (1982) descreveu bem o comportamento da queda do fluxo de permeado. A partir da Tabela 5.17 pode-se perceber que o modelo da camada polarizada ($n=0$) foi o que melhor descreveu a queda do fluxo com o tempo, apresentando R^2 superior a 0,97. Porém, não é possível afirmar que a queda do fluxo de permeado nos experimentos em questão ocorreu unicamente devido à formação da camada polarizada. O modelo do bloqueio intermediário ($n=1$) também descreveu relativamente bem os dados experimentais ($R^2 > 0,92$), seguido pelo modelo do bloqueio padrão ($n=3/2$) enquanto que o modelo do bloqueio completo ($n=2$) foi o que apresentou menor ajuste aos dados experimentais ($R^2 < 0,92$). Comparando-se o modelo do bloqueio intermediário e o modelo do bloqueio completo, espera-se que o primeiro descreva melhor a queda do fluxo de permeado, já que ele leva em consideração a possibilidade de uma partícula se depositar sobre outra já depositada (VELA et al., 2008).

Tabela 5.17: Parâmetros obtidos para o modelo de Hermia para os experimentos realizados na célula de laboratório.

	n = 2		n = 1		n = 3/2		n = 0	
	K_c	R^2	K_i	R^2	K_s	R^2	K_{gl}	R^2
PSTE	0,1824	0,8471	0,0124	0,9198	0,0237	0,8859	0,0018	0,9695
PEC+CEL FC=2	9,7077	0,9179	0,0153	0,9878	0,1906	0,9612	5,55E-5	0,9978
PEC+CEL FC=10	3,2900	0,8768	0,0096	0,9926	0,0869	0,9548	6,50E-5	0,9838

Pode ser mencionado que a queda do fluxo de permeado pode ser causado devido à somatória dos diferentes mecanismos causadores da incrustação, da mesma forma que a importância relativa para cada mecanismo pode mudar ao longo do processo de filtração (LIM e BAI, 2003). Sendo assim, a queda de fluxo durante a microfiltração de suco de pitanga na célula de laboratório, ocorreu, principalmente, devido à formação da camada polarizada e do bloqueio intermediário dos poros das membranas.

Para a ultrafiltração de uma solução de polietilenoglicol utilizando membrana cerâmica de 15 kDa, o modelo da camada polarizada também foi o que melhor descreveu os dados experimentais ($0,64 < R^2 < 0,94$), seguido pelo modelo de bloqueio intermediário ($0,64 < R^2 < 0,88$) (VELA et al., 2008).

Para os resultados obtidos na planta piloto verificou-se que o modelo de Hermia (1982) não conseguiu explicar de forma geral todos os dados experimentais, visto que se obteve R^2 inferior a 0,89, sendo que para o suco sem tratamento enzimático, o ajuste foi pior ($R^2=0,6549$) (Tabela 5.18). Porém, aplicando os modelos propostos por Hermia (1982) para cada estágio separadamente, obtiveram-se resultados melhores. Foi possível verificar que o primeiro estágio da queda do fluxo de permeado pode ser explicado tanto pelo modelo da camada polarizada ($n=0$) quanto pelo modelo do bloqueio intermediário ($n=1$). O segundo estágio foi caracterizado por todos os possíveis mecanismos de formação da incrustação, visto que os quatro modelos tiveram bom ajuste aos dados observados ($R^2 > 0,96$). No terceiro estágio, no qual ocorre queda pouco acentuada do fluxo de permeado, nenhum dos modelos propostos por Hermia (1982) teve ótimo ajuste, porém, novamente o modelo para camada polarizada apresentou melhor ajuste quando comparado com os demais.

Tabela 5.18: Parâmetros obtidos para o modelo de Hermia para os experimentos realizados na planta piloto.

	n = 2		n = 1		n = 3/2		n = 0	
	K_c	R^2	K_i	R^2	K_s	R^2	K_{gl}	R^2
Curva Completa								
PSTE	0,0500	0,3680	0,0014	0,5409	0,0041	0,4627	0,0086	0,6549
PEC+CEL	0,2518	0,5421	0,0026	0,7784	0,0123	0,6796	0,0066	0,8939
1º Estágio								
PSTE	27,0479	0,9017	0,2746	0,9775	1,346	0,9462	0,0061	0,9996
PEC+CEL	11,5955	0,8796	0,0334	0,9873	0,3050	0,9488	0,0002	0,9937
2º Estágio								
PSTE	3,6094	0,9597	0,0769	0,9745	0,2633	0,9675	0,0033	0,9858
PEC+CEL	2,5973	0,9772	0,0187	0,9925	0,1101	0,9859	0,0003	0,9994
3º Estágio								
PSTE	0,0254	0,6400	0,0009	0,6871	0,0023	0,6638	6,00e-5	0,7319
PEC+CEL	0,0891	0,8065	0,0014	0,8600	0,0056	0,8347	4,70e-5	0,9020

O mesmo comportamento foi obtido para o suco com e sem tratamento enzimático, sendo que o segundo apresentou coeficientes de determinação (R^2) maiores. Além disso, esses resultados estão de acordo com aqueles encontrados para os dados experimentais obtidos na célula de laboratório.

Apesar de o modelo de Hermia (1982) ter sido desenvolvido para o processo de filtração perpendicular (convencional), a aplicação desse modelo aos dados obtidos durante filtração tangencial resultou em bons ajustes. Vela et al. (2008) também aplicaram esse modelo para filtração tangencial de uma solução de polietileno glicol e os resultados mostraram que o modelo da camada polarizada foi o que descreveu melhor a queda do fluxo, seguido pelo modelo do bloqueio intermediário, independente das condições analisadas. Porém, para o processo de microfiltração de emulsões do tipo óleo em água, o modelo de Hermia (1982) se ajustou melhor aos dados obtidos durante o processo de filtração perpendicular, sendo que na maioria dos experimentos, houve uma combinação entre bloqueio padrão e bloqueio intermediário (KOLTUNIEWICZ e FIELD 1996).

Barros et al. (2003) estudaram o mecanismo de incrustação para clarificação de suco de abacaxi por ultrafiltração. Esses autores aplicaram o modelo de Hermia (1982) modificado para filtração tangencial por Field et al. (1995). Os resultados mostraram que no processo aplicando membrana de polissulfona do tipo *"hollow fiber"* (100 kDa), o processo foi controlado, principalmente, pela formação da camada polarizada, enquanto que na aplicação de membrana cerâmica (0,01 μm), o bloqueio completo dos poros foi o principal causador da queda do fluxo de permeado.

Os parâmetros K_c e K_i para o modelo quando 'n' é igual a 2 e 1, respectivamente, estão relacionados com a resistência devido à incrustação causada pelo bloqueio do poro, enquanto que K_s está relacionado com a resistência devido à incrustação decorrente da adsorção de partículas do soluto no interior do poro e K_{gl} está relacionado com a resistência devido à camada polarizada. De acordo com o significado físico e as definições dos parâmetros do modelo em questão, os valores desses parâmetros deveriam ser maiores para as

condições experimentais que correspondem a incrustações mais severas (VELA et al., 2008). Para os experimentos realizados na célula de laboratório, os mecanismos de incrustação relacionados ao bloqueio dos poros são mais evidentes durante os processos de microfiltração de suco com tratamento enzimático, enquanto que em relação à camada polarizada, o efeito mais pronunciado foi observado para o suco sem tratamento enzimático (Tabela 5.17). O mesmo comportamento foi observado para os experimentos realizados na planta piloto, durante a avaliação da curva completa e do terceiro estágio (Tabela 5.18). Para o primeiro e segundo estágio, o tratamento enzimático resultou em parâmetros menores para todos os mecanismos de incrustação, quando comparado com o suco sem tratamento enzimático. Dessa forma é possível concluir que, apesar de todos os mecanismos de estarem relacionados com a queda do fluxo de permeado, a camada polarizada foi a principal causa da queda do fluxo durante a microfiltração de suco de pitanga, independente do tratamento enzimático.

Bloqueio completo, bloqueio intermediário e formação da camada polarizada assim como a combinação desses foram encontrados durante os experimentos de ultrafiltração de solução de polietileno glicol. Esse comportamento foi dependente das condições experimentais testadas. A 4 bar, foram observadas duas regiões na curva de permeado: no início da ultrafiltração, o bloqueio intermediário foi dominante, enquanto que no restante do experimento a formação da camada polarizada foi a principal responsável pela queda do fluxo (VELA et al., 2008).

As Tabelas 5.19 e 5.20 apresentam o fluxo de permeado inicial observado e aquele predito pelo modelo de Hermia (1982), para os dados obtidos na célula de laboratório e na planta piloto, respectivamente. É possível verificar que existem grandes diferenças na maioria dos casos, que podem ser atribuídas à dificuldade de medição do fluxo de permeado nos primeiros minutos de filtração. Nesses experimentos o fluxo inicial adotado refere-se ao fluxo no instante de tempo igual a 30 segundos. Além disso, o ajuste da pressão no interior do equipamento era realizado mantendo-se a saída de permeado fechada. Porém já havia permeação

e acúmulo desse permeado na “housing”. Dessa forma, a saída inicial de permeado do equipamento (tanto da célula de laboratório quanto da planta piloto), ocorria com uma discreta pressão, o que gerou um fluxo inicial um pouco maior em relação à situação na qual a saída de permeado estivesse previamente aberta.

Tabela 5.19: Fluxo de permeado inicial observado experimentalmente na célula de laboratório e predito pelo modelo de Hermia.

Experimento	Obs Exp	n = 2	n = 1	n = 3/2	n = 0
PSTE	23,07	20,45	20,58	20,47	20,85
PEC+CEL FC=2	1411,00	1152,05	1428,57	1214,05	3597
PEC+CEL FC=10	1414,03	732,67	909,09	784,63	707,11

Tabela 5.20: Fluxo de permeado inicial observado experimentalmente na planta piloto e predito pelo modelo de Hermia.

Experimento		Obs Exp	n = 2	n = 1	n = 3/2	n = 0
PSTE	Curva completa	198,60	40,05	37,66	38,70	36,20
	1º Estágio	198,60	203,59	276,62	224,43	192,45
	2º Estágio	55,76	66,34	71,26	68,41	82,76
	3º Estágio	40,30	32,14	31,94	32,04	31,75
CEL+PEC FC=2	Curva completa	1075,58	172,71	147,06	157,82	360,37
	1º Estágio	1075,58	734,51	1000,00	793,49	707,11
	2º Estágio	181,51	251,44	333,33	277,78	353,55
	3º Estágio	99,48	80,45	81,30	80,73	82,76

5.4.3 Aplicação do Modelo das Resistências em Série

A Figura 5.25 apresenta as resistências da membrana, incrustação e camada polarizada para os ensaios avaliados. É possível verificar que a camada polarizada representou o principal constituinte da resistência total. Isso já era esperado de acordo com os resultados obtidos para o modelo de Hermia (1982).

A resistência total está diretamente associada ao fluxo de permeado, ou seja, quanto maior o fluxo, menor será a resistência. Conforme a Tabela 5.21 verifica-se que o tratamento enzimático resultou em menores resistências totais e, conseqüentemente, melhores fluxos de permeado foram obtidos nessas situações. Conforme discutido anteriormente, a queda no valor da resistência total para os casos do suco tratado com celulase e pectinase está relacionada com a

diminuição do teor de pectina, principal constituinte formador da camada polarizada e que provoca aumentos significativos na resistência ao fluxo de permeado.

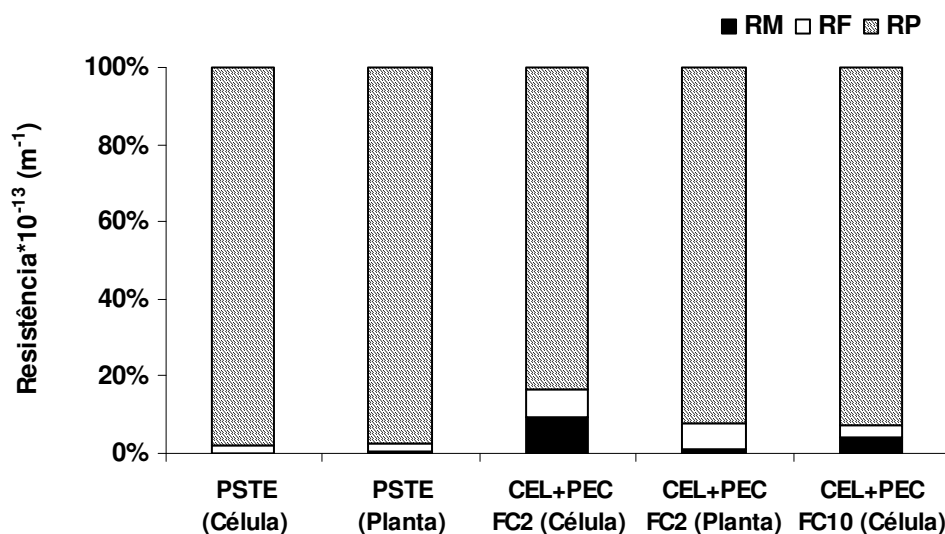


Figura 5.25: Contribuição das resistências da membrana (R_M), incrustação (R_F) e camada polarizada (R_P).

Tabela 5.21: Resistência total.

Experimento	$R_T (m^{-1})$
PSTE (Célula)	7,68E+13
PSTE (Planta)	3,05E+13
CEL + PEC FC=2 (Célula)	1,94E+12
CEL + PEC (FC=10) (Célula)	4,34E+12
CEL + PEC FC=2 (Planta)	1,55E+13

Ushikubo et al. (2007), durante o processo de clarificação de suco de umbu utilizando membrana de polipropileno de 0,2 μm observaram que a resistência devido à incrustação foi a principal responsável pela queda do fluxo. Para ultrafiltração de suco de maracujá aplicando membrana de polissulfona de 30 kDa a resistência devido à camada polarizada representou de 50,5 a 96,5% da resistência total a 30°C, enquanto que para temperatura de 50°C a resistência da camada polarizada representou 31,3 a 35,9% e da incrustação 55,9 a 62,1% (JIRARATANANON e CHANACHAI, 1996).

6 CONCLUSÕES GERAIS

A partir dos planejamentos experimentais realizados para otimização enzimática foi possível afirmar que as condições ótimas de aplicação da celulase foram concentração da enzima de 0,1% com tempo de incubação de 110 minutos e temperatura na faixa de 25 a 35°C, enquanto que para pectinase foram: 0,17%, 80 minutos e 37,6°C, respectivamente.

A aplicação isolada de celulase resultou em redução de 25% da viscosidade do suco de pitanga, enquanto que para pectinase esse valor foi de 15%. As combinações de celulase e pectinase apresentaram as maiores reduções de viscosidade, sendo que o uso de 0,025% de pectinase e 0,075% de celulase, em massa, foi o que proporcionou maior efeito.

Todas as membranas apresentaram 100% de retenção de carotenóides, independente do tratamento enzimático realizado. Além disso, as frações de permeado obtidas com suco tratado com protease apresentaram cor amarela tendendo ao verde ($h^* > 90$), enquanto que para as demais foi observada cor amarela tendendo ao vermelho ($h^* < 90$). Em relação às demais análises, as frações apresentaram comportamento semelhante, exceto para o suco tratado com protease, decorrente do ajuste de pH.

Os permeados apresentaram comportamento Newtoniano para taxas de deformação inferiores a 41 s^{-1} . Os retentados apresentaram comportamento pseudoplástico no intervalo de taxas de deformação avaliado ($20 \text{ s}^{-1} < \dot{\gamma} < 81 \text{ s}^{-1}$), independente do tratamento enzimático e das membranas utilizadas, sendo que o modelo Lei da Potência permitiu um bom ajuste dos dados experimentais ($R^2 > 0,99$).

A realização de tratamento enzimático com protease resultou em aumento entre 10 e 61% do fluxo de permeado quando comparado com o suco sem tratamento, para as membranas utilizadas. A melhor resposta ocorreu com a membrana CEL30, que apresentou o maior fluxo inicial ($201,3 \text{ kg/m}^2\text{h}$). O tratamento enzimático com celulase melhorou o fluxo de permeado entre 31 e

67%, sendo que as membranas CEL30 e PVDF500 apresentaram as melhores respostas (15,13 kg/m²h), com aumento do fluxo de permeado de 54 e 67%, respectivamente, em relação ao suco sem tratamento. Para a ultrafiltração do suco de pitanga, a ação da pectinase levou a aumentos entre 275 e 393% do fluxo quando comparado com o suco sem tratamento, sendo que a membrana CEL30 apresentou o melhor resultado (44,63 kg/m²h), seguida pela PES150 (41,91 kg/m²h) e pela PVDF150 (34,89 kg/m²h).

A microfiltração (PVDF500) de suco de pitanga tratado com pectinase e com a combinação de celulase e pectinase resultou em fluxos médios de permeado iguais a 317,84 e 388,65 kg/m²h, respectivamente. Esses resultados são elevados quando comparados aos demais valores obtidos nas outras condições.

O processo de microfiltração (PVDF500) de suco sem tratamento enzimático em planta piloto resultou em aumento de 152% em relação à célula. Porém, o efeito do tratamento enzimático foi muito maior na célula de laboratório, na qual se obteve aumento do fluxo de permeado superior a 3000% comparando suco com e sem tratamento, enquanto que na planta, esse aumento foi de apenas 96%.

A aplicação da célula de laboratório foi satisfatória para avaliar a caracterização das frações obtidas, visto que a composição das amostras obtidas na planta piloto foi muito semelhante àquela obtida durante aplicação da célula de laboratório, exceto para a quantificação de ácido ascórbico.

O modelo da renovação da superfície apresentou valores altos para taxa de declínio do fluxo de permeado, em concordância com o modelo de Hermia (1982). Além disso, a partir do modelo de Hermia (1982) verificou-se que todos os mecanismos de incrustação estavam relacionados com a queda do fluxo de permeado, porém, a camada polarizada foi a principal causa da queda do fluxo durante a microfiltração de suco de pitanga, independente do tratamento enzimático. Esses resultados, por sua vez, estão de acordo com a análise das

resistências, visto que a partir desse modelo pode-se perceber que a camada polarizada representou mais de 90% da resistência total.

O fluxo de 48 kg/m²h (obtido com velocidade tangencial de 1 m/s) para a membrana de PVDF de 500 kDa é atrativo para a viabilização do processo industrial, uma vez que esse valor pode ser aumentado aplicando velocidades mais elevadas. Além disso, o retentado obtido do processo de clarificação de suco de pitanga, por apresentar retenção de 100% dos carotenóides, pode ser utilizado como matéria-prima para diversos outros produtos, decorrente da sua característica funcional, de forma que não pode ser considerado como um resíduo do processo de clarificação. O permeado, devido suas características, pode ser comercializado como suco clarificado ou como matéria-prima para elaboração de bebidas mistas e/ou energéticas, águas aromatizadas, entre outras.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com a execução deste trabalho, muitas possibilidades surgiram no estudo da clarificação de suco de pitanga utilizando micro e ultrafiltração, que podem servir de sugestões para estudos futuros, tais como:

- Avaliação do efeito do tratamento enzimático com protease em diferentes concentrações sobre a quantidade de proteína, assim como estudar o efeito do pH sobre os resultados de fluxo de permeado;
- Otimização da aplicação combinada de celulase e pectinase sobre a viscosidade do suco;
- Avaliação do efeito da temperatura sobre a viscosidade das frações obtidas (estudo reológico mais detalhado), em particular, do retentado;
- Avaliação de “*blends*” enzimáticos aplicando celulase, pectinase e protease simultaneamente, assim como avaliar o efeito de outras concentrações enzimáticas sobre o fluxo de permeado;
- Investigação do efeito de diferentes condições operacionais (pressão, temperatura e velocidade tangencial) sobre o fluxo de permeado, tanto na unidade de laboratório quanto na planta piloto;
- Desenvolvimento de uma metodologia que possibilite a visualização da seção transversal da membrana por meio da microscopia eletrônica de varredura;
- Aplicação das demais enzimas (protease, celulase, pectinase, assim como suas combinações) e demais membranas (PVDF150, PES150 e CEL30) utilizando a planta piloto;
- Formulação de produtos a partir do retentado, visto que este apresentou elevado valor funcional por conter todos os carotenóides provenientes da polpa de pitanga;

- Estudo do processo de esterilização a frio do suco clarificado de pitanga utilizando processo de separação com membranas associado ao envase asséptico.
- Avaliação da viabilidade econômica da aplicação industrial do processo de clarificação de suco de pitanga, a partir de uma condição otimizada relacionando fluxo de permeado, velocidade tangencial, pressão transmembrana e tratamento enzimático.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDULLAH, A. G.; SULAIMAN, N. M.; AROUA, M. K.; MEGAT MOHD NOOR, M. J. Response surface optimization of conditions for clarification of carambola fruit juice using a commercial enzyme. **Journal of Food Engineering**, v.81, p.65-71, 2007.

AGUILERA, J. M.; STANLEY, D. W. **Microstructural principles of food processing and engineering**. 2 ed., Gaithersburg: Aspen Publication, 1999. 432p.

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

AHMED, J.; RAMASWAMY, H. S.; SASHIDHAR, K. C. Rheological characteristics of tamarind (*Tamarindus indica* L.) juice concentrates. **Food Science and Technology**, London, v.40, p.225-231, 2007.

AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS. **Approved methods of the AACC**, St Paul, 1976.

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

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

BAKER, R. W. **Membrane Technology and Applications**. 2nd.ed. California: John Wiley & Sons, 2004. 538p.

BARATO, N. C. **Clarificação de suco de caju através de separação por membranas**. 2008. 134f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2008.

BARNES, H. A.; HUTTON, J. F.; WALTERS, K. **An introduction to Rheology**. Amsterdam: Elsevier Science Publishers, 1989. 199p.

BARROS, S. T. D. de; MENDES, E.; PERES, L. Influence of despectinization in the ultrafiltration of West Indian cherry (*Malpighia glabra* L.) and pineapple (*Ananas comosus* L. Meer) juices. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.24, n.2, p.194-200, 2004.

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

BHATTACHARYA, S. Yield stress and time-dependent rheological properties of mango pulp. **Journal of Food Science**, Chicago, v.64, p.1029-1033, 1999.

BENASSI, M. T. **Análise dos estudos de diferentes parâmetros na estabilidade de vitamina C em vegetais processados**. 1990. 159f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1990.

BEZERRA, J. E. F.; SILVA JR., J. F. da; LEDERMAN, I. E. **Pitanga** (*Eugenia uniflora* L.). Jaboticabal: Funep, 2000. 30p. (Série Frutas Nativas 1).

BOBBIO, P. A.; BOBBIO, F. O. **Química do processamento de alimentos**. Campinas: Editora Varela, 2001. 143p.

BOWEN W. R.; CALVO, J. I.; HERNÁNDEZ, A. Steps of membrane blocking in flux decline during protein microfiltration. **Journal of Membrane Science**, Amsterdam, v. 101, p.153-165, 1995.

BRAMLEY, P. M. Is lycopene beneficial to human health? **Phytochemistry**, v.54, p.233-236, 2000.

BRUIJN, J. de; VENEGAS, A.; BORQUEZ, R. Influence of crossflow ultrafiltration on membrane fouling and apple juice quality. **Desalination**, Amsterdam, v.148, p.131-136, 2002.

CARVALHO, L. M. J. de; CASTRO, I. M. de; SILVA, C. A. B. da. A study of retention of sugars in the process of clarification of pineapple juice (*Ananás*

comosus, L. Merrill) by micro and ultrafiltration. **Journal of Food Engineering**, Essex, v.87, p.447-454, 2008.

CARVALHO, L. M. J. de; SILVA, C. A. B. da.; PIERUCCI, A. P. T. R. Clarification of pineapple juice (*Ananas comosus* L. Merrill) by ultrafiltration and microfiltration: physicochemical evaluation of clarified juices, soft drink formulation and sensorial evaluation. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Easton, v.46, p.2185-2189, 1998.

CASSANO, A.; DONATO, L.; DRIOLI, E. Ultrafiltration of kiwifruit juice: Operating parameters, juice quality and membrane fouling. **Journal of Food Engineering**, Essex, v.79, p.613-621, 2007.

CASSANO, A.; DRIOLI, E.; GALAVERNA, G.; MARCHELLI, R.; DI SILVERSTRO, G.; CAGNASSO, P. Clarification and concentration of citrus and carrot juices by integrated membrane process. **Journal of Food Engineering**, Essex, v.57, p.153-163, 2003.

CAVALCANTE, M. L. **Composição de carotenóides e valor de vitamina A em pitanga (*Eugenia uniflora* L.) e acerola (*Malpighia glabra* L.)**. 1991. 86f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 1991.

CEPEDA, E.; HERMOSA, M.; LLORENS, F.; VILLARÁN, M. C. Rheological behaviour of blueberry cloudy juice (*Vaccinium corymbosum* L.). **International Journal of Food Science and Technology**, Oxford, v. 37, p. 371-276, 2002.

CHAMCHONG, M.; NOOMHORM, A. Effect of pH and enzymatic treatment on microfiltration and ultrafiltration of tangerine juice. **Journal of Food Process Engineering**, Westport, v.14, p.21-34, 1991.

CHERYAN, M. **Ultrafiltration and microfiltration handbook**. Lacanster: Technomic Publishing Company, 1998. 527p.

CHIANG, B. H.; YU, Z. R. Fouling and flux restoration of ultrafiltration of passion fruit juice. **Journal of Food Science**, Chicago, v.52, p.369, 1987.

CIANCI, F. C.; SILVA, L. F. M.; CABRAL, L. M. C.; MATTA, V. M. Clarificação e concentração de suco de caju por processos com membranas. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.25, p.579-583, 2005.

CLARETO, S. S. **Estudo da concentração de licopeno da polpa de goiaba utilizando o processo de microfiltração**. 2007. 149f. Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, 2007.

DAK, M.; VERMA, R. C.; JAAFFREY, S. N. A. Effect of temperature and concentration on rheological properties of “Kesar” mango juice. **Journal of Food Engineering**, Essex, v.80, p.1011-1015, 2007.

DORNIER, M.; DECLOUX, M.; LEBERT, A.; TRYSTRAM, G. Use of experimental design to establish optimal crossflow filtration conditions: application to raw cane sugar clarification. **Journal of Food Process Engineering**, Westport, v.17, p.73-92, 1984.

FENNEMA, O. R. **Química de los alimentos**. Zaragoza: Editorial Acribia S.A., 1993. 1095p.

FIELD, R. W.; WU, D.; HOWELL, J. A.; GUPTA, B. B. Critical flux concept for microfiltration fouling. **Journal of Membrane Science**, Amsterdam, v.100, p.250-272, 1995.

FILHO, M. S. M. S.; MAIA, G. A.; HOLANDA, L. F. F.; ORIÁ, H. F.; OLIVEIRA, G. S. F.; FIGUEIREDO, R. W. Clarificação enzimática do suco de caju. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v.26, p.1647-1653, 1991.

FILHO, W. G. V.; DORNIER, M.; BELLEVILLE, M. P. Tangencial microfiltration of orange juice in bench pilot. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.23, p.330-336, 2003.

FILTRATION+SEPARATION. Membrane technology benefits the food processing industry. **Filtration and Separation**, Croydon, v.41, p.32-33, 2004.

FOUST, A. S. et al. **Princípios das operações unitárias**. 2.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1982. 670p.

FREITAS, I. C. **Estudo das interações entre biopolímeros e polpas de frutas tropicais em cisalhamento estacionário e oscilatório**. 2002. 259f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, 2002.

GAONKAR, A. G.; McPHERSON, A. **Ingredient Interactions. Effects on Food Quality**. 2. ed., FL, EUA, 2006.

GIRARD, B.; FUKUMOTO, L. R. Membrane processing of fruits juices and beverages: a review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, Cleveland, v.40, p.91-157, 2000.

GIRARD, B.; FUKUMOTO, L. R. Apple juice clarification using microfiltration and ultrafiltration polymeric membranes. **Lebensmittel Wissenschaft und Technologie**, London, v.32, p.290-298, 1999.

GOMES, R. P. **Fruticultura brasileira**. 2.ed. São Paulo: Nobel, 1975. 446p.

GROSS, J. **Pigments in Fruits**. London: Academic Press, 1987, 303p.

GUIMARÃES, F. A.; HOLANDA, L. F. F.; MAIA, G. A.; FÉ, J. A. M. Estudos analíticos e físicos em polpa e semente de pitanga (*Eugenia uniflora*, L.). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.2, p.208-215, 1982.

GUIMARÃES, F. A.; HOLANDA, L. F. F.; MAIA, G. A.; FÉ, J. A. M. Contribuição tecnológica ao processamento e conservação da polpa de pitanga (*Eugenia uniflora*, L.). **Boletim da Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.17, p.1-13, 1983.

HABERT, A. C.; BORGES, C. P.; NOBREGA, R. **Processos de separação com membranas**. COPPE – UFRJ, 1997, 200p.

HABERT, A. C.; BORGES, C. P.; NOBREGA, R. **Processos de separação por membranas**. Rio de Janeiro: E-papers, 2006. 180p.

HENRY, L. K.; SCHWARTZ, S. J. Oxidative degradation kinetics of lycopene, lutein and 9-*cis* and all-*trans* β -carotene. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, Chicago, v.75, p.823-829, 1998.

HERMIA, J. Constant pressure blocking filtration laws – application to power-law non-Newtonian fluids. **Transactions of the Institution of Chemical Engineers**, London, v.60, p.183-187, 1982.

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

HAMINIUK, C. W. I. **Comportamento reológico e fracionamento péctico das polpas integrais de araçá (*Psidium cattleianum sabine*) e amora-preta (*Rubus spp*)**. 2005. 85f. Dissertação (Mestrado) – Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2005.

HOLDSWORTH, S. D. Applicability of rheological models to the interpretation of flow and processing behavior of fluid food products. **Journal of Texture Studies**, Westport, v. 2, p. 393-418, 1971.

HOLDSWORTH, S. D. Rheological models used for the prediction of the flow properties of food products: a literature review. **Transactions of the Institution of Chemical Engineers**, London, Part C, v. 71, p. 139-179, 1993.

IBARZ, A.; GONZALEZ, C.; ESPLUGAS, S. Rheology of clarified fruit juices. III: orange juices. **Journal of Food Engineering**, Essex, v.21, p.485-494, 1994.

IBARZ, A.; PAGAN, J.; GUTIERREZ, J.; VICENTE, M. Rheological properties of clarified pear juice concentrates. **Journal of Food Engineering**, Essex, v.10, p.57-63, 1989.

JIRARATANANON, R.; CHANACHAI, A. A study of fouling in the ultrafiltration of passion fruit juice. **Journal of Membrane Science**, Amsterdam, v.111, p.39-48, 1996.

KHALIL, K. E.; RAMAKRISHNA, P.; NANJUNDASWAMY, A. M.; PATWARDHAN, M. V. Rheological behaviour of clarified banana juice: effect of temperature and concentration. **Journal of Food Engineering**, Essex, v.10, p.231-240, 1989.

KOLTUNIEWICZ, A. B.; FIELD, R. W. Process factors during removal of oil-in-water emulsions with crossflow microfiltration. **Desalination**, Amsterdam, v.105, p.79-89, 1996.

LEE, W. C.; YUSOF, S.; HAMID, N. S. A.; BAHARIN, B. S. Optimizing conditions for enzymatic clarification of banana juice using response surface methodology (RSM). **Journal of Food Engineering**, Essex, v.73, p.55-63, 2006.

LIM, A. L.; BAI, R. Membrane fouling and cleaning in microfiltration of activated sludge wastewater. **Journal of Membrane Science**, Amsterdam, v.216, p.279-290, 2003.

LIMA, V. L. A. G. de.; MÉLO, E. de A.; LIMA, D. E. da. Fenólicos e carotenóides totais em pitanga. **Scientia Agricola**, Piracicaba, v.59, p.447-450, 2002.

LOPES, A. S. **Pitanga e acerola: estudo de processamento, estabilidade e formulação de néctar misto**. 2005. 175f. Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, 2005.

LOPES, A. S.; MATTIETTO, R. A.; MENEZES, H. C. Estabilidade da polpa de pitanga sob congelamento. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.25, p.553-559, 2005.

LUKANIN, O. S.; GUNKO, S. M.; BRYK, M. T.; NIGMATULLIN, R. R. The effect of content of apple juice biopolymers on the concentration by membrane distillation. **Journal of Food Engineering**, Essex, v. 60, p. 275-280, 2003.

MAHLER, J. L. Enzyme characteristics and why they are used in juice production. **Fruit Processing**, Schonborn, v.7, n.10, out. 1997.

MARSHALL, A. D.; DAUFIN, G. Physico-chemical aspects of membrane fouling by dairy fluids. In: **Fouling and cleaning in pressure driven membrane processes**. Brussels: International Dairy Federation, 1995. cap. 1, p.8-35. IDF Special Issue, 9504.

MATTA, V. M.; CABRAL, L. M. C.; MORETTI, R. H. Clarification of acerola juice by enzymatic treatment and microfiltration. **Alimentaria**, Madrid, v.309, p.127-130, 2000.

MATTA, V. M.; MORETTI, R. H.; CABRAL, L. M. C. Microfiltration and reverse osmosis for clarification and concentration of acerola juice. **Journal of Food Engineering**, Essex, v.61, p.477-482, 2004.

MIRANDA, K. F. **Estudo da concentração de licopeno por ultrafiltração a partir de suco de melancia (*Citrullus vulgaris* Schard)**. 2005. 175f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, 2005.

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

MULDER, M. **Basic Principles of Membrane Technology**. 2nded. [s.i.]: Kluwer Academic Publishers, 1997. 564p.

NAGY, S.; SHAW, P. E.; VELDHUIS, M. **Citrus Science and Technology**. Westport: The Avi Publishing Company, 1977. 531p.

NGUYEN, M. L.; SCHWARTZ, S. J. Lycopene: chemical and biological properties. **Food Technology**, Chicago, v.53, p.38-45, 1999.

OSADA, Y.; NAKAGAWA, T. **Membrane Science and Technology**. New York: Marcel Dekker, 1992. 467p.

PAULA, B. de; MORAES, I. V. M.; CASTILHO, C. C.; GOMES, F. S.; MATTA, V. M. da; CABRAL, L. M. C. Melhoria na eficiência da clarificação de suco de maracujá pela combinação dos processos de microfiltração e enzimático. **Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, Curitiba, v.22, p.311-324, 2004.

PEARSON, D. **The chemical analysis of foods**. J. & A. Churchill, London, 6th ed., 1970.

PHILIP, T. Purification and concentration of natural colorants by membranes. **Food Technology**, Chicago, v.38, p.107-107, 1984.

PINHEIRO, R. V. R.; MARTELETO, L. O.; SOUZA, A. C. G. de; CASALI, W. D.; CONDÉ, A. R. Produtividade e qualidade dos frutos de dez variedades de goiaba, em Visconde do Rio Branco, Minas Gerais, visando ao consumo ao natural e à industrialização. **Revista Ceres**, Viçosa, v.31, p.360-387, 1984.

PORTER, M. C. **Handbook of Industrial Membrane Technology**. New Jersey: Noyes Publications, 1990. 604p.

QUEIROZ, A. J. **Análise do comportamento reológico dos sucos de abacaxi e manga**. 1998. 109f. Tese (Doutorado) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1998.

RAI, P.; MAJUMDAR, G. C.; DASGUPTA, S.; DE, S. Optimizing pectinase usage in pretreatment of mosambi juice for clarification by response surface methodology. **Journal of Food Engineering**, Essex, v.64, p.397-403, 2004.

RAO, A. V.; RAO, L. G. Carotenoids and human health. **Pharmacological Research**, London, v.55, p.207-216, 2007.

RAUTENBACH, R.; ALBRECHT, R. **Membrane processes**. Chichester: John Wiley & Sons, 1989. 359p.

RIEDL, K.; GIRARD, B.; LENCKI, R. W. Influence of membrane structure on fouling layer morphology during apple juice clarification. **Journal of Membrane Science**, Amsterdam, v.139, p.155-166, 1998.

RODRIGUES, M. I.; IEMMA, A. F. Planejamento de experimentos e otimização de processos: uma estratégia seqüencial de planejamentos. Campinas: Casa do Pão Editora, 2005. 326p.

RODRIGUEZ-AMAYA, D. B. **A guide to carotenoid analysis in foods**. Washington: Opportunities for Micronutrient Intervention (OMNI), 1999.

SATO, A. C. K.; CUNHA, R. L. da. Influência da temperatura no comportamento reológico da polpa de jabuticaba. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 27, p. 890-896, 2007.

SCHRAMM, G. A practical approach to rheology and rheometry. Karlsruhe: Gebrueder Haake Gmbh, 1994. 289p.

SGARBIERI, V. C.; PACHECO, M. T. B. Revisão: alimentos funcionais fisiológicos. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v.2, p.7-19, 1999.

SHALOM, N. B. hindrance of hemicelluloses and cellulose hydrolysis by pectic substances. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 51, p. 720-721; 730, 1986.

SHARMA, S. K.; LeMAGUER, M.; LIPTAY, A.; POYSA, V. Effect of composition on the rheological properties of tomato thin pulp. **Food Research International**, Barking, v.29, p.175-179, 1996.

SILVA, F. C. da; GUIMARÃES, D. H. P.; GASPARETTO, C. A. Reologia do suco de acerola: efeitos da concentração e temperatura. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.25, p.121-126, 2005.

SILVA, S. M. Pitanga. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Cruz das Almas, v.28, 2006 Disponível em: <http://www.todafruta.com.br>. Acessado em: 02 de dezembro de 2008.

SIN, H. N.; YUSOF, S.; HAMID, N. S. A.; RAHMAN, R. A. Optimization of enzymatic clarification of sapodilla juice using response surface methodology. **Journal of Food Engineering**, Essex, v.73, p.313-319, 2006.

STAHL, W.; SIES, H. Lycopene: a biologically important carotenoid for humans? **Archives of Biochemistry and Biophysics**, New York, v.336, p.1-9, 1996.

STEFFE, J. F. **Rheological methods in food process engineering**. Michigan: Freeman Press, 2^a ed., 1996. 418p.

TANADA, P. S. **Obtenção de extrato de banana (*Musa cavendishii*) isento de polifenoloxidade por ultrafiltração e concentração por osmose inversa**. 1996. 101f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, 1996.

THANE, C.; REDDY, S. Processing of fruit and vegetables: effect on carotenoids. **Nutrition and Food Science**, London, n.2, p.58-65, 1997.

ULBRICHT, M. Advanced functional polymer membranes. **Polymer**, London, v.47, p.2217-2262, 2006.

USHIKUBO, F. Y.; WATANABE, A. P.; VIOTTO, L. A. Microfiltration of umbu (*Spondias tuberosa* Arr. Cam.) juice. **Journal of Membrane Science**, Amsterdam, v.288, p.61-66, 2007.

VAILLANT, F.; CISSE, M.; CHAVERRI, M.; PEREZ, A.; DORNIER, M.; VIQUEZ, F.; DHUIQUE-MAYER, C. Clarification and concentration of melon juice using membrane processes. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v.6, p.213-220, 2005.

VAILLANT, F.; MILLAN, P.; DORNIER, M.; DECLOUX, M.; REYNES, M. Strategy for economical optimization of the clarification of pulpy fruit juices using crossflow microfiltration. **Journal of Food Engineering**, Essex, v.48, p.83-90, 2001.

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

VELA, M. C. V.; BLANCO, S. A.; GARCÍA, J. L.; RODRÍGUEZ, E. B. Analysis of membrane pore blocking models applied to the ultrafiltration of PEG. **Separation and Purification Technology**, v.62, p.489-498, 2008.

VIDAL, J. R. M. B.; SIERAKOWSKI, M. R.; HAMINIUK, C. W. I.; MASSON, M. L. Propriedades reológicas da polpa de manga (*Mangifera indica* L. cv Keitt) centrifugada. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 30, p. 955-960, 2006.

WATANABE, A. P. **Microfiltração de suco de tamarindo (*Tamarindus indica* L.) por membrana polimérica: efeito do tratamento enzimático, da velocidade tangencial e da pressão transmembrana**. 2007. 95f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, 2007.

WATANABE, A. P.; USHIKUBO, F. Y.; VIOTTO, L. A. Evaluation of permeate flux in microfiltration of Tamarind (*Tamarindus indica* L.) juice using polypropylene membrane. **Desalination**, Amsterdam, v.200, p.337-338, 2006.

WILSON, E. L.; DONALD, J. W. B. Kiwifruit juice processing using heat treatment techniques and ultrafiltration. **Journal of Food Science**, Chicago, v.48, p.1101-1105, 1983.

WOLKOFF, D. B. **Estudo da estabilidade de repositório hidroeletrólítico formulado à base de sucos clarificados de acerola e caju**. 2004. 183f. Tese (Doutorado) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2004

YOUN, W.; HONG, J.; BAE, D.; KIM, S. Effective clarifying process of reconstituted apple juice using membrane filtration with filter-aid pretreatment. **Journal of Membrane Science**, Amsterdam, v.228, p.179-186, 2004.

YU, J.; LENCKI, R. W. Effect of enzyme treatments on the fouling behavior of apple juice during microfiltration. **Journal of Food Engineering**, Essex, v.63, p.413-423, 2004.

9 APÊNDICES

9.1 Avaliação de “Blends” Enzimáticos

Tabela 9.1: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação (γ) e tensão de cisalhamento (τ) para o experimento aplicando 0,1% de pectinase (Experimento 1).

v (RPM)	v (cm/s)	γ (s ⁻¹)	η (Pa.s)	η (cP)	τ (Pa)
30	2,75	17,48887	0,0035	3,4733	0,0607
40	3,66	23,31849	0,0031	3,0833	0,0719
45	4,12	26,2333	0,0029	2,9000	0,0761
50	4,58	29,14811	0,0028	2,7633	0,0805
60	5,49	34,97773	0,0026	2,6167	0,0915
70	6,41	40,80735	0,0025	2,4933	0,1017
90	8,24	52,4666	0,0023	2,3200	0,1217
100	9,15	58,29622	0,0023	2,2633	0,1319
120	10,98	69,95546	0,0022	2,2167	0,1551
140	12,81	81,61471	0,0022	2,2067	0,1801

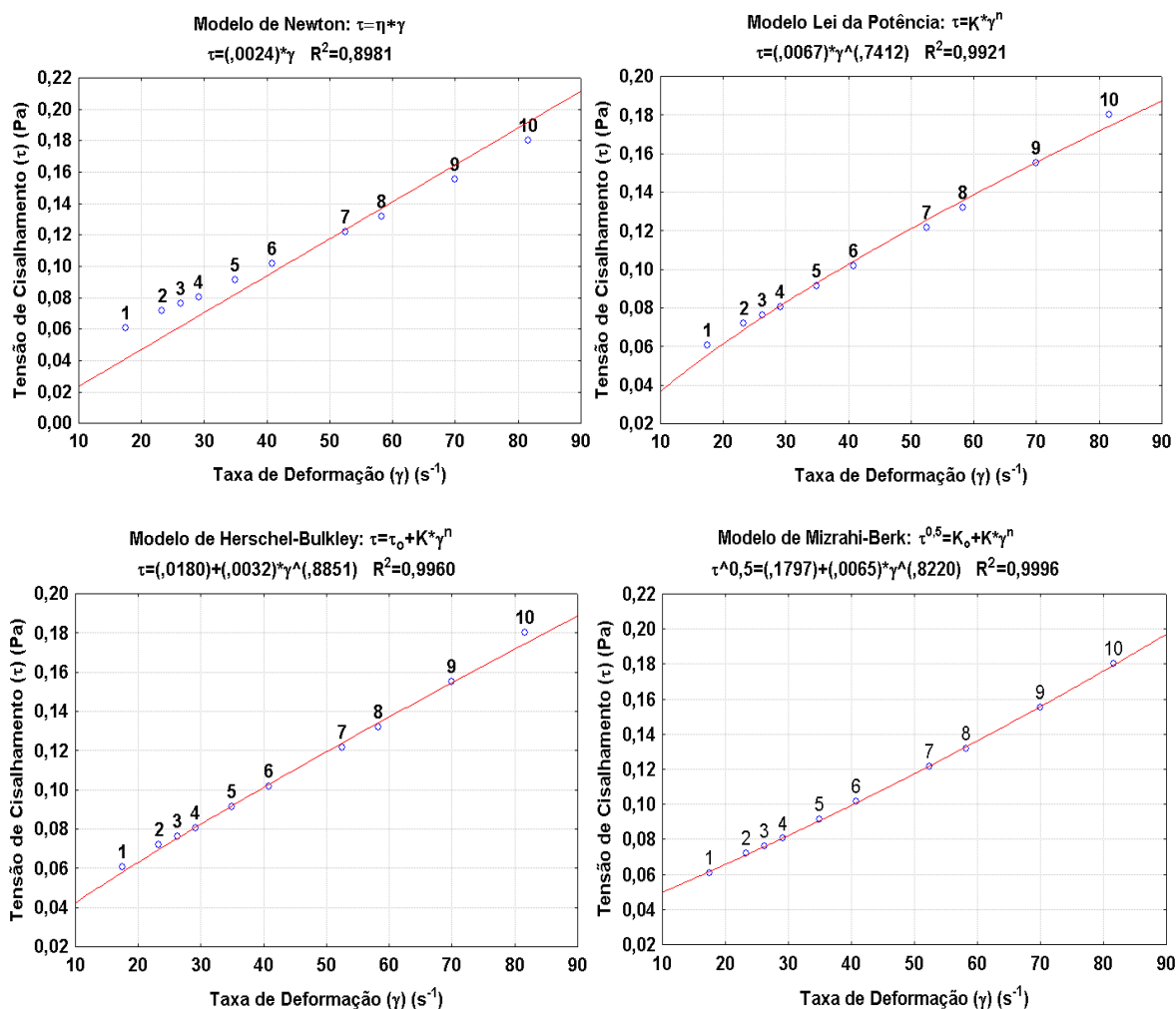


Figura 9.1: Ajuste dos resultados do Experimento 1 aos modelos reológicos.

Tabela 9.2: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação ($\dot{\gamma}$) e tensão de cisalhamento (τ) para o experimento aplicando 0,075% de pectinase e 0,025% de celulase (Experimento 2).

v (RPM)	v (cm/s)	$\dot{\gamma}$ (s ⁻¹)	η (Pa.s)	η (cP)	τ (Pa)
30	2,75	17,48887	0,0026	2,6300	0,0460
40	3,66	23,31849	0,0024	2,3733	0,0553
45	4,12	26,2333	0,0023	2,2767	0,0597
50	4,58	29,14811	0,0022	2,1900	0,0638
60	5,49	34,97773	0,0021	2,1100	0,0738
70	6,41	40,80735	0,0020	2,0267	0,0827
90	8,24	52,4666	0,0019	1,9333	0,1014
100	9,15	58,29622	0,0019	1,8867	0,1100
120	10,98	69,95546	0,0019	1,8700	0,1308
140	12,81	81,61471	0,0019	1,8800	0,1534

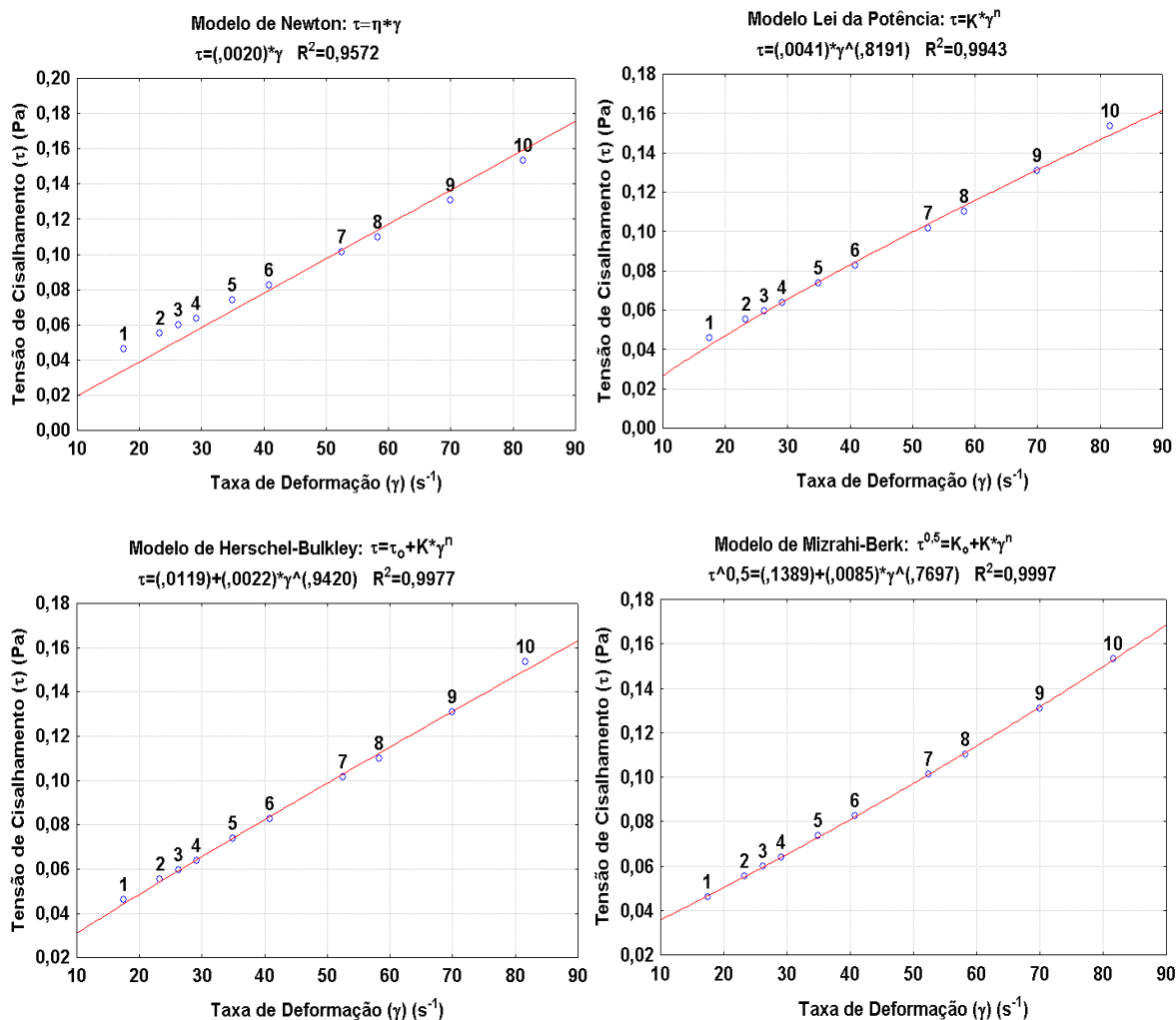


Figura 9.2: Ajuste dos resultados do Experimento 2 aos modelos reológicos.

Tabela 9.3: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação ($\dot{\gamma}$) e tensão de cisalhamento (τ) para o experimento aplicando 0,050% de pectinase e 0,050% de celulase (Experimento 3).

v (RPM)	v (cm/s)	$\dot{\gamma}$ (s ⁻¹)	η (Pa.s)	η (cP)	τ (Pa)
30	2,75	17,48887	0,0024	2,4467	0,0428
40	3,66	23,31849	0,0023	2,2533	0,0525
45	4,12	26,2333	0,0022	2,1600	0,0567
50	4,58	29,14811	0,0021	2,0900	0,0609
60	5,49	34,97773	0,0020	2,0200	0,0707
70	6,41	40,80735	0,0020	1,9500	0,0796
90	8,24	52,4666	0,0019	1,8600	0,0976
100	9,15	58,29622	0,0018	1,8233	0,1063
120	10,98	69,95546	0,0018	1,8100	0,1266
140	12,81	81,61471	0,0018	1,8233	0,1488

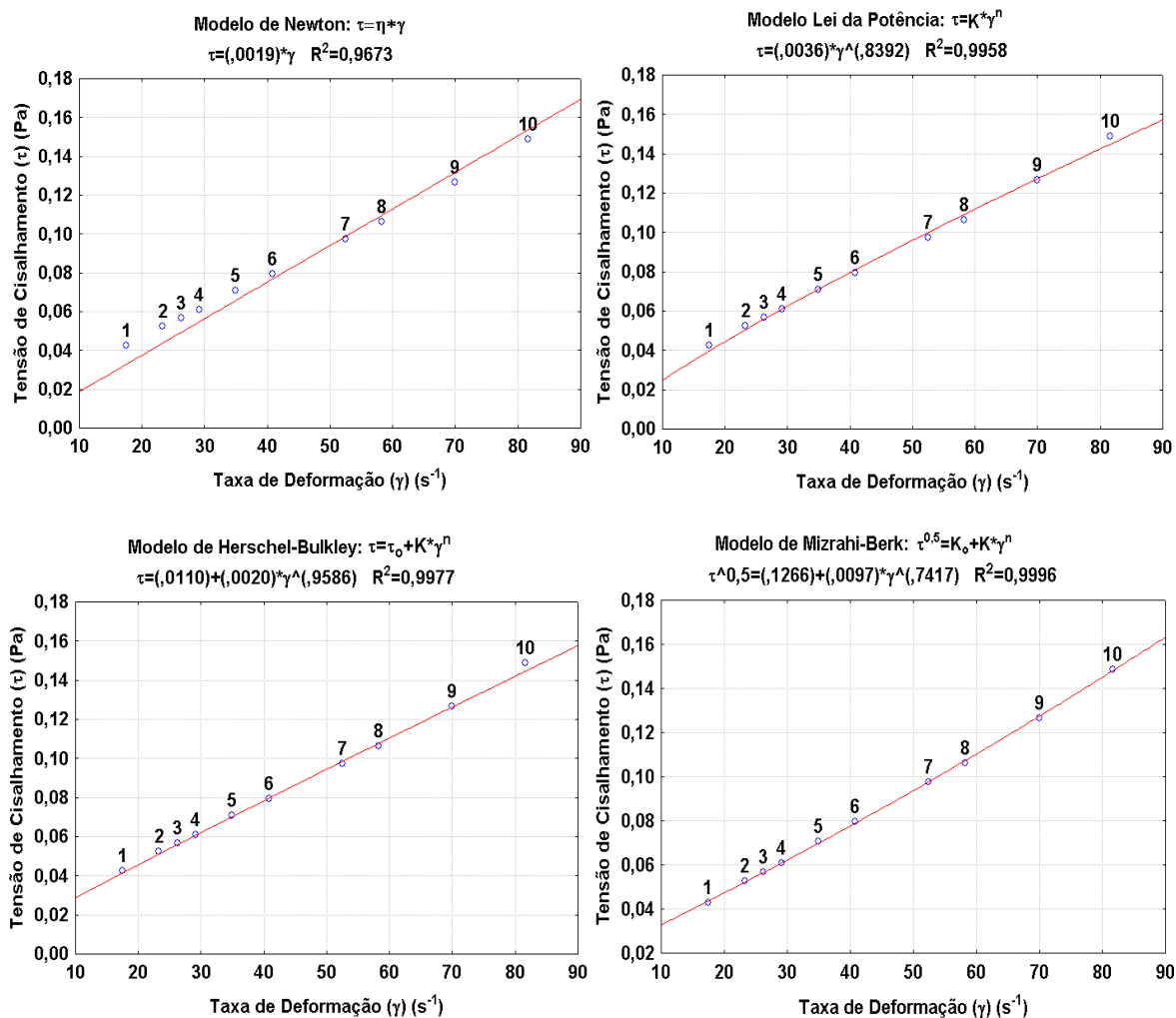


Figura 9.3: Ajuste dos resultados do Experimento 3 aos modelos reológicos.

Tabela 9.4: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação (γ) e tensão de cisalhamento (τ) para o experimento aplicando 0,025% de pectinase e 0,075% de celulase (Experimento 4).

v (RPM)	v (cm/s)	γ (s ⁻¹)	η (Pa.s)	η (cP)	τ (Pa)
30	2,75	17,48887	0,0023	2,2567	0,0395
40	3,66	23,31849	0,0021	2,0900	0,0487
45	4,12	26,2333	0,0020	2,0267	0,0532
50	4,58	29,14811	0,0020	1,9600	0,0571
60	5,49	34,97773	0,0019	1,9033	0,0666
70	6,41	40,80735	0,0018	1,8467	0,0754
90	8,24	52,4666	0,0018	1,7767	0,0932
100	9,15	58,29622	0,0017	1,7467	0,1018
120	10,98	69,95546	0,0017	1,7367	0,1215
140	12,81	81,61471	0,0018	1,7700	0,1445

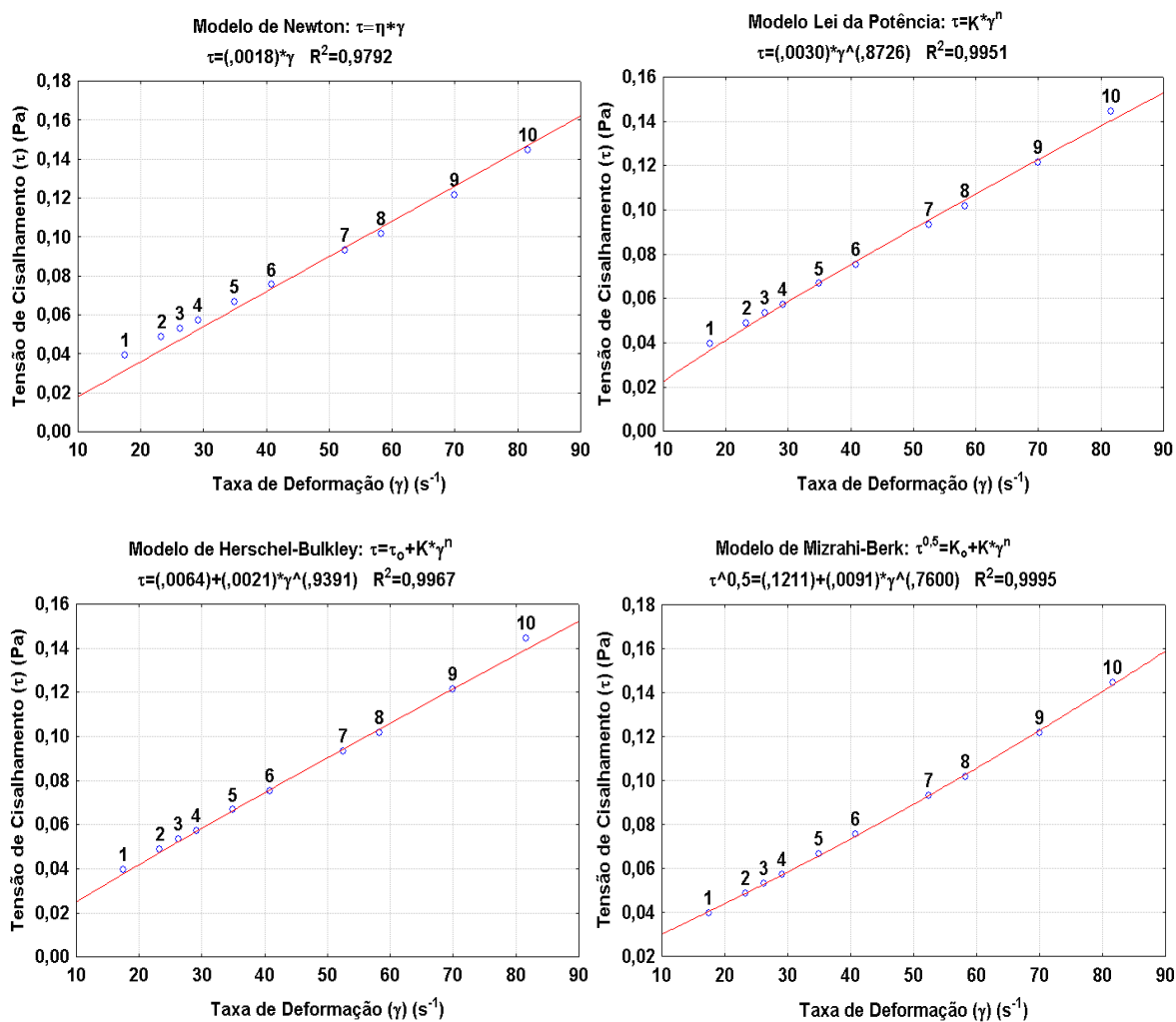


Figura 9.4: Ajuste dos resultados do Experimento 4 aos modelos reológicos.

Tabela 9.5: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação ($\dot{\gamma}$) e tensão de cisalhamento (τ) para o experimento aplicando 0,1% de celulase (Experimento 5).

v (RPM)	v (cm/s)	$\dot{\gamma}$ (s ⁻¹)	η (Pa.s)	η (cP)	τ (Pa)
30	2,75	17,48887	0,0025	2,4633	0,0431
40	3,66	23,31849	0,0023	2,3300	0,0543
45	4,12	26,2333	0,0023	2,2567	0,0592
50	4,58	29,14811	0,0022	2,1933	0,0639
60	5,49	34,97773	0,0021	2,1267	0,0744
70	6,41	40,80735	0,0021	2,0700	0,0845
90	8,24	52,4666	0,0020	1,9967	0,1048
100	9,15	58,29622	0,0020	1,9633	0,1145
120	10,98	69,95546	0,0020	1,9567	0,1369
140	12,81	81,61471	0,0020	1,9567	0,1597

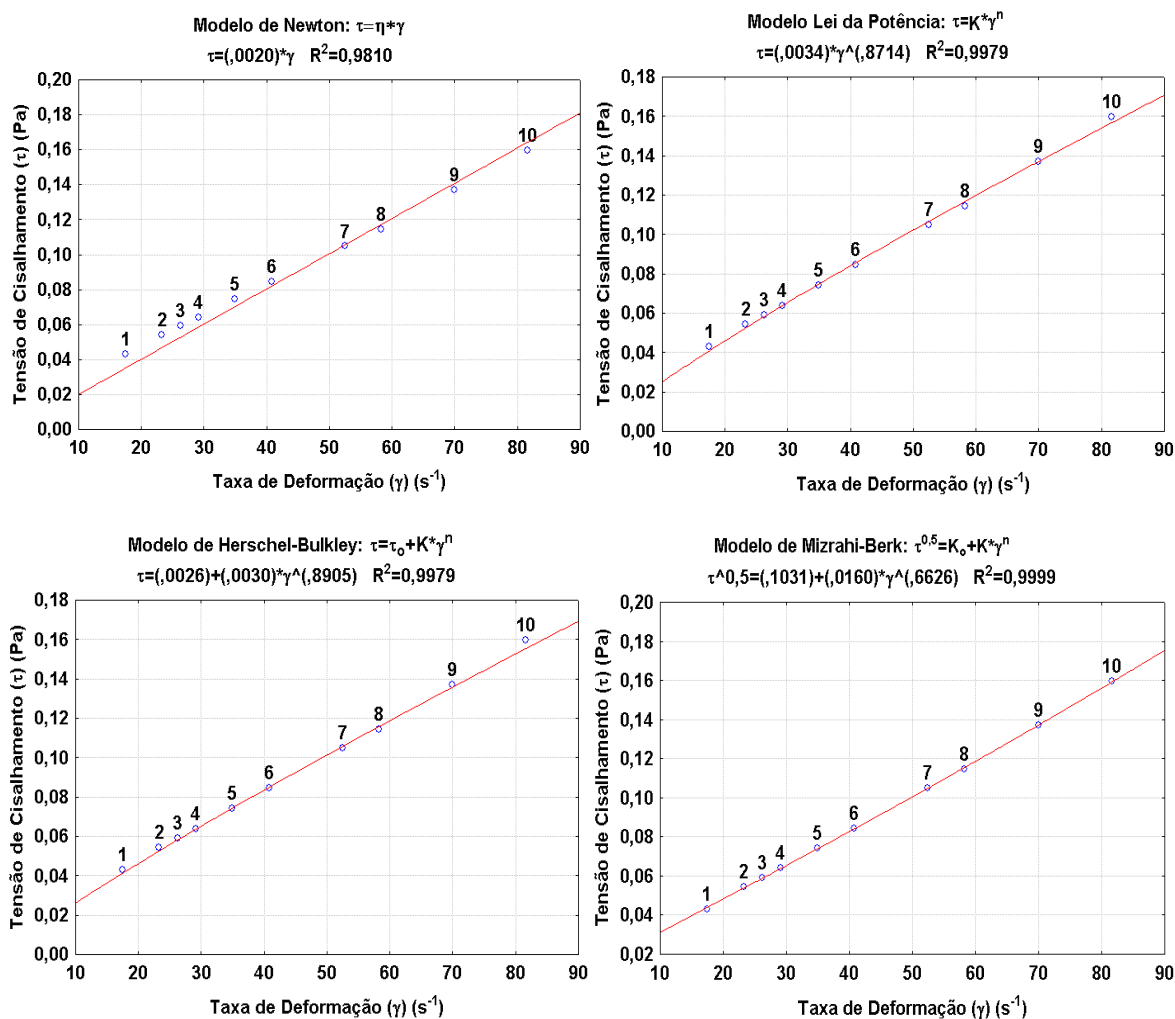


Figura 9.5: Ajuste dos resultados do Experimento 5 aos modelos reológicos.

Tabela 9.6: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação (γ) e tensão de cisalhamento (τ) para o suco sem tratamento enzimático (Experimento 6).

v (RPM)	v (cm/s)	γ (s ⁻¹)	η (Pa.s)	η (cP)	τ (Pa)
30	2,75	17,48887	0,0044	4,3833	0,0767
40	3,66	23,31849	0,0038	3,8367	0,0895
45	4,12	26,2333	0,0036	3,6367	0,0954
50	4,58	29,14811	0,0035	3,4600	0,1009
60	5,49	34,97773	0,0033	3,2533	0,1138
70	6,41	40,80735	0,0031	3,0867	0,1260
90	8,24	52,4666	0,0029	2,8533	0,1497
100	9,15	58,29622	0,0028	2,7767	0,1619
120	10,98	69,95546	0,0027	2,6867	0,1879
140	12,81	81,61471	0,0026	2,6300	0,2146

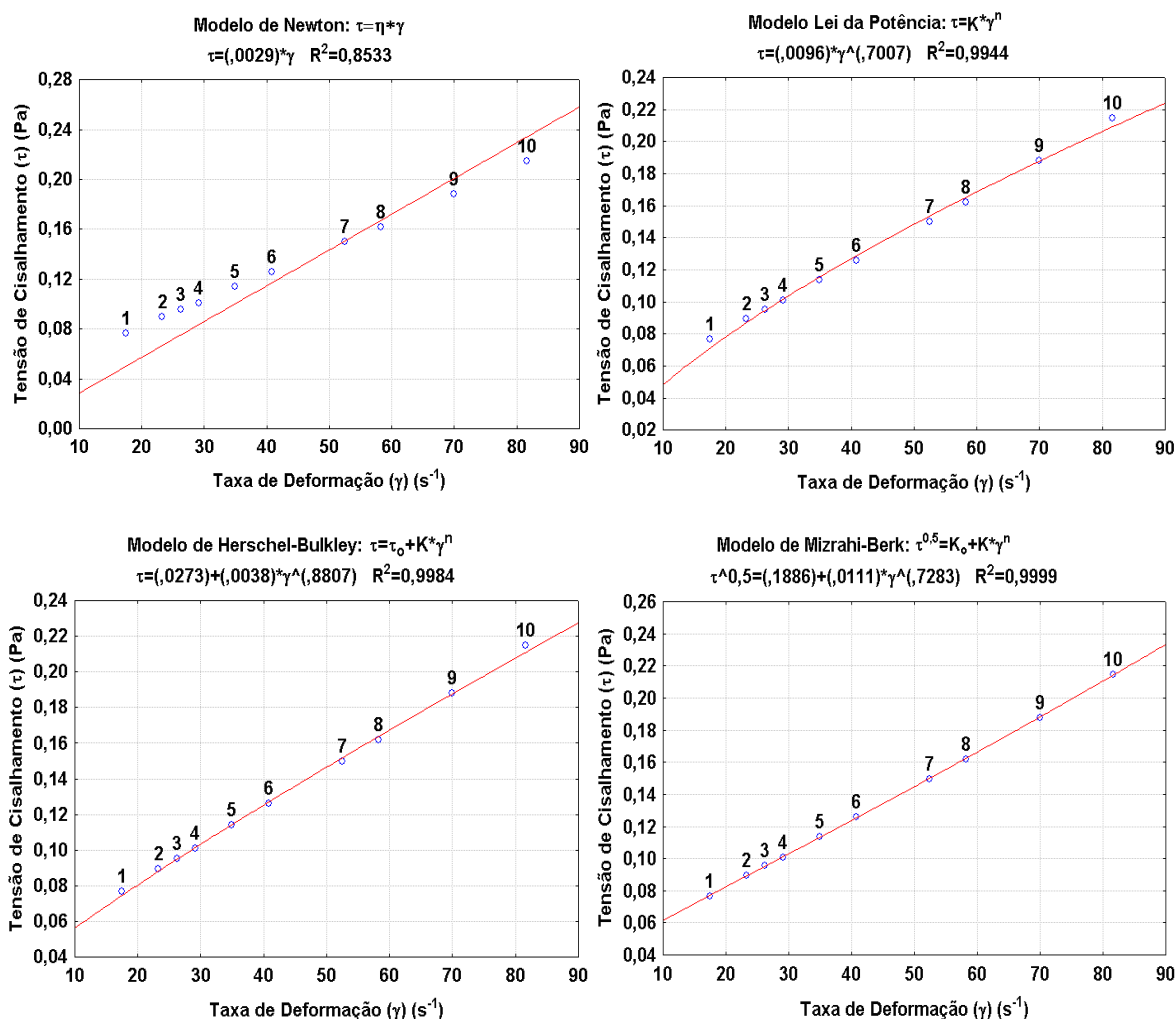


Figura 9.6: Ajuste dos resultados do Experimento 6 aos modelos reológicos.

9.2 Curvas de Fluxo de Permeado (Unidade de Laboratório)

Todos os experimentos foram realizados nas mesmas condições de pressão, temperatura e área de permeação: 2 bar, 35°C e 0,00515 m², respectivamente. A massa inicial de alimentação foi de 500 g e todas as corridas foram realizadas até fator de concentração igual a 2. Nas tabelas a seguir são apresentados os dados obtidos para fluxo de permeado para cada experimento.

Tabela 9.7: Dados experimentais para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga sem tratamento enzimático.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,00099	23,07	0,00099	23,07	1,00
1,0	0,00189	22,02	0,00090	20,97	1,00
1,5	0,00299	23,22	0,00110	25,63	1,01
2,0	0,00414	24,11	0,00115	26,79	1,01
2,5	0,00520	24,23	0,00106	24,70	1,01
3,0	0,00626	24,31	0,00106	24,70	1,01
3,5	0,00722	24,03	0,00096	22,37	1,01
4,0	0,00810	23,59	0,00088	20,50	1,02
4,5	0,00898	23,25	0,00088	20,50	1,02
5,0	0,00984	22,93	0,00086	20,04	1,02
5,5	0,01070	22,66	0,00086	20,04	1,02
6,0	0,01157	22,46	0,00087	20,27	1,02
7,0	0,01314	21,87	0,00157	18,29	1,03
8,0	0,01469	21,39	0,00155	18,06	1,03
8,5	0,01538	21,08	0,00069	16,08	1,03
9,0	0,01616	20,92	0,00078	18,17	1,03
10,0	0,01762	20,53	0,00146	17,01	1,04
11,0	0,01909	20,22	0,00147	17,12	1,04
12,0	0,02046	19,86	0,00137	15,96	1,04
13,0	0,02184	19,57	0,00138	16,08	1,05
14,0	0,02312	19,24	0,00266	15,49	1,05
15,0	0,02440	18,95	0,00128	14,91	1,05
16,0	0,02568	18,70	0,00128	14,91	1,05
17,0	0,02695	18,47	0,00127	14,80	1,06
18,0	0,02823	18,27	0,00128	14,91	1,06
19,0	0,02942	18,04	0,00119	13,86	1,06
20,0	0,03069	17,88	0,00127	14,80	1,07
25,0	0,03661	17,06	0,00592	13,79	1,08
30,0	0,04240	16,46	0,00579	13,49	1,09
35,0	0,04813	16,02	0,00573	13,35	1,11
40,0	0,05365	15,63	0,00552	12,86	1,12
45,0	0,05893	15,26	0,00528	12,30	1,13
50,0	0,06408	14,93	0,00515	12,00	1,15

55,0	0,06924	14,67	0,00516	12,02	1,16
60,0	0,07429	14,42	0,00505	11,77	1,17
70,0	0,08421	14,01	0,00992	11,56	1,20
80,0	0,09369	13,64	0,00948	11,04	1,23
90,0	0,10335	13,38	0,00966	11,25	1,26
100,0	0,11301	13,17	0,00966	11,25	1,29
110,0	0,12253	12,98	0,00952	11,09	1,32
120,0	0,13063	12,68	0,00810	9,44	1,35
135,0	0,14219	12,27	0,01156	8,98	1,40
150,0	0,15400	11,96	0,01181	9,17	1,45
165,0	0,16486	11,64	0,01086	8,43	1,49
180,0	0,17586	11,38	0,01100	8,54	1,54
195,0	0,18630	11,13	0,01044	8,11	1,59
210,0	0,19624	10,89	0,00994	7,72	1,65
228,0	0,20816	10,64	0,01192	7,71	1,71
241,0	0,21666	10,47	0,00850	7,62	1,76
259,0	0,22776	10,24	0,01110	7,18	1,84
270,0	0,23434	10,11	0,00658	6,97	1,88
285,0	0,24300	9,93	0,00866	6,73	1,95
297,0	0,25003	9,81	0,00703	6,82	2,00

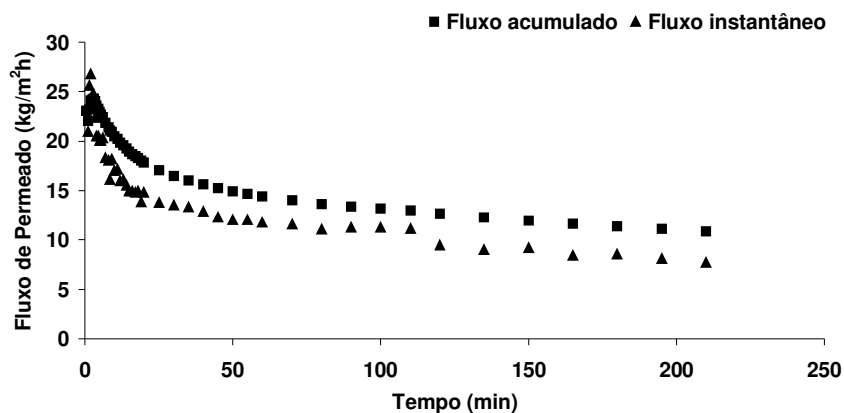


Figura 9.7: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga sem tratamento enzimático.

Tabela 9.8: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga sem tratamento enzimático.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,00082	19,11	0,00082	19,11	1,00
1,0	0,00132	15,38	0,00050	11,65	1,00
1,5	0,00176	13,67	0,00044	10,25	1,00
2,0	0,00258	15,03	0,00082	19,11	1,01
2,5	0,00301	14,03	0,00043	10,02	1,01
3,0	0,00381	14,80	0,00080	18,64	1,01
3,5	0,00459	15,28	0,00078	18,17	1,01
4,0	0,00521	15,17	0,00062	14,45	1,01

5,0	0,00675	15,73	0,00154	17,94	1,01
5,5	0,00750	15,89	0,00075	17,47	1,02
6,0	0,00825	16,02	0,00075	17,47	1,02
6,5	0,00904	16,20	0,00079	18,41	1,02
7,0	0,00975	16,23	0,00071	16,54	1,02
7,5	0,01054	16,37	0,00079	18,41	1,02
8,0	0,01124	16,37	0,00070	16,31	1,02
8,5	0,01194	16,36	0,00070	16,31	1,02
9,0	0,01264	16,36	0,00070	16,31	1,03
9,5	0,01334	16,36	0,00070	16,31	1,03
10,0	0,01389	16,18	0,00055	12,81	1,03
11,0	0,01520	16,10	0,00131	15,26	1,03
12,0	0,01653	16,05	0,00133	15,49	1,03
13,0	0,01784	15,99	0,00131	15,26	1,04
14,0	0,01916	15,94	0,00132	15,38	1,04
15,0	0,02039	15,84	0,00123	14,33	1,04
16,0	0,02170	15,80	0,00131	15,26	1,05
17,0	0,02293	15,71	0,00123	14,33	1,05
19,0	0,02549	15,63	0,00256	14,91	1,05
20,0	0,02679	15,60	0,00130	15,14	1,06
25,0	0,03295	15,35	0,00616	14,35	1,07
30,0	0,03878	15,06	0,00583	13,58	1,08
40,0	0,05002	14,57	0,01124	13,09	1,11
45,0	0,05554	14,38	0,00552	12,86	1,12
50,0	0,06058	14,11	0,00504	11,74	1,14
55,0	0,06598	13,98	0,00540	12,58	1,15
60,0	0,07130	13,84	0,00532	12,40	1,17
70,0	0,08159	13,58	0,01029	11,99	1,20
80,0	0,09075	13,22	0,00916	10,67	1,22
90,0	0,09882	12,79	0,00807	9,40	1,25
100,0	0,10593	12,34	0,00711	8,28	1,27
110,0	0,11393	12,07	0,00800	9,32	1,30
120,0	0,12202	11,85	0,00809	9,42	1,32
135,0	0,13310	11,49	0,01108	8,61	1,36
150,0	0,14307	11,11	0,00997	7,74	1,40
165,0	0,15397	10,87	0,01090	8,47	1,44
180,0	0,16498	10,68	0,01101	8,55	1,49
195,0	0,17539	10,48	0,01041	8,08	1,54
210,0	0,18429	10,22	0,00890	6,91	1,58
225,0	0,19483	10,09	0,01054	8,19	1,64
240,0	0,20447	9,92	0,00964	7,49	1,69
255,0	0,21465	9,81	0,01018	7,91	1,75
270,0	0,22408	9,67	0,00943	7,32	1,81
285,0	0,23363	9,55	0,00955	7,42	1,88
300,0	0,24163	9,38	0,00800	6,21	1,94
313,5	0,25000	9,29	0,00837	7,22	2,00

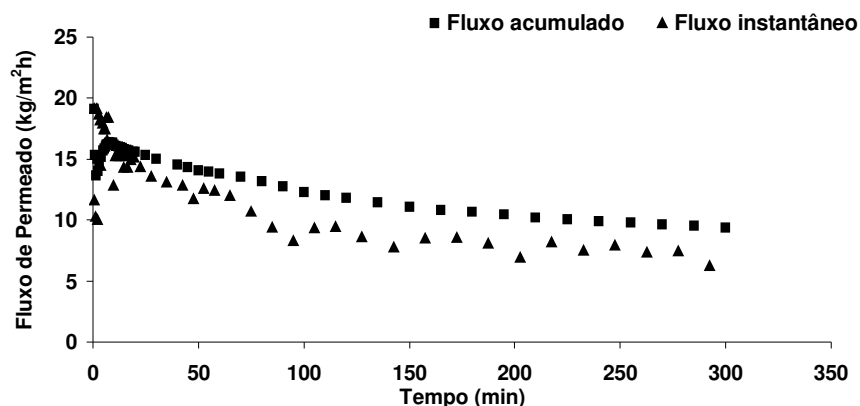


Figura 9.8: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga sem tratamento enzimático.

Tabela 9.9: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga sem tratamento enzimático.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,0075	173,81	0,00746	173,81	1,02
1,0	0,0098	113,70	0,00230	53,59	1,02
1,5	0,0116	89,78	0,00180	41,94	1,02
2,0	0,0132	76,77	0,00162	37,74	1,03
2,5	0,0146	68,03	0,00142	33,08	1,03
3,0	0,0159	61,67	0,00128	29,82	1,03
3,5	0,0172	57,12	0,00128	29,82	1,04
4,0	0,0184	53,50	0,00121	28,19	1,04
4,5	0,0193	49,89	0,00090	20,97	1,04
5,0	0,0202	47,09	0,00094	21,90	1,04
5,5	0,0213	45,07	0,00107	24,93	1,04
6,0	0,0223	43,20	0,00097	22,60	1,05
6,5	0,0232	41,53	0,00092	21,44	1,05
7,0	0,0241	40,11	0,00093	21,67	1,05
7,5	0,0250	38,88	0,00093	21,67	1,05
8,0	0,0259	37,67	0,00084	19,57	1,05
8,5	0,0268	36,72	0,00092	21,44	1,06
9,0	0,0275	35,65	0,00075	17,47	1,06
9,5	0,0284	34,80	0,00084	19,57	1,06
10,0	0,0292	34,03	0,00083	19,34	1,06
11,0	0,0307	32,53	0,00151	17,59	1,07
12,0	0,0323	31,31	0,00153	17,82	1,07
13,0	0,0337	30,23	0,00148	17,24	1,07
14,0	0,0351	29,24	0,00141	16,43	1,08
15,0	0,0366	28,39	0,00141	16,43	1,08
16,0	0,0379	27,58	0,00133	15,49	1,08
17,0	0,0392	26,87	0,00133	15,49	1,09
18,0	0,0405	26,23	0,00132	15,38	1,09
19,0	0,0418	25,65	0,00131	15,26	1,09

20,0	0,0431	25,08	0,00122	14,21	1,09
25,0	0,0490	22,85	0,00597	13,91	1,11
30,0	0,0550	21,36	0,00597	13,91	1,12
35,0	0,0600	19,98	0,00502	11,70	1,14
40,0	0,0652	18,98	0,00515	12,00	1,15
45,0	0,0701	18,15	0,00494	11,51	1,16
50,0	0,0749	17,45	0,00479	11,16	1,18
55,0	0,0796	16,86	0,00469	10,93	1,19
60,0	0,0842	16,34	0,00459	10,69	1,20
70,0	0,0930	15,47	0,00878	10,23	1,23
80,0	0,1015	14,77	0,00849	9,89	1,25
90,0	0,1096	14,19	0,00818	9,53	1,28
100,0	0,1178	13,72	0,00815	9,49	1,31
110,0	0,1262	13,36	0,00840	9,79	1,34
120,0	0,1342	13,02	0,00797	9,28	1,37
135,0	0,1458	12,58	0,01163	9,03	1,41
150,0	0,1571	12,20	0,01129	8,77	1,46
165,0	0,1680	11,86	0,01094	8,50	1,51
180,0	0,1788	11,57	0,01079	8,38	1,56
195,0	0,1893	11,31	0,01050	8,15	1,61
210,0	0,2027	11,24	0,01339	10,40	1,68
225,0	0,2093	10,84	0,00662	5,14	1,72
240,0	0,2190	10,63	0,00966	7,50	1,78
255,0	0,2288	10,45	0,00982	7,63	1,84
270,0	0,2383	10,28	0,00953	7,40	1,91
285,0	0,2476	10,12	0,00924	7,18	1,98
289,0	0,2500	10,08	0,00244	7,11	2,00

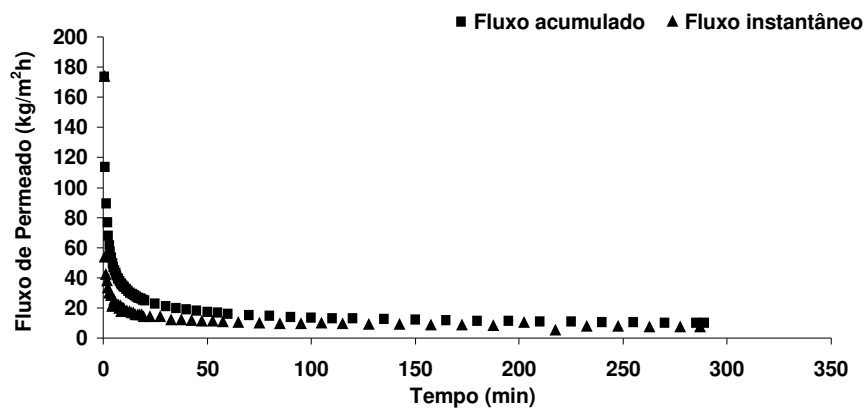


Figura 9.9: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga sem tratamento enzimático.

Tabela 9.10: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga sem tratamento enzimático.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,00586	136,53	0,00586	136,53	1,01
1,0	0,00785	91,45	0,00199	46,37	1,02
1,5	0,00966	75,02	0,00181	42,17	1,02
2,5	0,01268	59,09	0,00302	35,18	1,03
3,0	0,01406	54,60	0,00138	32,15	1,03
3,5	0,01521	50,63	0,00115	26,79	1,03
4,0	0,01639	47,73	0,00118	27,49	1,03
4,5	0,01753	45,38	0,00114	26,56	1,04
5,0	0,01860	43,34	0,00107	24,93	1,04
5,5	0,01960	41,51	0,00100	23,30	1,04
6,0	0,02061	40,02	0,00101	23,53	1,04
6,5	0,02157	38,66	0,00096	22,37	1,05
7,0	0,02252	37,48	0,00095	22,13	1,05
7,5	0,02340	36,35	0,00088	20,50	1,05
8,0	0,02427	35,34	0,00087	20,27	1,05
8,5	0,02513	34,44	0,00086	20,04	1,05
9,0	0,02591	33,54	0,00078	18,17	1,05
9,5	0,02679	32,85	0,00088	20,50	1,06
10,0	0,02764	32,20	0,00085	19,80	1,06
11,0	0,02919	30,91	0,00155	18,06	1,06
12,0	0,03071	29,81	0,00152	17,71	1,07
13,0	0,03215	28,81	0,00144	16,78	1,07
14,0	0,03359	27,95	0,00144	16,78	1,07
15,0	0,03495	27,14	0,00136	15,84	1,08
16,0	0,03630	26,43	0,00135	15,73	1,08
17,0	0,03763	25,79	0,00133	15,49	1,08
18,0	0,03891	25,18	0,00128	14,91	1,08
19,0	0,04023	24,67	0,00132	15,38	1,09
20,0	0,04147	24,16	0,00124	14,45	1,09
25,0	0,04735	22,06	0,00588	13,70	1,10
30,0	0,05285	20,52	0,00550	12,81	1,12
35,0	0,05815	19,36	0,00530	12,35	1,13
40,0	0,06311	18,38	0,00496	11,56	1,14
48,0	0,07100	17,23	0,00789	11,49	1,17
50,0	0,07294	16,99	0,00194	11,30	1,17
57,0	0,07930	16,21	0,00636	10,58	1,19
63,0	0,08459	15,64	0,00529	10,27	1,20
70,0	0,09058	15,07	0,00599	9,97	1,22
80,0	0,09886	14,40	0,00828	9,65	1,25
90,0	0,10690	13,84	0,00804	9,37	1,27
100,0	0,11459	13,35	0,00769	8,96	1,30
110,0	0,12222	12,94	0,00763	8,89	1,32
120,0	0,12948	12,57	0,00726	8,46	1,35
135,0	0,14019	12,10	0,01071	8,32	1,39
152,0	0,15184	11,64	0,01165	7,98	1,44
165,0	0,16038	11,32	0,00854	7,65	1,47

180,0	0,17000	11,00	0,00962	7,47	1,52
195,0	0,17949	10,72	0,00949	7,37	1,56
210,0	0,18862	10,46	0,00913	7,09	1,61
225,0	0,19743	10,22	0,00881	6,84	1,65
240,0	0,20617	10,01	0,00874	6,79	1,70
255,0	0,21462	9,80	0,00845	6,56	1,75
270,0	0,22286	9,62	0,00824	6,40	1,80
285,0	0,23046	9,42	0,00760	5,90	1,86
300,0	0,23843	9,26	0,00797	6,19	1,91
315,0	0,24625	9,11	0,00782	6,07	1,97
322,0	0,25000	9,04	0,00375	6,24	2,00

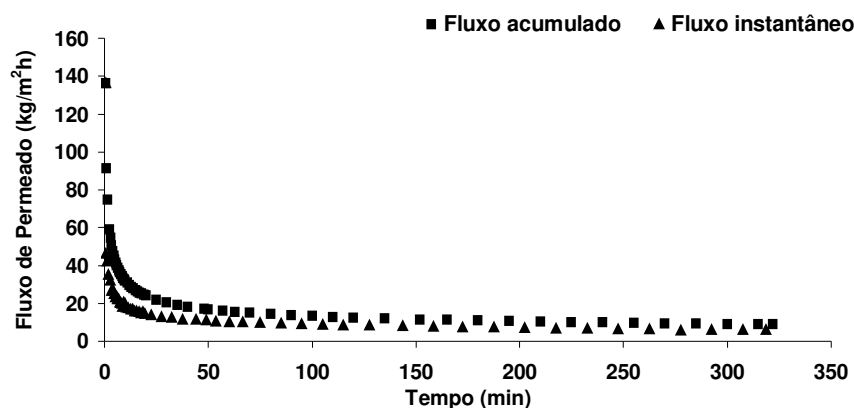


Figura 9.10: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga sem tratamento enzimático.

Tabela 9.11: Dados experimentais para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga tratado com protease.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m²h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m²h)	FC
0,5	0,00163	37,98	0,00163	37,98	1,00
1,0	0,00330	38,44	0,00167	38,91	1,01
1,5	0,00487	37,82	0,00157	36,58	1,01
2,0	0,00624	36,35	0,00137	31,92	1,01
2,5	0,00761	35,46	0,00137	31,92	1,02
3,0	0,00891	34,60	0,00130	30,29	1,02
3,5	0,01015	33,78	0,00124	28,89	1,02
4,0	0,01128	32,85	0,00113	26,33	1,02
4,5	0,01251	32,39	0,00123	28,66	1,03
5,0	0,01355	31,57	0,00104	24,23	1,03
5,5	0,01469	31,12	0,00114	26,56	1,03
6,0	0,01573	30,54	0,00104	24,23	1,03
6,5	0,01679	30,09	0,00106	24,70	1,03
7,0	0,01782	29,66	0,00103	24,00	1,04
7,5	0,01886	29,29	0,00104	24,23	1,04
8,0	0,01982	28,86	0,00096	22,37	1,04
9,0	0,02173	28,13	0,00191	22,25	1,05

9,5	0,02267	27,80	0,00094	21,90	1,05
10,0	0,02363	27,53	0,00096	22,37	1,05
11,0	0,02536	26,86	0,00173	20,15	1,05
12,0	0,02708	26,29	0,00172	20,04	1,06
13,0	0,02881	25,82	0,00173	20,15	1,06
14,0	0,02881	23,97	0,00173	10,08	1,06
15,0	0,03044	23,64	0,00163	18,99	1,06
16,0	0,03205	23,34	0,00161	18,76	1,07
17,0	0,03516	24,09	0,00311	36,23	1,08
18,0	0,03679	23,81	0,00163	18,99	1,08
19,0	0,03824	23,45	0,00145	16,89	1,08
20,0	0,03978	23,17	0,00154	17,94	1,09
25,0	0,04682	21,82	0,00704	16,40	1,10
30,0	0,05352	20,78	0,00670	15,61	1,12
35,0	0,06017	20,03	0,00665	15,49	1,14
40,0	0,06648	19,36	0,00631	14,70	1,15
45,0	0,07257	18,79	0,01240	14,45	1,17
50,0	0,07849	18,29	0,00592	13,79	1,19
55,0	0,08420	17,83	0,00571	13,30	1,20
60,0	0,09083	17,64	0,00663	15,45	1,22
70,0	0,10079	16,77	0,00996	11,60	1,25
80,0	0,11156	16,25	0,01077	12,55	1,29
90,0	0,12080	15,64	0,00924	10,76	1,32
100,0	0,13056	15,21	0,00976	11,37	1,35
110,0	0,14007	14,83	0,00951	11,08	1,39
120,0	0,14776	14,34	0,00769	8,96	1,42
135,0	0,16180	13,96	0,01404	10,90	1,48
150,0	0,17529	13,61	0,01349	10,48	1,54
165,0	0,18877	13,33	0,01348	10,47	1,61
180,0	0,20217	13,08	0,01340	10,41	1,68
195,0	0,21380	12,77	0,01163	9,03	1,75
210,0	0,22437	12,45	0,01057	8,21	1,81
225,0	0,23686	12,26	0,01249	9,70	1,90
240,0	0,24957	12,11	0,01271	9,87	2,00
240,5	0,25007	12,11	0,00050	11,65	2,00

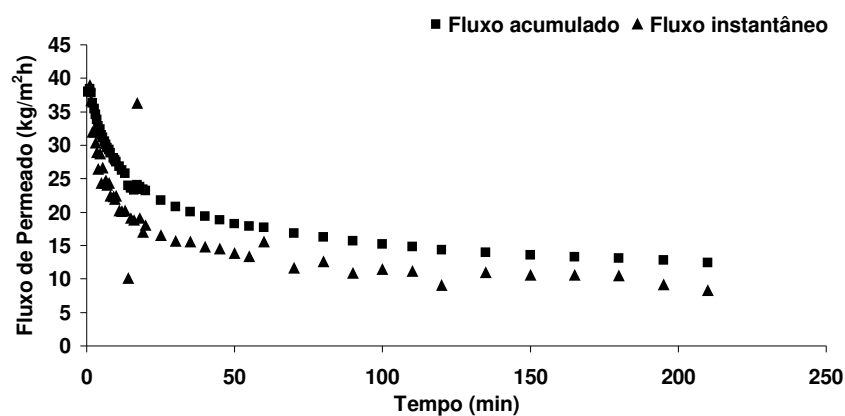


Figura 9.11: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga tratado com protease.

Tabela 9.12: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com protease.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,00140	32,62	0,00140	32,62	1,00
1,0	0,00205	23,88	0,00065	15,14	1,01
1,5	0,00330	25,63	0,00125	29,12	1,01
2,0	0,00448	26,10	0,00118	27,49	1,01
2,5	0,00560	26,10	0,00112	26,10	1,01
3,0	0,00669	25,98	0,00109	25,40	1,02
3,5	0,00771	25,66	0,00102	23,77	1,02
4,0	0,00873	25,43	0,00102	23,77	1,02
4,5	0,00973	25,19	0,00100	23,30	1,02
5,0	0,01074	25,02	0,00101	23,53	1,02
5,5	0,01167	24,72	0,00093	21,67	1,03
6,0	0,01259	24,44	0,00092	21,44	1,03
6,5	0,01352	24,23	0,00093	21,67	1,03
7,0	0,01444	24,03	0,00092	21,44	1,03
7,5	0,01529	23,75	0,00085	19,80	1,03
8,0	0,01620	23,59	0,00091	21,20	1,04
8,5	0,01704	23,35	0,00084	19,57	1,04
9,0	0,01787	23,13	0,00083	19,34	1,04
9,5	0,01871	22,94	0,00084	19,57	1,04
10,0	0,01954	22,76	0,00083	19,34	1,04
11,0	0,02112	22,37	0,00158	18,41	1,05
12,0	0,02271	22,05	0,00159	18,52	1,05
13,0	0,02429	21,77	0,00158	18,41	1,05
14,0	0,02578	21,45	0,00149	17,36	1,06
15,0	0,02735	21,24	0,00157	18,29	1,06
16,0	0,02886	21,01	0,00151	17,59	1,06
17,0	0,03027	20,74	0,00141	16,43	1,07
18,0	0,03176	20,56	0,00149	17,36	1,07
19,0	0,03316	20,33	0,00140	16,31	1,07
20,0	0,03457	20,14	0,00141	16,43	1,09
25,0	0,04076	18,99	0,00619	14,42	1,10
30,0	0,04731	18,37	0,00655	15,26	1,12
35,0	0,05291	17,61	0,00560	13,05	1,15
40,0	0,05855	17,05	0,00564	13,14	1,16
45,0	0,06436	16,66	0,00581	13,54	1,19
50,0	0,06991	16,29	0,00555	12,93	1,19
60,0	0,08059	15,65	0,01068	12,44	1,22
70,0	0,09071	15,10	0,01012	11,79	1,25
80,0	0,09964	14,51	0,00893	10,40	1,28
90,0	0,10831	14,02	0,00867	10,10	1,30
100,0	0,11606	13,52	0,00775	9,03	1,33
110,0	0,12410	13,14	0,00804	9,37	1,36
120,0	0,13189	12,80	0,00779	9,08	1,40
135,0	0,14297	12,34	0,01108	8,61	1,45
150,0	0,15420	11,98	0,01123	8,72	1,49
165,0	0,16526	11,67	0,01106	8,59	1,53
180,0	0,17405	11,26	0,00879	6,83	1,59
195,0	0,18521	11,06	0,01116	8,67	1,64

210,0	0,19571	10,86	0,01050	8,15	1,71
225,0	0,20690	10,71	0,01119	8,69	1,77
240,0	0,21805	10,58	0,01115	8,66	1,77
255,0	0,22902	10,46	0,01097	8,52	1,85
270,0	0,24006	10,36	0,01104	8,57	1,92
282,8	0,25002	10,30	0,00996	9,06	2,00

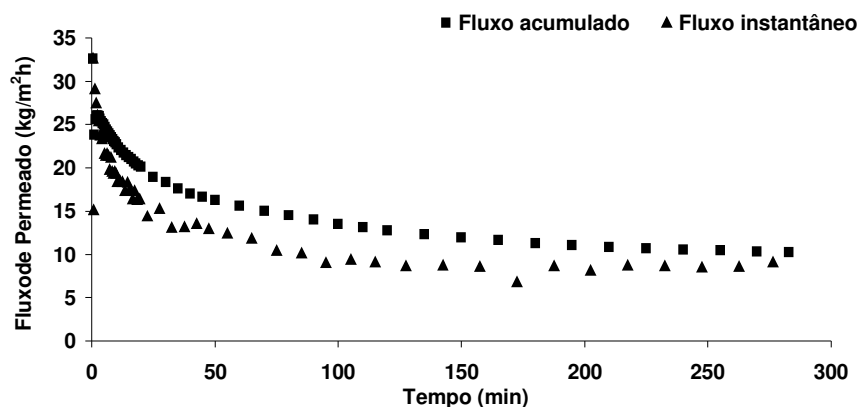


Figura 9.12: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com protease.

Tabela 9.13: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com protease.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,00362	84,34	0,00362	84,34	1,01
1,0	0,00548	63,84	0,00186	43,34	1,01
1,5	0,00732	56,85	0,00184	42,87	1,01
2,0	0,00886	51,61	0,00154	35,88	1,02
2,5	0,01028	47,90	0,00142	33,08	1,02
3,0	0,01168	45,36	0,00140	32,62	1,02
3,5	0,01304	43,40	0,00136	31,69	1,03
4,0	0,01419	41,33	0,00115	26,79	1,03
4,5	0,01535	39,74	0,00116	27,03	1,03
5,0	0,01650	38,44	0,00115	26,79	1,03
5,5	0,01768	37,45	0,00118	27,49	1,04
6,0	0,01873	36,37	0,00105	24,46	1,04
6,5	0,01981	35,50	0,00108	25,16	1,04
7,0	0,02075	34,53	0,00094	21,90	1,04
8,0	0,02278	33,17	0,00203	23,65	1,05
8,5	0,02376	32,56	0,00098	22,83	1,05
9,0	0,02463	31,88	0,00087	20,27	1,05
9,5	0,02560	31,39	0,00097	22,60	1,05
10,0	0,02645	30,81	0,00085	19,80	1,06
11,0	0,02821	29,88	0,00176	20,50	1,06
12,0	0,02989	29,02	0,00168	19,57	1,06
13,0	0,03154	28,26	0,00165	19,22	1,07

14,0	0,03317	27,60	0,00163	18,99	1,07
15,0	0,03481	27,03	0,00164	19,11	1,07
16,0	0,03636	26,47	0,00155	18,06	1,08
17,0	0,03784	25,93	0,00148	17,24	1,08
18,0	0,03936	25,47	0,00152	17,71	1,09
19,0	0,04082	25,03	0,00146	17,01	1,09
20,0	0,04227	24,62	0,00145	16,89	1,09
25,0	0,04924	22,95	0,00697	16,24	1,11
30,0	0,05606	21,77	0,00682	15,89	1,13
35,0	0,06250	20,80	0,00644	15,00	1,14
40,0	0,06865	19,99	0,00615	14,33	1,16
45,0	0,07462	19,32	0,00597	13,91	1,18
50,0	0,08072	18,81	0,00610	14,21	1,19
55,0	0,08651	18,32	0,00579	13,49	1,21
60,0	0,09213	17,89	0,00562	13,09	1,23
70,0	0,10320	17,17	0,01107	12,90	1,26
80,0	0,11380	16,57	0,01060	12,35	1,29
90,0	0,12426	16,08	0,01046	12,19	1,33
100,0	0,13484	15,71	0,01058	12,33	1,37
110,0	0,14516	15,37	0,01032	12,02	1,41
120,0	0,15528	15,07	0,01012	11,79	1,45
135,0	0,17025	14,69	0,01497	11,63	1,52
150,0	0,18509	14,37	0,01484	11,53	1,59
165,0	0,19965	14,10	0,01456	11,31	1,66
180,0	0,21337	13,81	0,01372	10,66	1,74
195,0	0,22843	13,65	0,01506	11,70	1,84
210,0	0,24381	13,53	0,01538	11,94	1,95
216,0	0,25021	13,49	0,00640	12,43	2,00

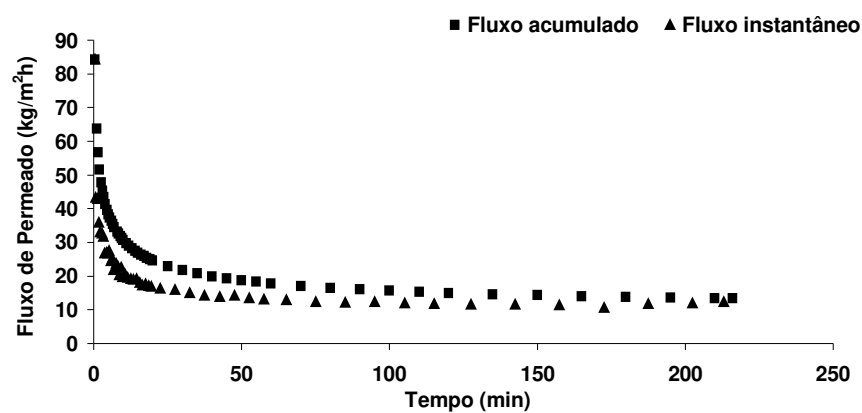


Figura 9.13: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com protease.

Tabela 9.14: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga tratado com protease.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,00864	201,31	0,00864	201,31	1,02
1,0	0,01126	131,17	0,00262	61,04	1,02
1,5	0,01336	103,76	0,00210	48,93	1,03
2,0	0,01509	87,90	0,00173	40,31	1,03
2,5	0,01672	77,91	0,00163	37,98	1,03
3,0	0,01824	70,83	0,00152	35,41	1,04
3,5	0,01959	65,20	0,00135	31,45	1,04
4,0	0,02092	60,93	0,00133	30,99	1,04
4,5	0,02216	57,37	0,00124	28,89	1,05
5,0	0,02335	54,40	0,00119	27,73	1,05
5,5	0,02456	52,02	0,00121	28,19	1,05
6,0	0,02570	49,90	0,00114	26,56	1,05
6,5	0,02676	47,96	0,00106	24,70	1,06
7,0	0,02780	46,27	0,00104	24,23	1,06
7,5	0,02886	44,83	0,00106	24,70	1,06
8,0	0,02990	43,54	0,00104	24,23	1,06
8,5	0,03085	42,28	0,00095	22,13	1,07
9,0	0,03181	41,17	0,00096	22,37	1,07
9,5	0,03276	40,17	0,00095	22,13	1,07
10,0	0,03376	39,33	0,00100	23,30	1,07
11,0	0,03552	37,62	0,00176	20,50	1,08
12,0	0,03724	36,15	0,00172	20,04	1,08
14,0	0,04066	33,83	0,00342	19,92	1,09
15,0	0,04228	32,84	0,00162	18,87	1,09
16,0	0,04389	31,96	0,00161	18,76	1,10
18,0	0,04701	30,42	0,00151	17,59	1,10
19,0	0,04856	29,77	0,00155	18,06	1,11
20,0	0,04999	29,12	0,00143	16,66	1,11
32,0	0,06669	24,28	0,01670	16,21	1,15
35,0	0,07050	23,47	0,00381	14,80	1,16
40,0	0,07680	22,37	0,00630	14,68	1,18
45,0	0,08279	21,43	0,00599	13,96	1,20
50,0	0,08863	20,65	0,00584	13,61	1,22
55,0	0,09427	19,97	0,00564	13,14	1,23
60,0	0,09993	19,40	0,00566	13,19	1,25
70,0	0,11088	18,45	0,01095	12,76	1,28
80,0	0,12209	17,78	0,01121	13,06	1,32
90,0	0,13295	17,21	0,01086	12,65	1,36
100,0	0,14355	16,72	0,01060	12,35	1,40
115,0	0,15927	16,13	0,01572	12,21	1,47
120,0	0,16440	15,96	0,00513	11,95	1,49
135,0	0,18010	15,54	0,01570	12,19	1,56
150,0	0,19582	15,21	0,01572	12,21	1,64
165,0	0,21152	14,93	0,01570	12,19	1,73
180,0	0,22738	14,72	0,01586	12,32	1,83
195,0	0,24387	14,57	0,01649	12,81	1,95
200,0	0,25000	14,56	0,00613	14,28	2,00

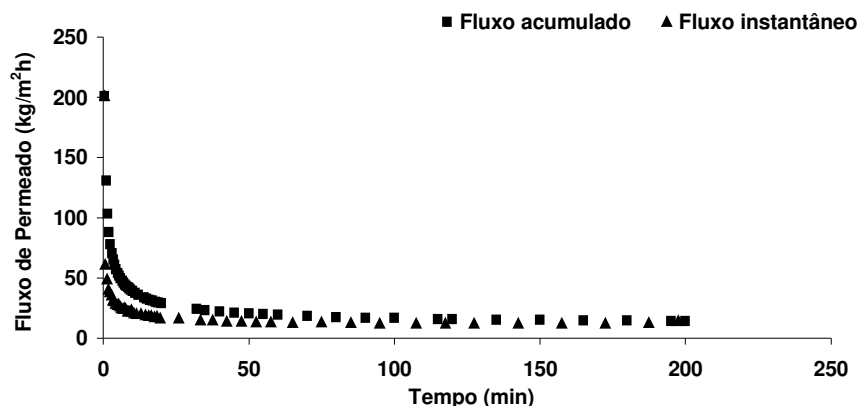


Figura 9.14: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga tratado com protease.

Tabela 9.15: Dados experimentais para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,00164	38,21	0,00164	38,21	1,00
1,0	0,00372	43,34	0,00208	48,46	1,01
1,5	0,00556	43,15	0,00184	42,78	1,01
2,0	0,00712	41,47	0,00156	36,44	1,01
2,5	0,00865	40,31	0,00153	35,65	1,02
3,0	0,01011	39,26	0,00146	34,02	1,02
3,5	0,01146	38,14	0,00135	31,45	1,02
4,0	0,01280	37,28	0,00134	31,22	1,03
4,5	0,01407	36,42	0,00127	29,59	1,03
5,0	0,01534	35,74	0,00127	29,59	1,03
5,5	0,01650	34,95	0,00116	27,03	1,03
6,0	0,01766	34,29	0,00116	27,03	1,04
7,0	0,01881	31,30	0,00115	13,40	1,04
7,5	0,01997	31,02	0,00116	27,03	1,04
8,0	0,02209	32,17	0,00212	49,39	1,05
8,5	0,02306	31,60	0,00097	22,60	1,05
9,0	0,02412	31,22	0,00106	24,70	1,05
9,5	0,02508	30,75	0,00096	22,37	1,05
10,0	0,02614	30,45	0,00106	24,70	1,06
16,0	0,03716	27,06	0,01102	21,40	1,08
17,0	0,03888	26,64	0,00172	20,04	1,08
18,0	0,04051	26,22	0,00163	18,99	1,09
19,0	0,04221	25,88	0,00170	19,80	1,09
20,0	0,04385	25,54	0,00164	19,11	1,10
25,0	0,05201	24,24	0,00816	19,01	1,12
30,0	0,05982	23,23	0,00781	18,20	1,14
35,0	0,06725	22,38	0,00743	17,31	1,16
40,0	0,07430	21,64	0,00705	16,43	1,17
45,0	0,08125	21,03	0,00695	16,19	1,19

50,0	0,08827	20,57	0,00702	16,36	1,21
55,0	0,09494	20,11	0,00667	15,54	1,23
60,0	0,10153	19,71	0,00659	15,35	1,25
70,0	0,11446	19,05	0,01293	15,06	1,30
80,0	0,12693	18,48	0,01247	14,53	1,34
90,0	0,13920	18,02	0,01227	14,29	1,39
100,0	0,15140	17,64	0,01220	14,21	1,43
110,0	0,16258	17,22	0,01118	13,02	1,48
120,0	0,17403	16,89	0,01145	13,34	1,53
135,0	0,19082	16,47	0,01679	13,04	1,62
150,0	0,20694	16,07	0,01612	12,52	1,71
165,0	0,22258	15,71	0,01564	12,15	1,80
180,0	0,23772	15,39	0,01514	11,76	1,91
192,5	0,25003	15,13	0,01231	11,47	2,00

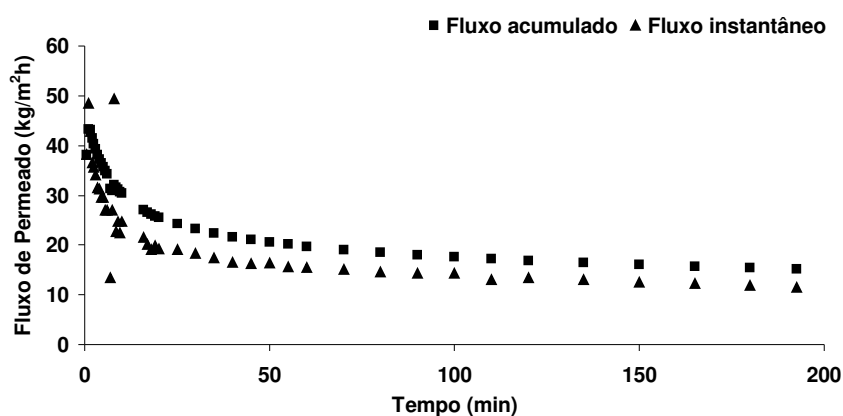


Figura 9.15: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase.

Tabela 9.16: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,00133	30,99	0,00133	30,99	1,00
1,0	0,00276	32,15	0,00143	33,32	1,01
1,5	0,00408	31,69	0,00132	30,75	1,01
2,0	0,00529	30,81	0,00121	28,19	1,01
2,5	0,00652	30,38	0,00123	28,66	1,01
3,5	0,00877	29,19	0,00225	26,21	1,02
4,0	0,00987	28,75	0,00110	25,63	1,02
4,5	0,01094	28,32	0,00107	24,93	1,02
5,0	0,01194	27,82	0,00100	23,30	1,02
5,5	0,01301	27,56	0,00107	24,93	1,03
6,0	0,01400	27,18	0,00099	23,07	1,03
6,5	0,01497	26,83	0,00097	22,60	1,03
7,0	0,01607	26,74	0,00110	25,63	1,03
7,5	0,01705	26,48	0,00098	22,83	1,04
8,0	0,01794	26,12	0,00089	20,74	1,04

8,5	0,01894	25,96	0,00100	23,30	1,04
9,0	0,01982	25,66	0,00088	20,50	1,04
9,5	0,02070	25,38	0,00088	20,50	1,04
10,0	0,02169	25,27	0,00099	23,07	1,05
11,0	0,02349	24,88	0,00180	20,97	1,05
12,0	0,02515	24,42	0,00166	19,34	1,05
14,0	0,02854	23,75	0,00170	19,80	1,06
15,0	0,03014	23,41	0,00160	18,64	1,06
16,0	0,03179	23,15	0,00165	19,22	1,07
17,0	0,03341	22,89	0,00162	18,87	1,07
18,0	0,03490	22,59	0,00149	17,36	1,08
19,0	0,03651	22,39	0,00161	18,76	1,08
20,0	0,03812	22,20	0,00161	18,76	1,08
25,0	0,04560	21,25	0,00748	17,43	1,10
30,0	0,05281	20,51	0,00721	16,80	1,12
35,0	0,05974	19,88	0,00693	16,15	1,14
40,0	0,06648	19,36	0,00674	15,70	1,15
45,0	0,07325	18,96	0,00677	15,77	1,17
50,0	0,07860	18,31	0,00535	12,47	1,19
55,0	0,08500	18,00	0,00640	14,91	1,20
60,0	0,09132	17,73	0,00632	14,73	1,22
70,0	0,10399	17,31	0,01267	14,76	1,26
80,0	0,11612	16,91	0,01213	14,13	1,30
92,0	0,12911	16,35	0,01299	12,61	1,35
102,0	0,14074	16,07	0,01163	13,55	1,39
112,0	0,14955	15,56	0,00881	10,26	1,43
120,0	0,15861	15,40	0,00906	13,19	1,46
135,0	0,17352	14,97	0,01491	11,58	1,53
150,0	0,18805	14,60	0,01453	11,28	1,60
165,0	0,20348	14,37	0,01543	11,98	1,69
180,0	0,21670	14,02	0,01322	10,27	1,76
195,0	0,23087	13,79	0,01417	11,01	1,86
210,0	0,24289	13,47	0,01202	9,34	1,94
217,5	0,25003	13,39	0,00714	11,09	2,00

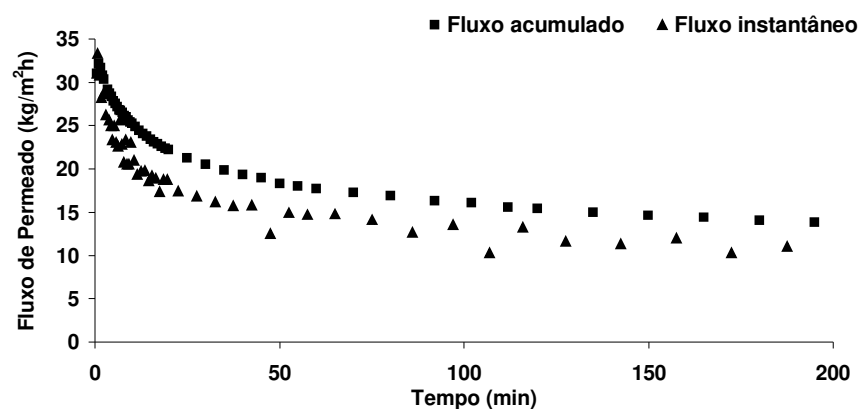


Figura 9.16: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase.

Tabela 9.17: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,00614	143,06	0,00614	143,06	1,01
1,0	0,00835	97,27	0,00221	51,49	1,02
1,5	0,01013	78,67	0,00178	41,47	1,02
2,5	0,01320	61,51	0,00307	35,76	1,03
3,0	0,01465	56,89	0,00145	33,78	1,03
3,5	0,01583	52,69	0,00118	27,49	1,03
4,5	0,01816	47,01	0,00233	27,14	1,04
5,0	0,01929	44,94	0,00113	26,33	1,04
5,5	0,02034	43,08	0,00105	24,46	1,04
6,0	0,02138	41,51	0,00104	24,23	1,04
6,5	0,02243	40,20	0,00105	24,46	1,05
7,0	0,02339	38,93	0,00096	22,37	1,05
7,5	0,02436	37,84	0,00097	22,60	1,05
8,0	0,02532	36,87	0,00096	22,37	1,05
8,5	0,02628	36,02	0,00096	22,37	1,06
9,0	0,02717	35,17	0,00089	20,74	1,06
9,5	0,02805	34,40	0,00088	20,50	1,06
10,0	0,02893	33,70	0,00088	20,50	1,06
11,0	0,03067	32,48	0,00174	20,27	1,07
12,0	0,03234	31,40	0,00167	19,45	1,07
13,0	0,03399	30,46	0,00165	19,22	1,07
14,0	0,03558	29,61	0,00159	18,52	1,08
15,0	0,03717	28,87	0,00159	18,52	1,08
16,0	0,03876	28,22	0,00159	18,52	1,08
17,0	0,04034	27,64	0,00158	18,41	1,09
18,0	0,04185	27,09	0,00151	17,59	1,09
19,0	0,04334	26,57	0,00149	17,36	1,09
20,0	0,04484	26,12	0,00150	17,47	1,10
25,0	0,05197	24,22	0,00713	16,61	1,12
30,0	0,05879	22,83	0,00682	15,89	1,13
35,0	0,06531	21,74	0,00652	15,19	1,15
40,0	0,07155	20,84	0,00624	14,54	1,17
45,0	0,07768	20,11	0,00613	14,28	1,18
50,0	0,08373	19,51	0,00605	14,10	1,20
55,0	0,08962	18,98	0,00589	13,72	1,22
60,0	0,09539	18,52	0,00577	13,44	1,24
70,0	0,10653	17,73	0,01114	12,98	1,27
80,0	0,11744	17,10	0,01091	12,71	1,31
90,0	0,12834	16,61	0,01090	12,70	1,35
100,0	0,13880	16,17	0,01046	12,19	1,38
110,0	0,14896	15,78	0,01016	11,84	1,42
120,0	0,15885	15,42	0,00989	11,52	1,47
135,0	0,17390	15,01	0,01505	11,69	1,53
150,0	0,18815	14,61	0,01425	11,07	1,60
165,0	0,20221	14,28	0,01406	10,92	1,68
180,0	0,21559	13,95	0,01338	10,39	1,76

195,0	0,22868	13,66	0,01309	10,17	1,84
210,0	0,24139	13,39	0,01271	9,87	1,93
220,3	0,25002	13,22	0,00863	9,81	2,00

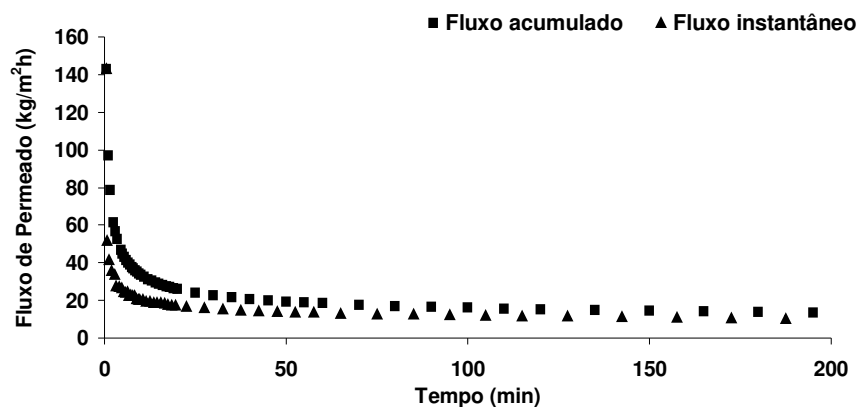


Figura 9.17: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase.

Tabela 9.18: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,00600	139,80	0,00600	139,80	1,01
1,0	0,00836	97,39	0,00236	54,99	1,02
2,0	0,01193	69,49	0,00357	41,59	1,02
2,5	0,01349	62,86	0,00156	36,35	1,03
3,0	0,01490	57,86	0,00141	32,85	1,03
3,5	0,01625	54,09	0,00135	31,45	1,03
4,0	0,01759	51,23	0,00134	31,22	1,04
5,0	0,02000	46,60	0,00241	28,08	1,04
5,5	0,02116	44,82	0,00116	27,03	1,04
6,0	0,02230	43,30	0,00114	26,56	1,05
6,5	0,02346	42,05	0,00116	27,03	1,05
7,0	0,02449	40,76	0,00103	24,00	1,05
7,5	0,02555	39,69	0,00106	24,70	1,05
8,0	0,02660	38,73	0,00105	24,46	1,06
8,5	0,02755	37,76	0,00095	22,13	1,06
9,0	0,02860	37,02	0,00105	24,46	1,06
9,5	0,02956	36,25	0,00096	22,37	1,06
10,0	0,03050	35,53	0,00094	21,90	1,06
11,5	0,03325	33,68	0,00275	21,36	1,07
12,0	0,03429	33,29	0,00104	24,23	1,07
13,0	0,03609	32,34	0,00180	20,97	1,08
14,0	0,03788	31,52	0,00179	20,85	1,08
15,0	0,03959	30,75	0,00171	19,92	1,09
16,0	0,04134	30,10	0,00175	20,39	1,09
17,0	0,04302	29,48	0,00168	19,57	1,09
18,0	0,04478	28,98	0,00176	20,50	1,10

19,0	0,04644	28,47	0,00166	19,34	1,10
20,0	0,04800	27,96	0,00156	18,17	1,11
25,0	0,05588	26,04	0,00788	18,36	1,13
30,0	0,06336	24,60	0,00748	17,43	1,15
35,0	0,07072	23,54	0,00736	17,15	1,16
40,0	0,07778	22,65	0,00706	16,45	1,18
45,0	0,08466	21,92	0,00688	16,03	1,20
50,0	0,09146	21,31	0,00680	15,84	1,22
55,0	0,09815	20,79	0,00669	15,59	1,24
60,0	0,10454	20,30	0,00639	14,89	1,26
70,0	0,11744	19,54	0,01290	15,03	1,31
80,0	0,12970	18,89	0,01226	14,28	1,35
90,0	0,14163	18,33	0,01193	13,90	1,40
100,0	0,15343	17,87	0,01180	13,75	1,44
110,0	0,16496	17,47	0,01153	13,43	1,49
120,0	0,17614	17,10	0,01118	13,02	1,54
135,0	0,19274	16,63	0,01660	12,89	1,63
150,0	0,20787	16,14	0,01513	11,75	1,71
165,0	0,22310	15,75	0,01523	11,83	1,81
180,0	0,23796	15,40	0,01486	11,54	1,91
192,5	0,25000	15,13	0,01204	11,22	2,00

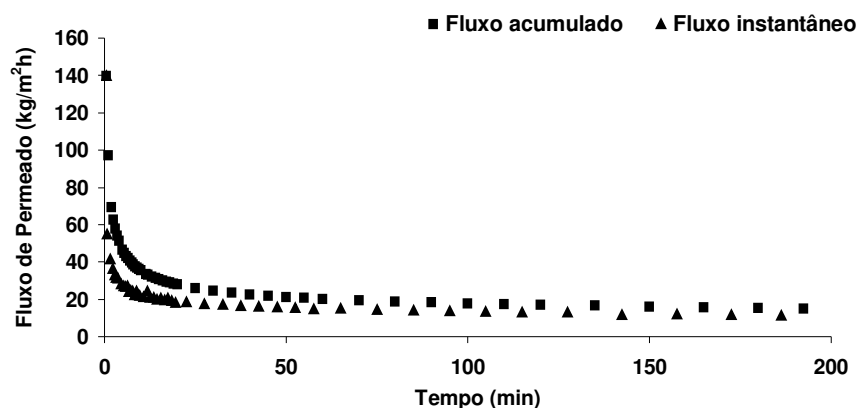


Figura 9.18: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase.

Tabela 9.19: Dados experimentais para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga tratado com pectinase.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,05340	1244,18	0,05340	1244,18	1,12
1,0	0,08090	942,45	0,02750	640,73	1,19
1,5	0,10120	785,96	0,02030	472,97	1,25
2,0	0,11940	695,48	0,01820	424,05	1,31
2,5	0,13450	626,75	0,01510	351,82	1,37
3,0	0,14780	573,94	0,01330	309,88	1,42
3,5	0,15969	531,52	0,01189	277,03	1,47
4,0	0,17075	497,29	0,01106	257,69	1,52

4,5	0,18068	467,74	0,00993	231,36	1,57
5,0	0,19016	443,06	0,00948	220,88	1,61
5,5	0,19900	421,50	0,00884	205,97	1,66
6,0	0,20720	402,30	0,00820	191,05	1,71
6,5	0,21490	385,15	0,00770	179,40	1,75
7,0	0,22232	369,99	0,00742	172,88	1,80
8,0	0,23578	343,34	0,01346	156,80	1,89
8,5	0,24200	331,67	0,00622	144,92	1,94
9,0	0,24818	321,24	0,00618	143,99	1,99
9,2	0,25019	317,84	0,00201	137,74	2,00

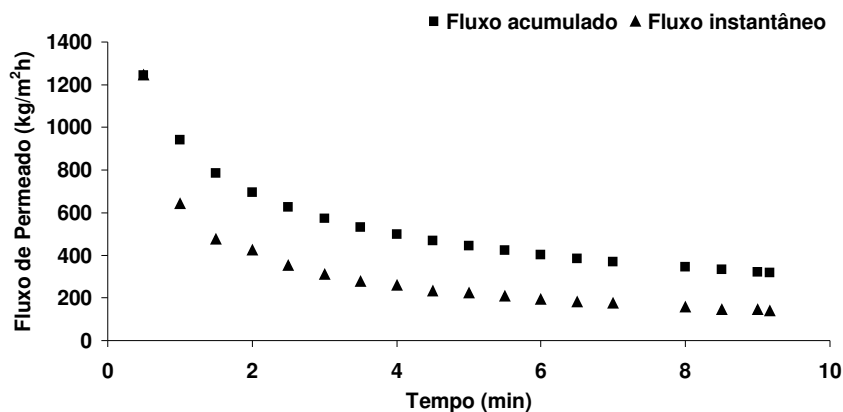


Figura 9.19: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga tratado com pectinase.

Tabela 9.20: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com pectinase.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,00536	124,88	0,00536	124,88	1,01
1,0	0,00896	104,38	0,00360	83,88	1,02
1,5	0,01223	94,98	0,00327	76,19	1,03
2,0	0,01529	89,06	0,00306	71,30	1,03
2,5	0,01822	84,90	0,00293	68,27	1,04
3,0	0,02117	82,21	0,00295	68,73	1,04
3,5	0,02394	79,68	0,00277	64,54	1,05
4,0	0,02660	77,47	0,00266	61,98	1,06
4,5	0,02919	75,57	0,00259	60,35	1,06
5,0	0,03171	73,88	0,00252	58,71	1,07
5,5	0,03410	72,23	0,00239	55,69	1,07
6,0	0,03644	70,75	0,00234	54,52	1,08
6,5	0,03872	69,40	0,00228	53,12	1,08
7,5	0,04310	66,95	0,00438	51,03	1,09
8,0	0,04521	65,83	0,00211	49,16	1,10
8,5	0,04734	64,88	0,00213	49,63	1,10
9,0	0,04936	63,89	0,00202	47,06	1,11
9,5	0,05149	63,14	0,00213	49,63	1,11
11,0	0,05545	58,72	0,00396	30,75	1,12

12,0	0,05941	57,68	0,00396	46,13	1,13
13,0	0,06310	56,55	0,00369	42,99	1,14
14,0	0,06660	55,42	0,00350	40,77	1,15
15,0	0,07042	54,69	0,00382	44,50	1,16
16,0	0,07395	53,84	0,00353	41,12	1,17
17,0	0,07742	53,05	0,00347	40,42	1,18
18,0	0,08088	52,35	0,00346	40,31	1,19
19,0	0,08420	51,63	0,00332	38,68	1,20
20,0	0,08748	50,96	0,00328	38,21	1,21
25,0	0,10321	48,09	0,01573	36,65	1,26
30,0	0,11824	45,92	0,01503	35,02	1,31
35,0	0,13261	44,14	0,01437	33,48	1,36
40,0	0,14622	42,59	0,01361	31,71	1,41
45,0	0,15975	41,36	0,01353	31,52	1,47
50,0	0,17201	40,08	0,01226	28,56	1,52
55,0	0,18473	39,13	0,01272	29,64	1,59
60,0	0,19680	38,21	0,01207	28,12	1,65
72,0	0,22250	36,00	0,02570	24,95	1,80
82,0	0,24563	34,90	0,02313	26,95	1,97
83,5	0,25007	34,89	0,00444	34,48	2,00

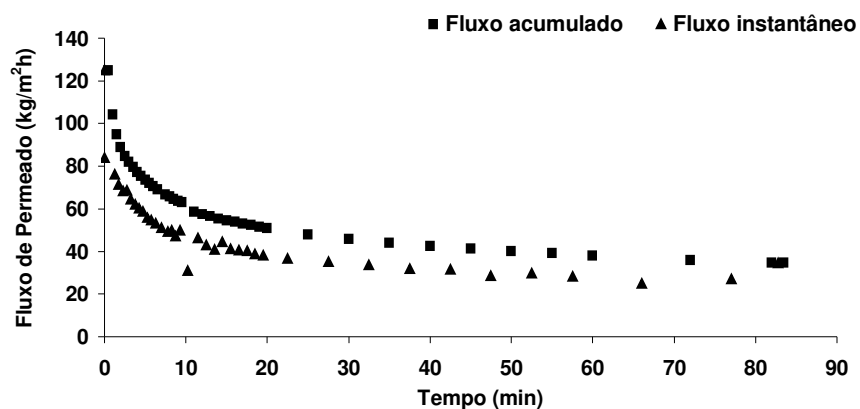


Figura 9.20: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com pectinase.

Tabela 9.21: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com pectinase.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,01098	255,83	0,01098	255,83	1,02
1,0	0,01614	188,02	0,00516	120,22	1,03
1,5	0,02057	159,76	0,00443	103,22	1,04
2,0	0,02459	143,23	0,00402	93,66	1,05
2,5	0,02830	131,87	0,00371	86,44	1,06
3,0	0,03159	122,67	0,00329	76,65	1,07
3,5	0,03586	119,36	0,00427	99,49	1,08
4,0	0,03777	110,00	0,00191	44,50	1,08
4,5	0,04066	105,26	0,00289	67,33	1,09

5,0	0,04356	101,49	0,00290	67,57	1,10
5,5	0,04630	98,07	0,00274	63,84	1,10
6,0	0,04899	95,12	0,00269	62,67	1,11
6,5	0,05148	92,26	0,00249	58,02	1,11
7,0	0,05393	89,75	0,00245	57,08	1,12
7,5	0,05632	87,48	0,00239	55,69	1,13
8,0	0,05868	85,45	0,00236	54,99	1,13
8,5	0,06096	83,55	0,00228	53,12	1,14
9,0	0,06323	81,85	0,00227	52,89	1,14
9,5	0,06539	80,19	0,00216	50,33	1,15
10,0	0,06755	78,69	0,00216	50,33	1,16
11,0	0,07180	76,04	0,00425	49,51	1,17
12,0	0,07589	73,67	0,00409	47,65	1,18
13,0	0,07985	71,56	0,00396	46,13	1,19
14,0	0,08378	69,71	0,00393	45,78	1,20
15,0	0,08751	67,96	0,00373	43,45	1,21
16,0	0,09122	66,42	0,00371	43,22	1,22
17,0	0,09484	64,99	0,00362	42,17	1,23
18,0	0,09840	63,68	0,00356	41,47	1,25
19,0	0,10202	62,55	0,00362	42,17	1,26
20,0	0,10557	61,49	0,00355	41,36	1,27
25,0	0,12247	57,07	0,01690	39,38	1,32
30,0	0,13849	53,78	0,01602	37,33	1,38
35,0	0,15363	51,14	0,01514	35,28	1,44
40,0	0,16853	49,08	0,01490	34,72	1,51
45,0	0,18267	47,29	0,01414	32,95	1,58
50,0	0,19700	45,90	0,01433	33,39	1,65
55,0	0,21036	44,56	0,01336	31,13	1,73
60,0	0,22411	43,51	0,01375	32,04	1,81
69,5	0,25000	41,91	0,02589	31,75	2,00

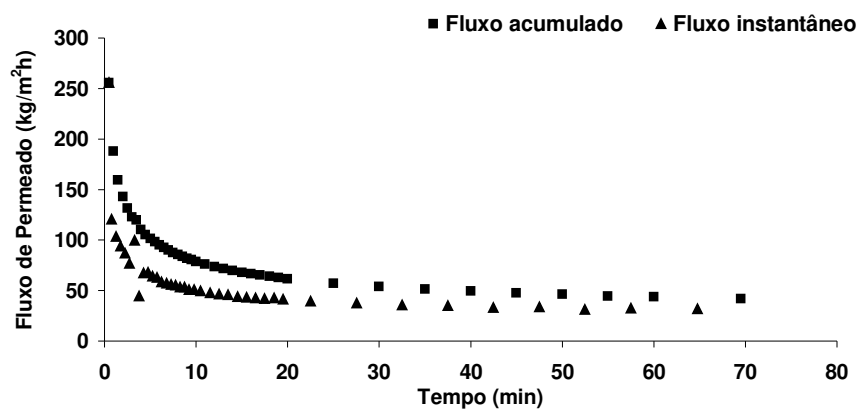


Figura 9.21: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com pectinase.

Tabela 9.22: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga tratado com pectinase.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,01572	366,26	0,01572	366,26	1,03
1,0	0,02216	258,16	0,00644	150,05	1,05
1,5	0,02746	213,27	0,00530	123,49	1,06
2,0	0,03188	185,69	0,00442	102,98	1,07
2,5	0,03564	166,08	0,00376	87,61	1,08
3,0	0,03939	152,96	0,00375	87,37	1,09
3,5	0,04275	142,29	0,00336	78,29	1,09
4,0	0,04582	133,45	0,00307	71,53	1,10
4,5	0,04877	126,26	0,00295	68,73	1,11
5,0	0,05176	120,60	0,00299	69,66	1,12
5,5	0,05454	115,52	0,00278	64,77	1,12
6,0	0,05717	111,00	0,00263	61,28	1,13
6,5	0,05975	107,09	0,00258	60,11	1,14
7,0	0,06228	103,65	0,00253	58,95	1,14
7,5	0,06475	100,58	0,00247	57,55	1,15
8,0	0,06707	97,67	0,00232	54,05	1,15
8,5	0,06949	95,24	0,00242	56,38	1,16
9,0	0,07180	92,94	0,00231	53,82	1,17
9,5	0,07413	90,90	0,00233	54,29	1,17
10,0	0,07636	88,96	0,00223	51,96	1,18
11,0	0,08070	85,47	0,00434	50,56	1,19
12,0	0,08497	82,49	0,00427	49,74	1,20
13,0	0,08903	79,78	0,00406	47,30	1,22
14,0	0,09310	77,47	0,00407	47,41	1,23
15,0	0,09696	75,30	0,00386	44,97	1,24
16,0	0,10082	73,41	0,00386	44,97	1,25
17,0	0,10461	71,69	0,00379	44,15	1,26
18,0	0,10824	70,05	0,00363	42,29	1,28
19,0	0,11184	68,57	0,00360	41,94	1,29
20,0	0,11539	67,21	0,00355	41,36	1,30
25,0	0,13204	61,53	0,01665	38,79	1,36
30,0	0,14883	57,79	0,01679	39,12	1,42
35,0	0,16480	54,85	0,01597	37,21	1,49
40,0	0,17978	52,36	0,01498	34,90	1,56
45,0	0,19449	50,35	0,01471	34,27	1,64
62,0	0,24136	45,35	0,04687	32,12	1,93
65,0	0,24940	44,70	0,00804	31,22	2,00
65,3	0,25000	44,63	0,00060	27,96	2,00

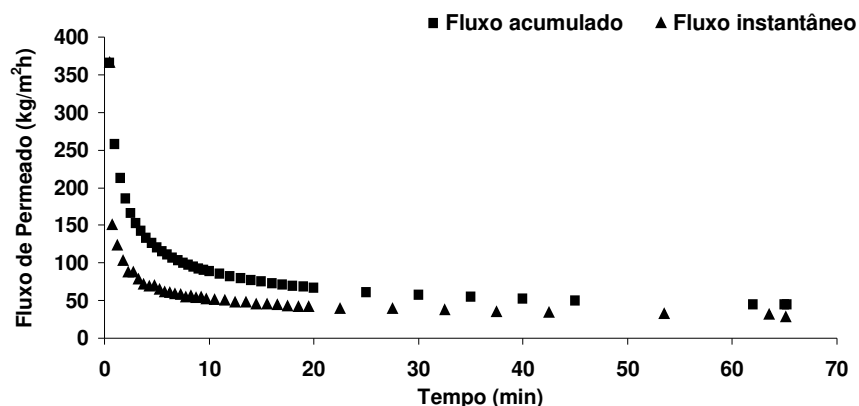


Figura 9.22: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga tratado com pectinase.

Tabela 9.23: Dados experimentais para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 500 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,06056	1411,00	0,06056	1411,00	1,14
1,0	0,09015	1050,21	0,02959	689,42	1,22
1,5	0,11450	889,25	0,02435	567,34	1,30
2,0	0,13367	778,60	0,01917	446,65	1,36
2,5	0,15050	701,31	0,01683	392,13	1,43
3,0	0,16412	637,31	0,01362	317,34	1,49
3,5	0,17681	588,51	0,01269	295,67	1,55
4,0	0,18874	549,69	0,01193	277,96	1,61
4,5	0,19961	516,75	0,01087	253,26	1,66
5,0	0,20949	488,10	0,00988	230,20	1,72
5,5	0,21880	463,44	0,00931	216,92	1,78
6,5	0,23544	421,97	0,00806	187,79	1,89
7,5	0,25021	388,65	0,00707	164,73	2,00

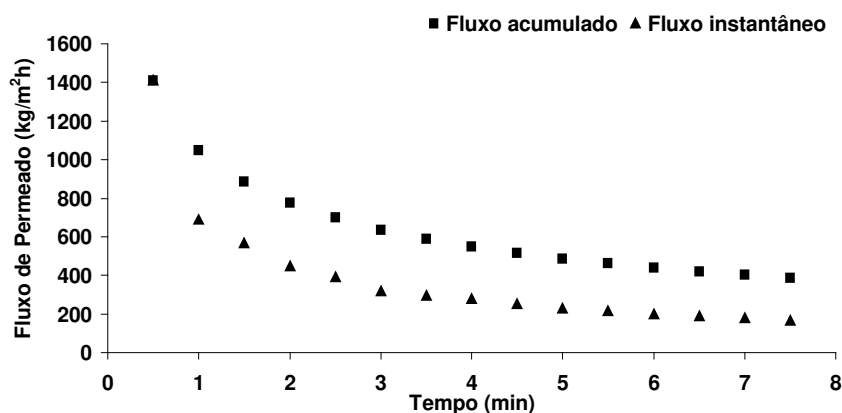


Figura 9.23: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para microfiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.

Tabela 9.24: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,00822	191,52	0,00822	191,52	1,02
1,0	0,01220	142,13	0,00398	92,73	1,03
1,5	0,01560	121,16	0,00340	79,22	1,03
2,0	0,01870	108,92	0,00310	72,23	1,04
2,5	0,02166	100,93	0,00296	68,97	1,05
3,0	0,02444	94,91	0,00278	64,77	1,05
3,5	0,02704	90,00	0,00260	60,58	1,06
4,0	0,02949	85,89	0,00245	57,08	1,06
4,5	0,03188	82,53	0,00239	55,69	1,07
5,0	0,03417	79,61	0,00229	53,36	1,07
5,5	0,03638	77,06	0,00221	51,49	1,08
6,0	0,03854	74,83	0,00216	50,33	1,08
6,5	0,04076	73,05	0,00222	51,72	1,09
7,0	0,04278	71,20	0,00202	47,06	1,09
7,5	0,04491	69,76	0,00213	49,63	1,10
8,0	0,04684	68,21	0,00193	44,97	1,10
8,5	0,04878	66,86	0,00194	45,20	1,11
9,0	0,05068	65,60	0,00190	44,27	1,11
9,5	0,05254	64,43	0,00186	43,34	1,12
10,0	0,05438	63,35	0,00184	42,87	1,12
11,0	0,05793	61,35	0,00355	41,36	1,13
12,0	0,06144	59,65	0,00351	40,89	1,14
13,0	0,06485	58,11	0,00341	39,73	1,15
14,0	0,06823	56,78	0,00338	39,38	1,16
15,0	0,07140	55,45	0,00317	36,93	1,17
16,0	0,07457	54,29	0,00317	36,93	1,18
17,0	0,07764	53,20	0,00307	35,76	1,18
18,0	0,08061	52,17	0,00297	34,60	1,19
19,0	0,08358	51,25	0,00297	34,60	1,20
20,0	0,08645	50,36	0,00287	33,43	1,21
25,0	0,10043	46,80	0,01398	32,57	1,25
30,0	0,11353	44,09	0,01310	30,52	1,29
35,0	0,12576	41,86	0,01223	28,49	1,34
40,0	0,13757	40,07	0,01181	27,52	1,38
45,0	0,14889	38,54	0,01132	26,37	1,42
50,0	0,15974	37,22	0,01085	25,28	1,47
55,0	0,17102	36,22	0,01128	26,28	1,52
60,0	0,18103	35,15	0,01001	23,32	1,57
70,0	0,20042	33,35	0,01939	22,59	1,67
80,0	0,21959	31,98	0,01917	22,33	1,78
90,0	0,23733	30,72	0,01774	20,67	1,90
97,0	0,25006	30,03	0,01273	21,19	2,00

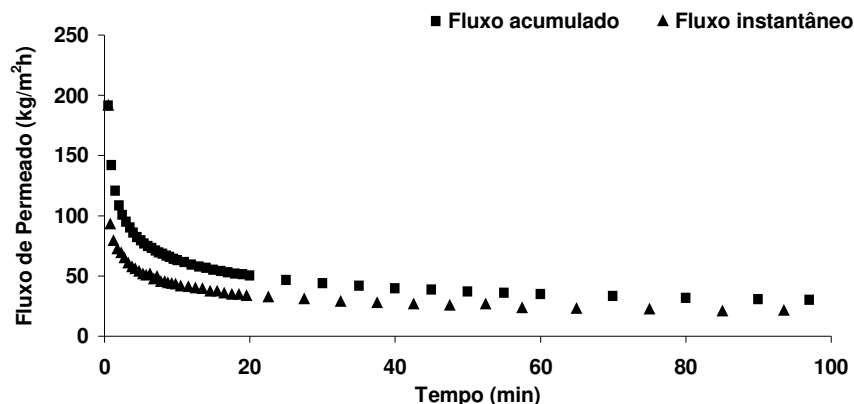


Figura 9.24: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PVDF de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.

Tabela 9.25: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,01000	232,99	0,01000	232,99	1,02
1,0	0,01598	186,16	0,00598	139,33	1,03
1,5	0,02078	161,39	0,00480	111,84	1,04
2,0	0,02500	145,62	0,00422	98,32	1,05
2,5	0,02873	133,88	0,00373	86,91	1,06
3,0	0,03232	125,51	0,00359	83,64	1,07
3,5	0,03560	118,49	0,00328	76,42	1,08
4,0	0,03872	112,77	0,00312	72,69	1,08
4,5	0,04166	107,85	0,00294	68,50	1,09
5,0	0,04444	103,54	0,00278	64,77	1,10
5,5	0,04723	100,04	0,00279	65,00	1,10
6,0	0,04986	96,81	0,00263	61,28	1,11
6,5	0,05235	93,82	0,00249	58,02	1,12
7,0	0,05485	91,28	0,00250	58,25	1,12
7,5	0,05718	88,82	0,00233	54,29	1,13
8,0	0,05944	86,56	0,00226	52,66	1,13
8,5	0,06170	84,56	0,00226	52,66	1,14
9,0	0,06396	82,79	0,00226	52,66	1,15
9,5	0,06606	81,01	0,00210	48,93	1,15
10,0	0,06809	79,32	0,00203	47,30	1,16
11,0	0,07232	76,59	0,00423	49,28	1,17
12,0	0,07634	74,11	0,00402	46,83	1,18
13,0	0,08015	71,82	0,00381	44,39	1,19
14,0	0,08392	69,83	0,00377	43,92	1,20
17,0	0,09448	64,74	0,01056	41,01	1,23
18,0	0,09785	63,33	0,00337	39,26	1,24
19,0	0,10120	62,05	0,00335	39,03	1,25
20,0	0,10438	60,80	0,00318	37,05	1,26
30,0	0,13351	51,84	0,02913	33,94	1,36

35,0	0,14727	49,02	0,01376	32,06	1,42
40,0	0,15965	46,50	0,01238	28,84	1,47
45,0	0,17202	44,53	0,01237	28,82	1,52
50,0	0,18385	42,84	0,01183	27,56	1,58
55,0	0,19566	41,44	0,01181	27,52	1,64
60,0	0,20693	40,18	0,01127	26,26	1,71
70,0	0,22844	38,02	0,02151	25,06	1,84
80,5	0,25008	36,19	0,02164	24,01	2,00

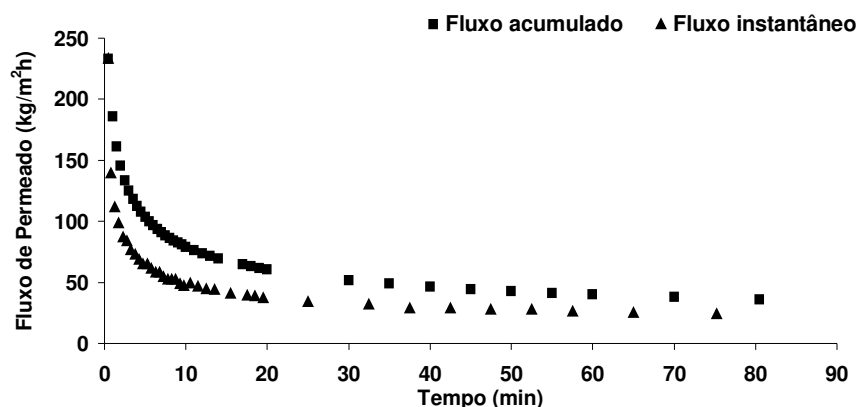


Figura 9.25: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de PES de 150 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.

Tabela 9.26: Dados experimentais para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,00808	188,26	0,00808	188,26	1,02
1,0	0,01388	161,70	0,00580	135,14	1,03
1,5	0,01879	145,93	0,00491	114,40	1,04
2,0	0,02303	134,15	0,00424	98,79	1,05
2,5	0,02700	125,82	0,00397	92,50	1,06
3,0	0,03066	119,06	0,00366	85,28	1,07
3,5	0,03417	113,73	0,00351	81,78	1,07
4,0	0,03739	108,89	0,00322	75,02	1,08
4,5	0,04066	105,26	0,00327	76,19	1,09
5,0	0,04378	102,00	0,00312	72,69	1,10
5,5	0,04676	99,04	0,00298	69,43	1,10
6,0	0,04970	96,50	0,00294	68,50	1,11
7,0	0,05518	91,83	0,00548	63,84	1,12
7,5	0,05790	89,94	0,00272	63,37	1,13
8,0	0,06045	88,03	0,00255	59,41	1,14
8,5	0,06305	86,41	0,00260	60,58	1,14
9,0	0,06555	84,85	0,00250	58,25	1,15
9,5	0,06789	83,25	0,00234	54,52	1,16
10,0	0,07039	82,00	0,00250	58,25	1,16
11,0	0,07505	79,48	0,00466	54,29	1,18
12,0	0,07959	77,27	0,00454	52,89	1,19

13,0	0,08395	75,23	0,00436	50,79	1,20
14,0	0,08823	73,42	0,00428	49,86	1,21
15,0	0,09241	71,77	0,00418	48,70	1,23
16,0	0,09641	70,20	0,00400	46,60	1,24
17,0	0,10032	68,75	0,00391	45,55	1,25
18,0	0,10444	67,59	0,00412	48,00	1,26
19,0	0,10862	66,60	0,00418	48,70	1,28
20,0	0,11252	65,54	0,00390	45,43	1,29
25,0	0,13130	61,18	0,01878	43,76	1,36
30,0	0,14788	57,42	0,01658	38,63	1,42
35,0	0,16367	54,48	0,01579	36,79	1,49
41,0	0,18148	51,57	0,01781	34,58	1,57
45,0	0,19292	49,94	0,01144	33,32	1,63
50,0	0,20685	48,19	0,01393	32,46	1,71
55,0	0,22042	46,69	0,01357	31,62	1,79
60,0	0,23369	45,37	0,01327	30,92	1,88
66,0	0,25003	44,13	0,01634	31,73	2,00

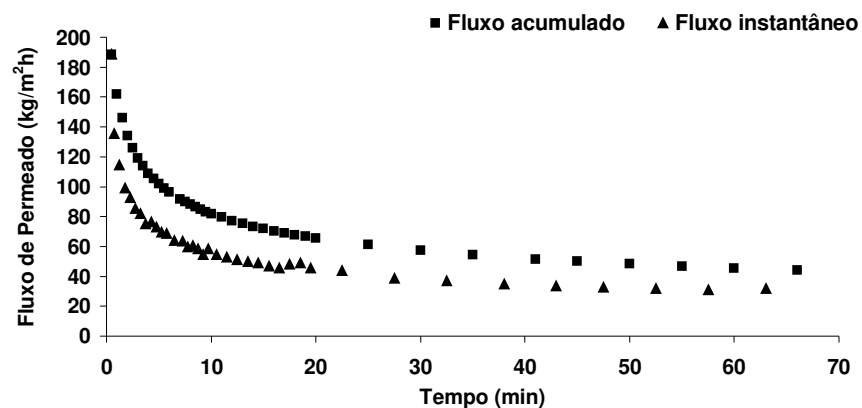


Figura 9.26: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para ultrafiltração, utilizando membrana de CEL de 30 kDa, de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.

9.3 Cálculo das Resistências

Os cálculos das resistências das membranas, total, devido à incrustação e da camada polarizada foram realizados de acordo com as equações 3.24, 3.23, 3.26 e 3.27, respectivamente. Todos os ensaios foram realizados com pressão transmembrana de 2 bar (200 kPa) e temperatura de 35°C. A área de permeação da membrana, em todos os casos, foi igual a 0,00515 m². As tabelas e figuras a seguir apresentam a rotina de cálculo dessas resistências para os experimentos realizados na unidade de laboratório.

Tabela 9.27: Cálculo da resistência das membranas (R_M).

Membrana	Resistência da Membrana					
	μ_p (Pa.s)	M_p (kg)	t (s)	J_w (kg/m ² s)	J_w' (m/s)	R_M (m ⁻¹)
PVDF150	0,0007231	0,72725	300	0,4707	4,74E-04	5,84E+11
PES150	0,0007231	0,82196	360	0,4433	4,46E-04	6,20E+11
CEL30	0,0007231	0,6959	420	0,3217	3,24E-04	8,54E+11
PVDF500	0,000757	8,9379	600	1,4705	1,48E-03	1,79E+11

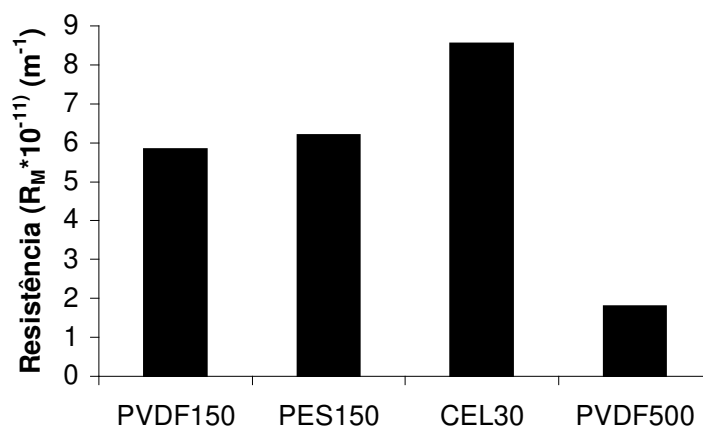


Figura 9.27: Resistência das membranas.

Tabela 9.28: Cálculo da resistência total (R_T) para o processo de ultra e microfiltração utilizando a unidade de laboratório.

		Resistência Total						
	Experimento	μ_p (Pa.s)	M_p (kg)	t (s)	J (kg/m ² .s)	J (m/s)	R_T (m ⁻¹)	
PSTE	(1) PVDF150	0,00093	0,25	18810	2,58E-03	2,60E-06	8,28E+13	
	(2) PES150	0,00094	0,25	17340	2,80E-03	2,82E-06	7,55E+13	
	(3) CEL30	0,00097	0,25	19320	2,51E-03	2,53E-06	8,19E+13	
	(4) PVDF500	0,00095	0,25	17820	2,72E-03	2,74E-06	7,68E+13	
PROT	(5) PVDF150	0,00094	0,25	16968	2,86E-03	2,88E-06	7,39E+13	
	(6) PES150	0,00096	0,25	12960	3,75E-03	3,77E-06	5,52E+13	
	(7) CEL30	0,00093	0,25	12000	4,05E-03	4,07E-06	5,31E+13	
	(8) PVDF500	0,00095	0,25	14430	3,36E-03	3,39E-06	6,25E+13	
CEL	(9) PVDF150	0,00093	0,25	13050	3,72E-03	3,74E-06	5,77E+13	
	(10) PES150	0,00094	0,25	13215	3,67E-03	3,70E-06	5,78E+13	
	(11) CEL30	0,00097	0,25	11550	4,20E-03	4,23E-06	4,90E+13	
	(12) PVDF500	0,00094	0,25	11550	4,20E-03	4,23E-06	5,06E+13	
PEC	(13) PVDF150	0,00093	0,25	5010	9,69E-03	9,76E-06	2,20E+13	
	(14) PES150	0,00097	0,25	4170	1,16E-02	1,17E-05	1,77E+13	
	(15) CEL30	0,00094	0,25	3915	1,24E-02	1,25E-05	1,70E+13	
	(16) PVDF500	0,00094	0,25	550	8,83E-02	8,89E-05	2,39E+12	
CEL+PEC	(17) PVDF150	0,00095	0,25	5820	8,34E-03	8,40E-06	2,51E+13	
	(18) PES150	0,00093	0,25	4830	1,01E-02	1,01E-05	2,13E+13	
	(19) CEL30	0,00095	0,25	3960	1,23E-02	1,23E-05	1,71E+13	
	(20) PVDF500	0,00095	0,25	450	1,08E-01	1,09E-04	1,94E+12	

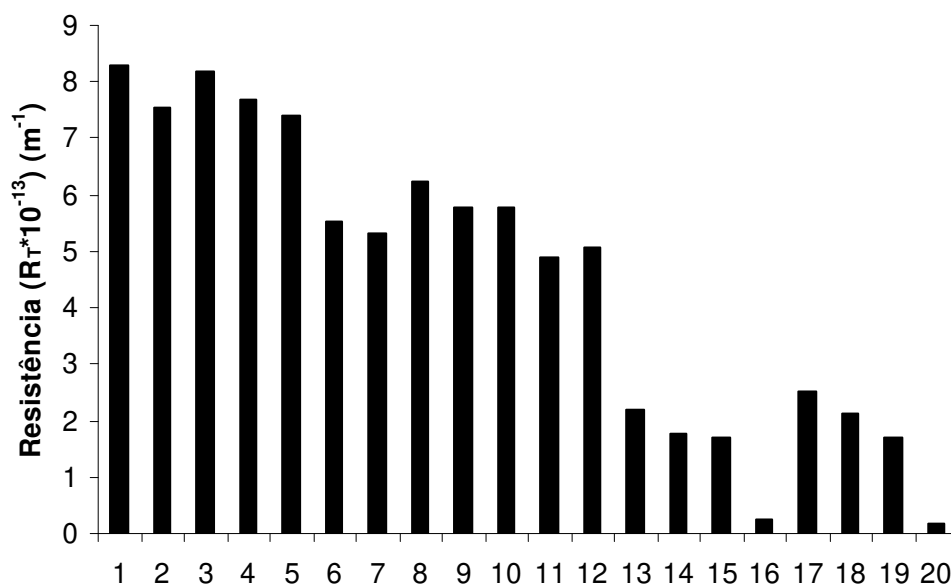
**Figura 9.28:** Resistência total para os experimentos realizados na unidade de laboratório.

Tabela 9.29: Cálculo da resistência devido à incrustação (R_F).

Resistência Devido à Incrustação							
	Experimento	μ_p (Pa.s)	Mp (kg)	t (s)	J (kg/m ² s)	J (m/s)	R_F (m ⁻¹)
PSTE	(1) PVDF150	0,0007231	0,20674	600	0,0669011	6,69E-05	4,13E+12
	(2) PES150	0,0007231	0,31103	600	0,1006494	1,01E-04	2,75E+12
	(3) CEL30	0,0017231	0,45218	330	0,2660466	2,66E-04	4,36E+11
	(4) PVDF500	0,0007565	0,45301	480	0,1832428	1,83E-04	1,44E+12
PROT	(5) PVDF150	0,0027231	0,65286	600	0,2112658	2,11E-04	3,48E+11
	(6) PES150	0,0037231	0,45301	480	0,1832428	1,83E-04	2,93E+11
	(7) CEL30	0,0047231	0,45018	330	0,2648699	2,65E-04	1,60E+11
	(8) PVDF500	0,0007565	0,81654	360	0,4403878	4,40E-04	6,00E+11
CEL	(9) PVDF150	0,0057231	0,32992	600	0,1067622	1,07E-04	3,27E+11
	(10) PES150	0,0067231	0,29531	600	0,0955624	9,56E-05	3,11E+11
	(11) CEL30	0,0077231	0,58076	390	0,2891295	2,89E-04	8,96E+10
	(12) PVDF500	0,0007565	0,6377	600	0,20636	2,06E-04	1,28E+12
PEC	(13) PVDF150	0,0087231	0,37301	600	0,1207062	1,21E-04	1,90E+11
	(14) PES150	0,0097231	0,24262	600	0,0785119	7,85E-05	2,62E+11
	(15) CEL30	0,0107231	0,67018	240	0,5421763	5,42E-04	3,44E+10
	(16) PVDF500	0,0007565	0,5984	47,07	2,4683554	2,47E-03	1,07E+11
CEL+PEC	(17) PVDF150	0,0117231	0,18205	600	0,0589115	5,89E-05	2,90E+11
	(18) PES150	0,0007231	0,39808	600	0,1288188	1,29E-04	2,15E+12
	(19) CEL30	0,0007231	0,34689	120	0,5612687	5,61E-04	4,93E+11
	(20) PVDF500	0,0007565	0,95013	91,59	2,0141661	2,01E-03	1,31E+11

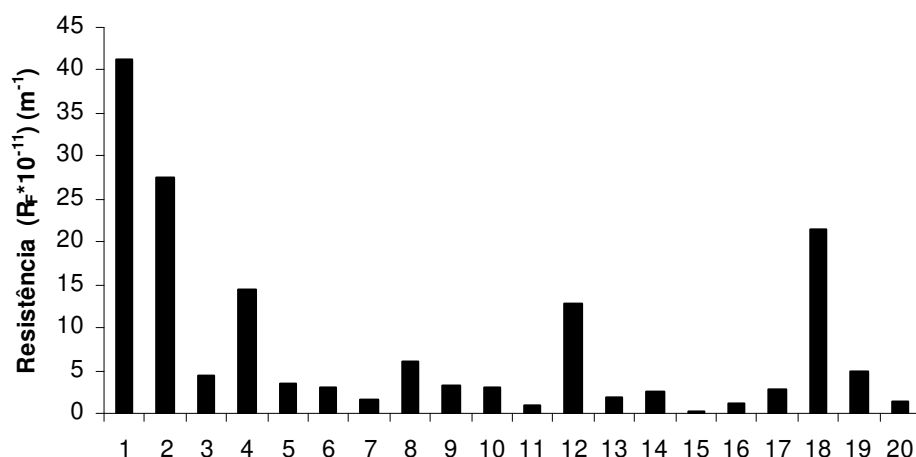
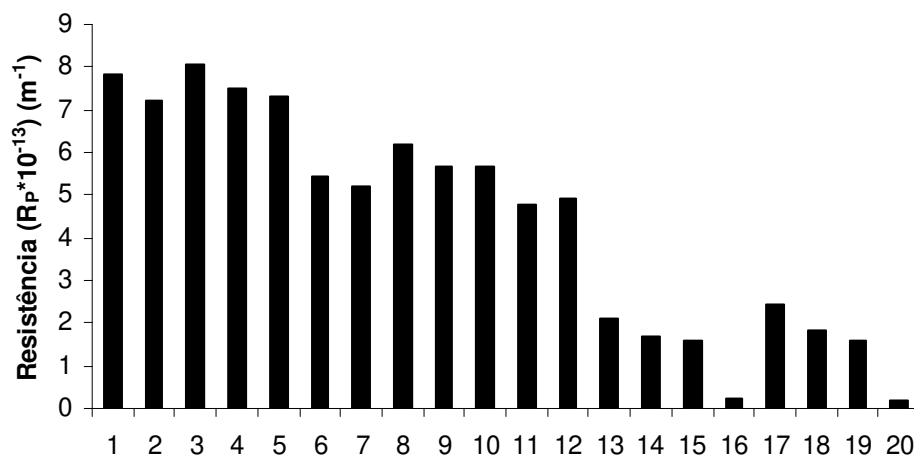
**Figura 9.29:** Resistência devido à incrustação para os experimentos realizados na unidade de laboratório.

Tabela 9.30: Cálculo da resistência devido à camada polarizada (R_p).

Resistência da Camada Polarizada			
Experimento		R_p (m^{-1})	
PSTE	(1)	PVDF150	7,81E+13
	(2)	PES150	7,21E+13
	(3)	CEL30	8,07E+13
	(4)	PVDF500	7,52E+13
PROT	(5)	PVDF150	7,29E+13
	(6)	PES150	5,43E+13
	(7)	CEL30	5,21E+13
	(8)	PVDF500	6,18E+13
CEL	(9)	PVDF150	5,68E+13
	(10)	PES150	5,69E+13
	(11)	CEL30	4,80E+13
	(12)	PVDF500	4,92E+13
PEC	(13)	PVDF150	2,13E+13
	(14)	PES150	1,68E+13
	(15)	CEL30	1,62E+13
	(16)	PVDF500	2,19E+12
CEL+PEC	(17)	PVDF150	2,42E+13
	(18)	PES150	1,85E+13
	(19)	CEL30	1,57E+13
	(20)	PVDF500	1,71E+12

**Figura 9.30:** Resistência devido à camada polarizada para os experimentos realizados na unidade de laboratório.

9.4 Comportamento Reológico do Permeado

Tabela 9.31: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação ($\dot{\gamma}$) e tensão de cisalhamento (τ) para as frações de permeado da microfiltração de suco de pitanga com e sem tratamento enzimático.

PSTE					
v (RPM)	v (cm/s)	$\dot{\gamma}$ (s ⁻¹)	η (cP)	η (Pa.s)	τ (Pa)
40	3,6610	23,3185	1,00	0,0010	0,0233
45	4,1186	26,2333	0,99	0,0010	0,0260
50	4,5763	29,1481	0,98	0,0010	0,0286
60	5,4915	34,9777	0,95	0,0010	0,0332
70	6,4068	40,8074	0,95	0,0010	0,0388
PROTEASE					
v (RPM)	v (cm/s)	$\dot{\gamma}$ (s ⁻¹)	η (cP)	η (Pa.s)	τ (Pa)
40	3,6610	23,3185	0,97	0,0010	0,0226
45	4,1186	26,2333	0,97	0,0010	0,0254
50	4,5763	29,1481	0,96	0,0010	0,0280
60	5,4915	34,9777	0,97	0,0010	0,0339
70	6,4068	40,8074	0,97	0,0010	0,0396
CELULASE					
v (RPM)	v (cm/s)	$\dot{\gamma}$ (s ⁻¹)	η (cP)	η (Pa.s)	τ (Pa)
40	3,6610	23,3185	0,99	0,0010	0,0231
45	4,1186	26,2333	1,00	0,0010	0,0262
50	4,5763	29,1481	0,98	0,0010	0,0286
60	5,4915	34,9777	0,97	0,0010	0,0339
70	6,4068	40,8074	0,98	0,0010	0,0400
PECTINASE					
v (RPM)	v (cm/s)	$\dot{\gamma}$ (s ⁻¹)	η (cP)	η (Pa.s)	τ (Pa)
40	3,6610	23,3185	1,03	0,0010	0,0240
45	4,1186	26,2333	1,01	0,0010	0,0265
50	4,5763	29,1481	1,00	0,0010	0,0291
60	5,4915	34,9777	0,97	0,0010	0,0339
70	6,4068	40,8074	0,96	0,0010	0,0392
CELULASE + PECTINASE					
v (RPM)	v (cm/s)	$\dot{\gamma}$ (s ⁻¹)	η (cP)	η (Pa.s)	τ (Pa)
40	3,6610	23,3185	0,98	0,0010	0,0229
45	4,1186	26,2333	0,98	0,0010	0,0257
50	4,5763	29,1481	0,96	0,0010	0,0280
60	5,4915	34,9777	0,94	0,0009	0,0329
70	6,4068	40,8074	0,95	0,0010	0,0388

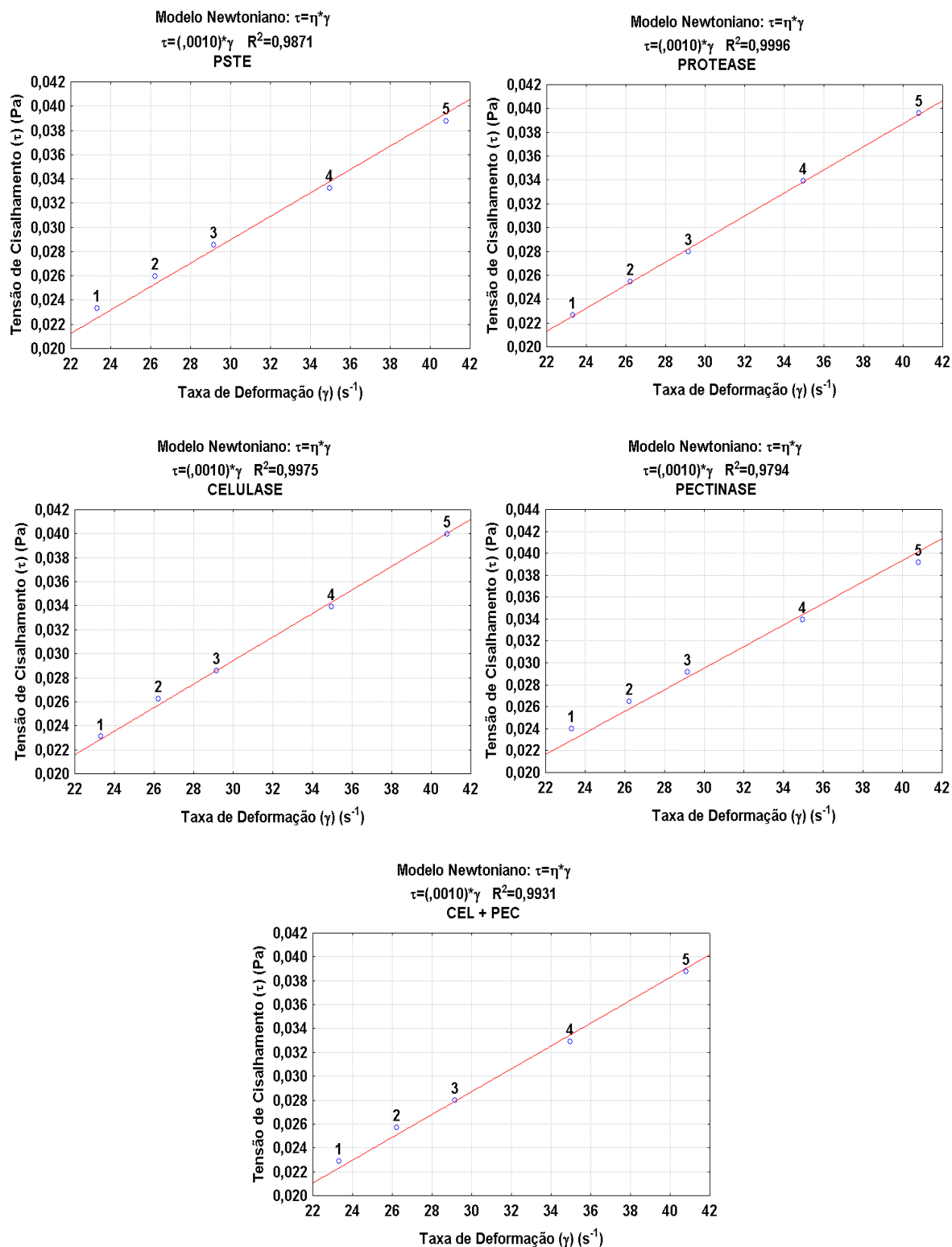


Figura 9.31: Ajuste dos resultados ao modelo Newtoniano para permeado da microfiltração do suco de pitanga com e sem tratamento enzimático.

9.5 Comportamento Reológico do Retentado

Tabela 9.32: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação ($\dot{\gamma}$) e tensão de cisalhamento (τ) para o retentado da microfiltração de suco de pitanga sem tratamento enzimático.

v (RPM)	v (cm/s)	$\dot{\gamma}$ (s ⁻¹)	η (cP)	η (Pa.s)	τ (Pa)
40	3,6610	23,3185	20,87	0,0209	0,4867
45	4,1186	26,2333	19,47	0,0195	0,5108
50	4,5763	29,1481	18,5	0,0185	0,5392
60	5,4915	34,9777	16,63	0,0166	0,5817
70	6,4068	40,8074	15,33	0,0153	0,6256
90	8,2373	52,4666	13,57	0,0136	0,7120
100	9,1525	58,2962	13,07	0,0131	0,7619
120	10,9830	69,9555	12,03	0,0120	0,8416
135	12,3559	78,6999	11,33	0,0113	0,8917
140	12,8135	81,6147	11,13	0,0111	0,9084

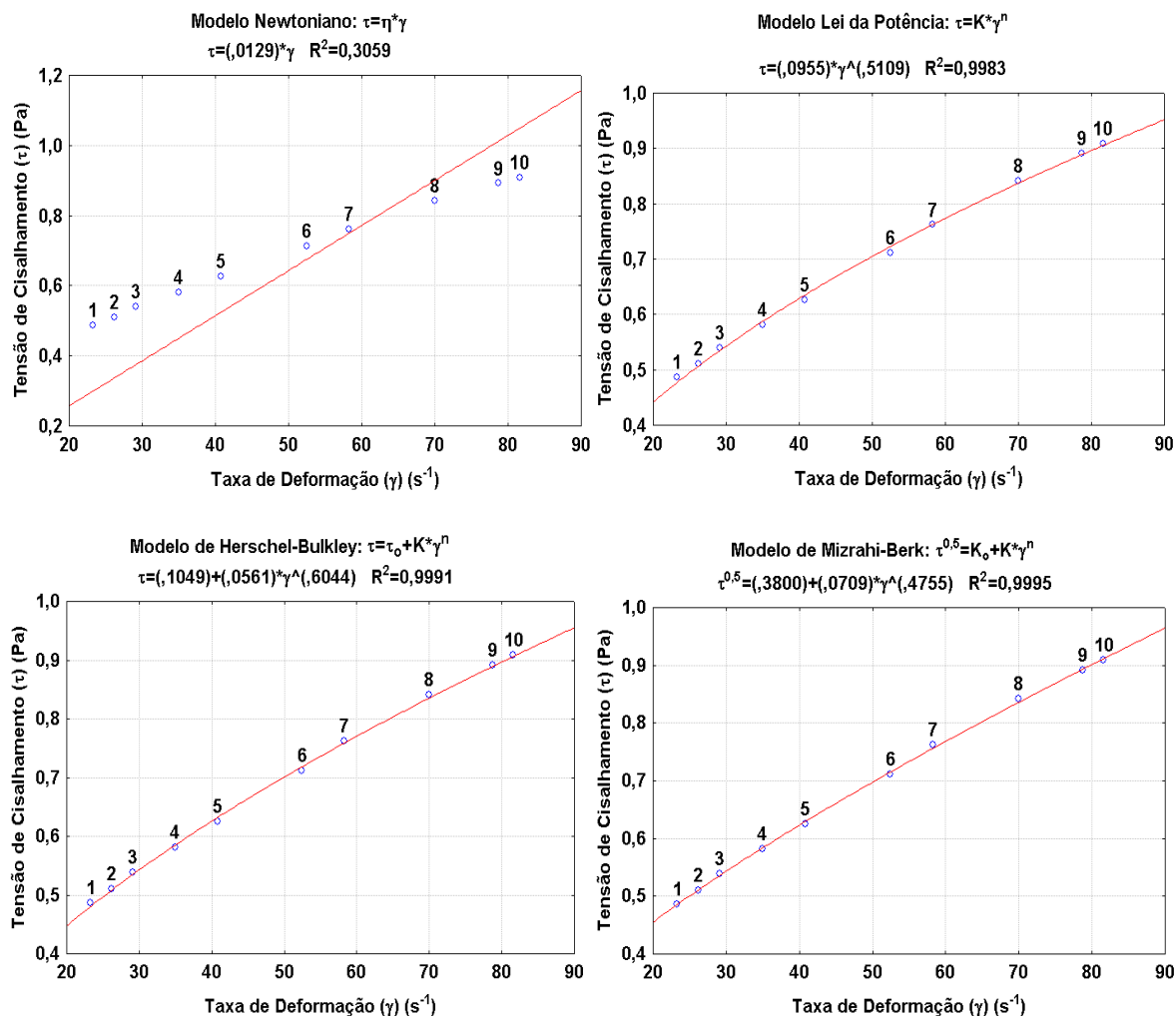


Figura 9.32: Ajuste dos resultados aos modelos reológicos para retentado da microfiltração do suco de pitanga sem tratamento enzimático.

Tabela 9.33: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação ($\dot{\gamma}$) e tensão de cisalhamento (τ) para o retentado da microfiltração de suco de pitanga tratado com protease.

v (RPM)	v (cm/s)	$\dot{\gamma}$ (s ⁻¹)	η (cP)	η (Pa.s)	τ (Pa)
40	3,6610	23,3185	17,93	0,0179	0,4181
45	4,1186	26,2333	16,5	0,0165	0,4328
50	4,5763	29,1481	15,53	0,0155	0,4527
60	5,4915	34,9777	13,7	0,0137	0,4792
70	6,4068	40,8074	12,6	0,0126	0,5142
90	8,2373	52,4666	11,2	0,0112	0,5876
100	9,1525	58,2962	10,6	0,0106	0,6179
120	10,9830	69,9555	9,87	0,0099	0,6905
135	12,3559	78,6999	9,4	0,0094	0,7398
140	12,8135	81,6147	9,29	0,0093	0,7582

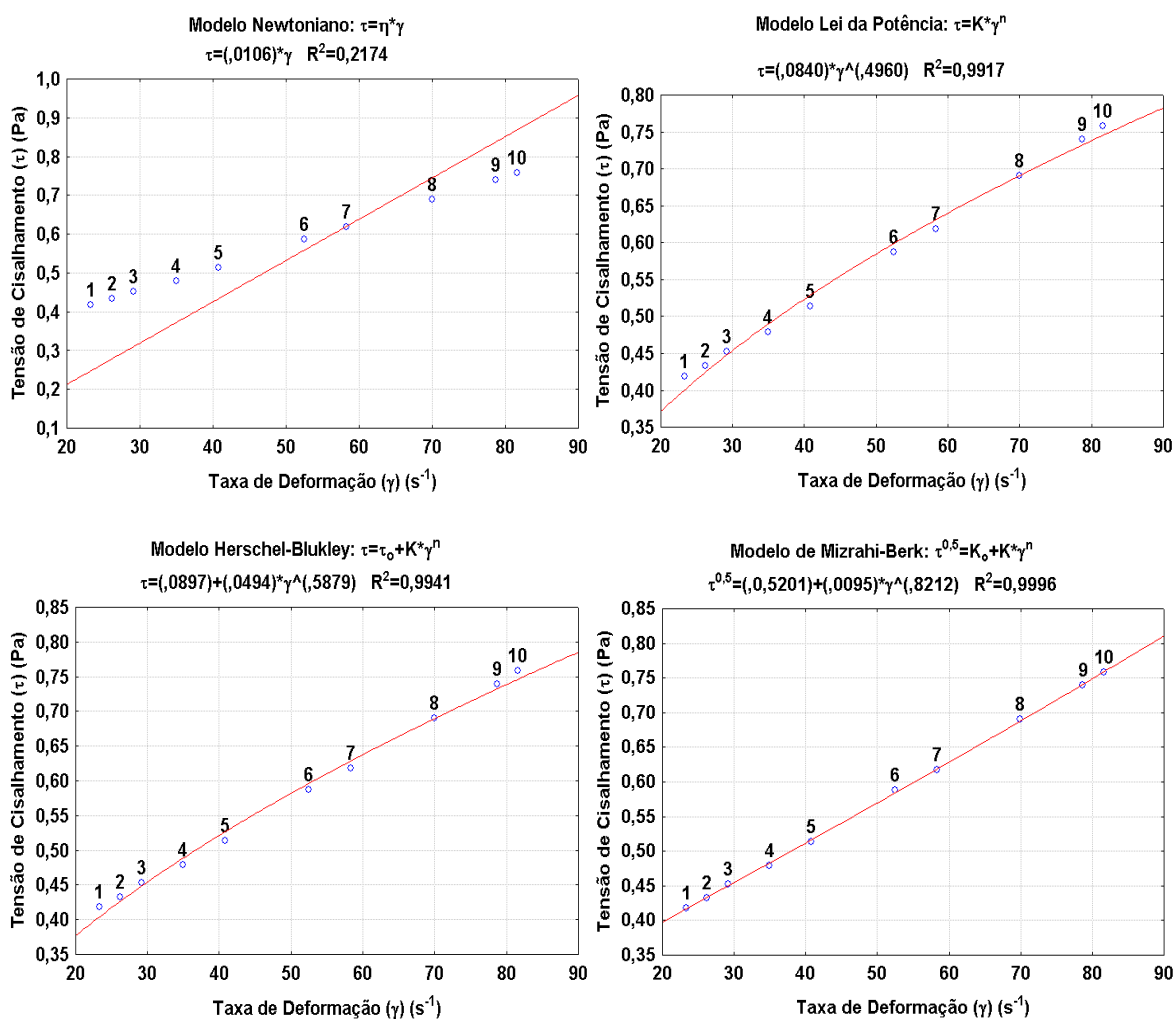


Figura 9.33: Ajuste dos resultados aos modelos reológicos para retentado da microfiltração do suco de pitanga tratado com protease.

Tabela 9.34: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação ($\dot{\gamma}$) e tensão de cisalhamento (τ) para o retentado da microfiltração de suco de pitanga tratado com celulase.

v (RPM)	v (cm/s)	$\dot{\gamma}$ (s ⁻¹)	η (cP)	η (Pa.s)	τ (Pa)
40	3,6610	23,3185	-	-	-
45	4,1186	26,2333	-	-	-
50	4,5763	29,1481	6,82	0,0068	0,1988
60	5,4915	34,9777	6,32	0,0063	0,2211
70	6,4068	40,8074	5,92	0,0059	0,2416
90	8,2373	52,4666	5,34	0,0053	0,2802
100	9,1525	58,2962	5,03	0,0050	0,2932
120	10,9830	69,9555	4,55	0,0046	0,3183
135	12,3559	78,6999	4,26	0,0043	0,3353
140	12,8135	81,6147	4,15	0,0042	0,3387

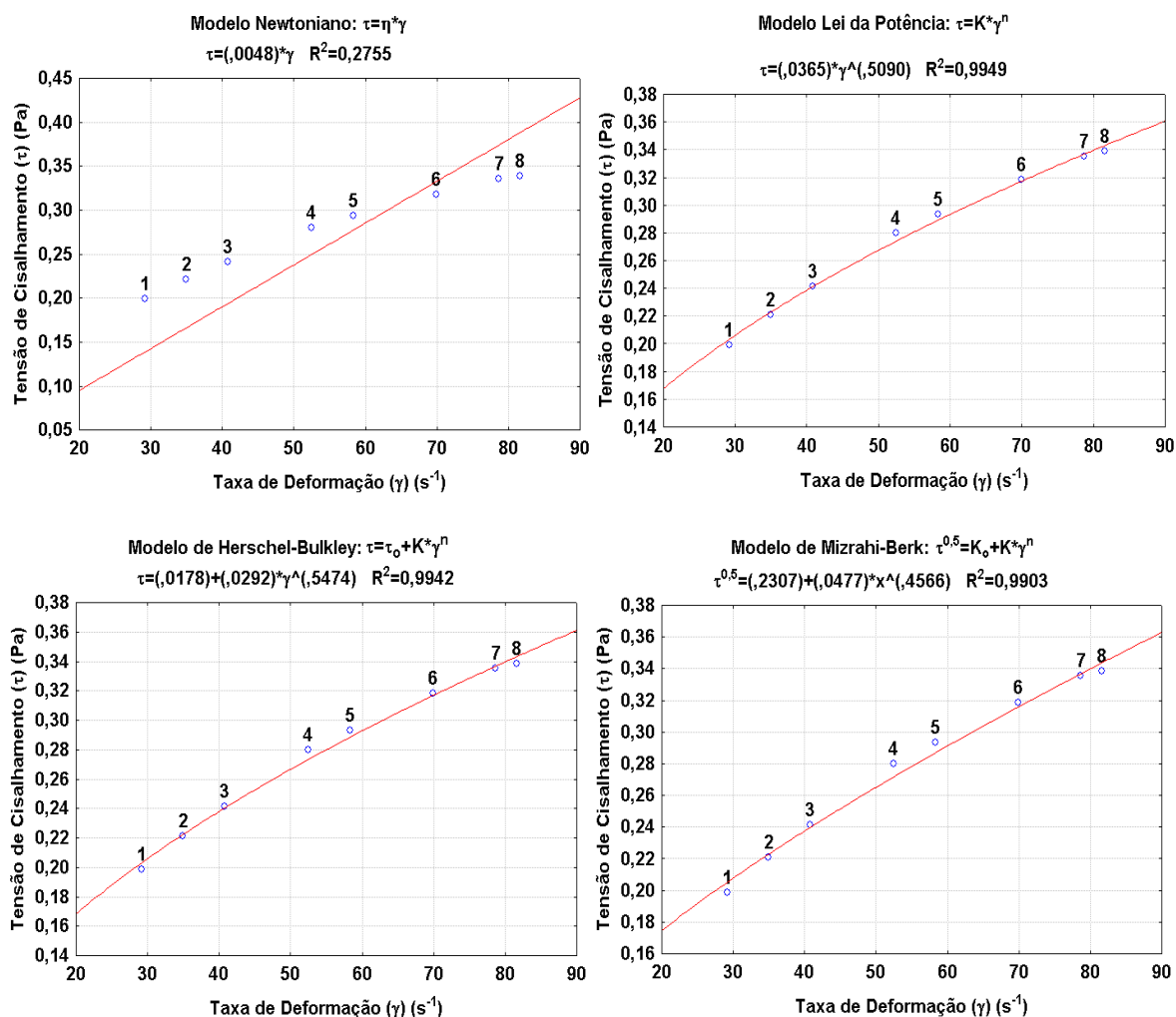


Figura 9.34: Ajuste dos resultados aos modelos reológicos para retentado da microfiltração do suco de pitanga tratado com celulase.

Tabela 9.35: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação (γ) e tensão de cisalhamento (τ) para o retentado da microfiltração de suco de pitanga tratado com pectinase.

v (RPM)	v (cm/s)	γ (s ⁻¹)	η (cP)	η (Pa.s)	τ (Pa)
40	3,6610	23,3185	-	-	-
45	4,1186	26,2333	-	-	-
50	4,5763	29,1481	-	-	-
60	5,4915	34,9777	6,88	0,0069	0,2406
70	6,4068	40,8074	6,21	0,0062	0,2534
90	8,2373	52,4666	5,41	0,0054	0,2838
100	9,1525	58,2962	5,22	0,0052	0,3043
120	10,9830	69,9555	4,69	0,0047	0,3281
135	12,3559	78,6999	4,35	0,0044	0,3423
140	12,8135	81,6147	4,2	0,0042	0,3428

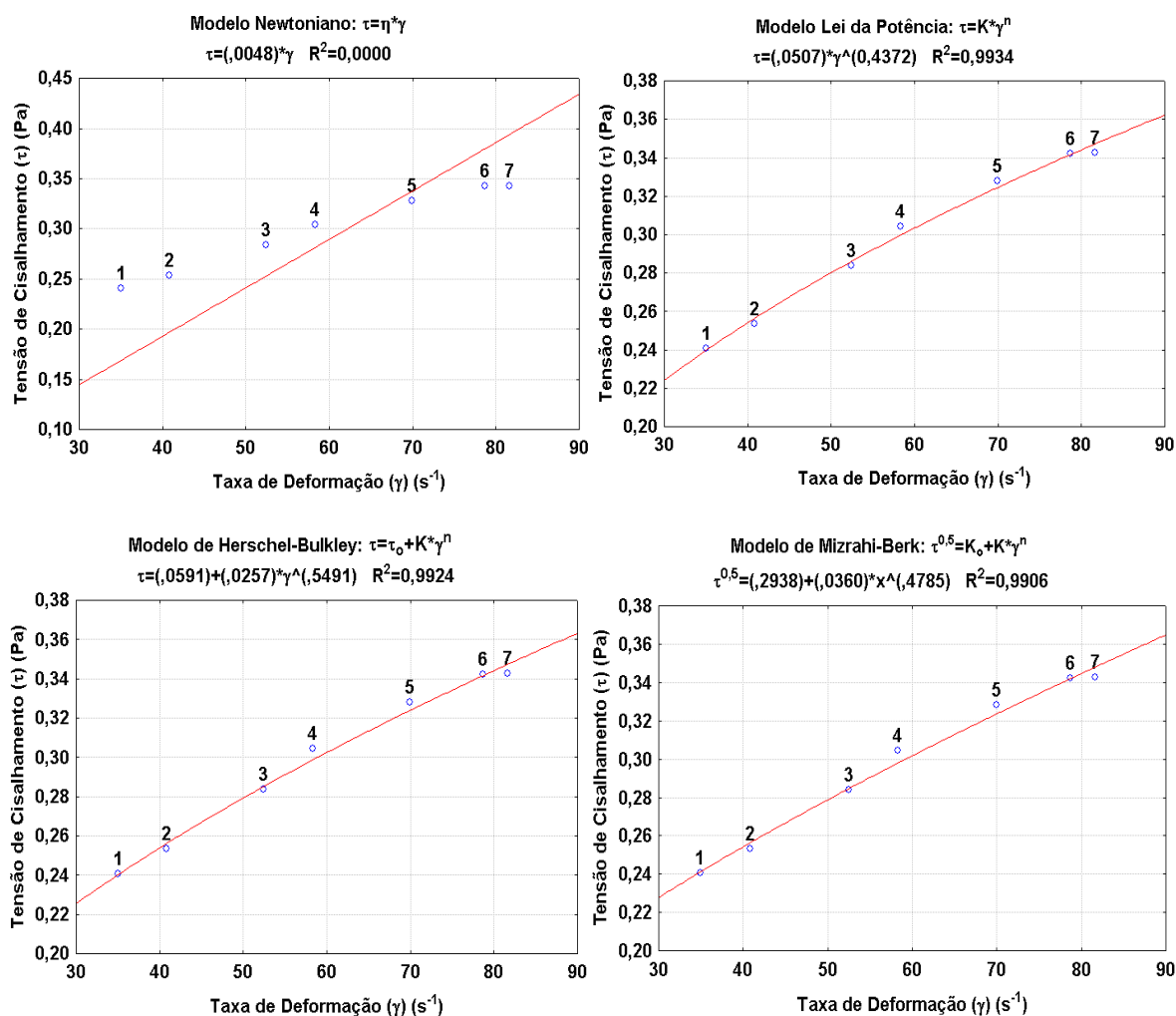


Figura 9.35: Ajuste dos resultados aos modelos reológicos para retentado da microfiltração do suco de pitanga tratado com pectinase.

Tabela 9.36: Resultados de viscosidade (η), taxa de deformação (γ) e tensão de cisalhamento (τ) para o retentado da microfiltração de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.

v (RPM)	v (cm/s)	γ (s ⁻¹)	η (cP)	η (Pa.s)	τ (Pa)
40	3,6610	23,3185	-	-	-
45	4,1186	26,2333	-	-	-
50	4,5763	29,1481	3,42	0,0034	0,0997
60	5,4915	34,9777	3,13	0,0031	0,1095
70	6,4068	40,8074	2,92	0,0029	0,1192
90	8,2373	52,4666	2,49	0,0025	0,1306
100	9,1525	58,2962	2,41	0,0024	0,1405
120	10,9830	69,9555	2,28	0,0023	0,1595
135	12,3559	78,6999	2,17	0,0022	0,1708
140	12,8135	81,6147	2,14	0,0021	0,1747

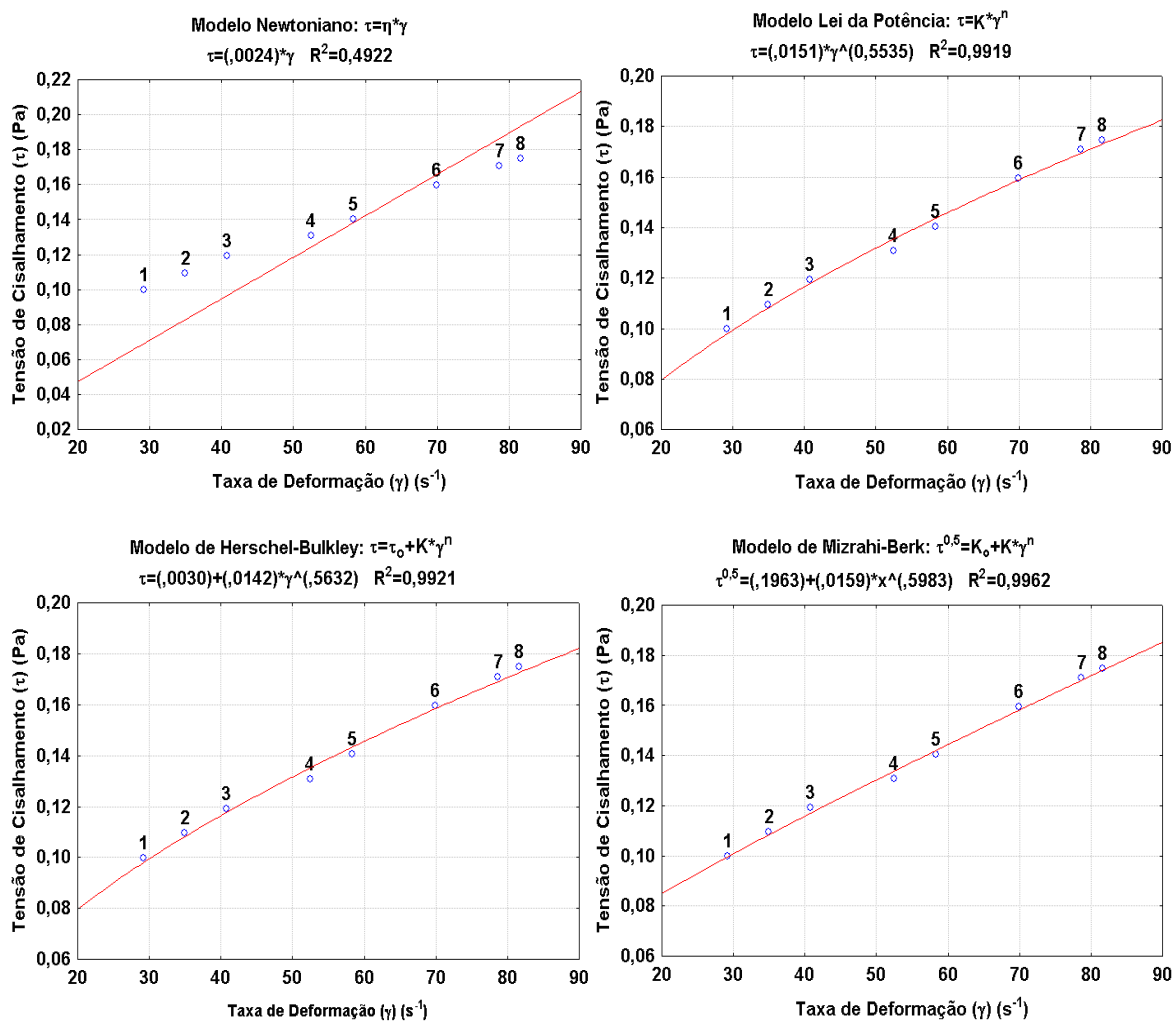


Figura 9.36: Ajuste dos resultados aos modelos reológicos para retentado da microfiltração do suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.

9.6 Fluxo de Permeado (Planta Piloto)

Todos os experimentos realizados na planta piloto foram feitos nas mesmas condições de pressão, temperatura e área de permeação: 2 bar, 35°C e 0,01 m², respectivamente. A massa inicial de alimentação foi de 7000 g e as corridas foram realizadas até FC igual a 2. Nas tabelas a seguir são apresentados os dados obtidos para fluxo de permeado para cada experimento.

Tabela 9.37: Dados experimentais para microfiltração em planta piloto de suco de pitanga sem tratamento enzimático.

Tempo (min)	Massa (perm) (kg)	Fluxo ac (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,0168	198,60	0,0168	198,60	1,00
1,0	0,0199	117,96	0,0032	37,33	1,00
1,5	0,0227	89,62	0,0028	32,94	1,00
2,0	0,0254	75,10	0,0027	31,52	1,00
2,5	0,0279	66,07	0,0025	29,98	1,00
3,0	0,0305	60,14	0,0026	30,45	1,00
3,5	0,0329	55,76	0,0025	29,51	1,00
4,0	0,0357	52,86	0,0028	32,59	1,01
4,5	0,0382	50,27	0,0025	29,51	1,01
5,0	0,0407	48,23	0,0025	29,86	1,01
5,5	0,0434	46,70	0,0027	31,40	1,01
6,0	0,0459	45,35	0,0026	30,57	1,01
6,5	0,0484	44,07	0,0024	28,68	1,01
7,0	0,0509	43,04	0,0025	29,62	1,01
7,5	0,0535	42,26	0,0026	31,28	1,01
8,0	0,0562	41,65	0,0028	32,59	1,01
8,5	0,0587	40,91	0,0024	29,03	1,01
9,0	0,0612	40,30	0,0025	29,98	1,01
9,5	0,0637	39,75	0,0025	29,74	1,01
10,0	0,0663	39,26	0,0025	30,10	1,01
11,0	0,0714	38,43	0,0051	30,10	1,01
12,0	0,0765	37,77	0,0051	30,45	1,01
13,0	0,0765	34,86	0,0051	15,23	1,01
14,0	0,0816	34,55	0,0051	30,45	1,01
15,0	0,0866	34,21	0,0050	29,51	1,01
16,0	0,0966	35,78	0,0100	59,31	1,01
17,0	0,1016	35,39	0,0049	29,21	1,01
18,0	0,1065	35,05	0,0049	29,27	1,02
19,0	0,1115	34,78	0,0050	29,86	1,02
20,0	0,1165	34,51	0,0050	29,45	1,02
25,0	0,1413	33,49	0,0248	29,41	1,02
30,0	0,1645	32,48	0,0232	27,44	1,02
35,0	0,1869	31,63	0,0224	26,51	1,03
40,0	0,2090	30,95	0,0445	26,35	1,03

45,0	0,2309	30,40	0,0219	25,97	1,03
50,0	0,2525	29,92	0,0217	25,65	1,04
55,0	0,2744	29,56	0,0219	25,90	1,04
60,0	0,2955	29,18	0,0211	25,06	1,04
70,0	0,3381	28,62	0,0426	25,22	1,05
80,0	0,3805	28,18	0,0424	25,12	1,06
90,0	0,4240	27,91	0,0435	25,75	1,06
100,0	0,4686	27,76	0,0446	26,44	1,07
110,0	0,5123	27,59	0,0437	25,91	1,08
120,0	0,5123	25,29	0,0000	0,00	1,08
135,0	0,5563	24,41	0,0440	17,37	1,09
150,0	0,6219	24,56	0,0656	25,92	1,10
165,0	0,6879	24,70	0,0660	26,05	1,11
180,0	0,7536	24,81	0,0657	25,96	1,12
195,0	0,8190	24,88	0,0654	25,82	1,13
210,0	0,8836	24,93	0,0647	25,54	1,14
225,0	0,9481	24,96	0,0644	25,44	1,16
240,0	1,0115	24,97	0,0634	25,06	1,17
255,0	1,0750	24,98	0,0635	25,08	1,18
270,0	1,1380	24,97	0,0630	24,87	1,19
285,0	1,2009	24,96	0,0629	24,85	1,21
300,0	1,2630	24,94	0,0621	24,54	1,22
315,0	1,3252	24,92	0,0621	24,54	1,23
330,0	1,3874	24,91	0,0622	24,57	1,25
345,0	1,4492	24,89	0,0618	24,42	1,26
360,0	1,5707	25,85	0,1215	47,98	1,29
375,0	1,6928	26,75	0,1222	48,26	1,32
390,0	1,7540	26,65	0,0612	24,16	1,33
405,0	1,8148	26,55	0,0608	24,03	1,35
420,0	1,8760	26,46	0,0611	24,14	1,37
435,0	1,9368	26,38	0,0608	24,01	1,38
465,0	1,9980	25,46	0,0612	12,09	1,40
480,0	2,0592	25,42	0,0612	24,17	1,42
495,0	2,1202	25,38	0,0610	24,11	1,43
510,0	2,1810	25,34	0,0608	24,02	1,45
525,0	2,2416	25,30	0,0606	23,93	1,47
540,0	2,3019	25,26	0,0604	23,84	1,49
555,0	2,3622	25,22	0,0602	23,80	1,51
570,0	2,4231	25,19	0,0609	24,05	1,53
585,0	2,4832	25,15	0,0601	23,73	1,55
600,0	2,5432	25,11	0,0601	23,72	1,57
615,0	2,6034	25,08	0,0602	23,77	1,59
630,0	2,6634	25,05	0,0600	23,69	1,61
645,0	2,7229	25,01	0,0595	23,51	1,64
660,0	2,7820	24,97	0,0592	23,38	1,66
675,0	2,8411	24,94	0,0591	23,34	1,68
690,0	2,9002	24,90	0,0591	23,34	1,71
705,0	2,9597	24,87	0,0595	23,50	1,73
720,0	3,0194	24,85	0,0596	23,56	1,76
735,0	3,0787	24,82	0,0593	23,41	1,79
750,0	3,1382	24,79	0,0595	23,50	1,81

765,0	3,1982	24,77	0,0600	23,72	1,84
780,0	3,2582	24,75	0,0599	23,68	1,87
795,0	3,3178	24,73	0,0596	23,54	1,90
810,0	3,3777	24,71	0,0599	23,66	1,93

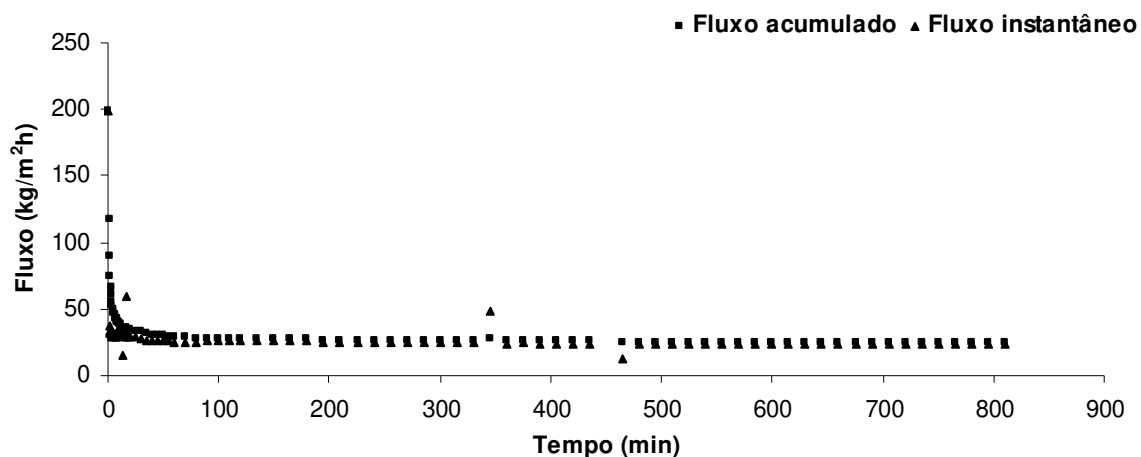


Figura 9.37: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para microfiltração em planta piloto de suco de pitanga sem tratamento enzimático.

Tabela 9.38: Dados experimentais para microfiltração em planta piloto de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.

t (min)	Massa (perm.) (kg)	Fluxo ac. (kg/m ² h)	Massa inst. (kg)	Fluxo inst. (kg/m ² h)	FC
0,5	0,0908	1075,58	0,0908	1075,58	1,01
1,0	0,1155	684,19	0,0247	292,80	1,02
1,5	0,1344	530,90	0,0189	224,31	1,02
2,0	0,1506	445,99	0,0161	191,25	1,02
2,5	0,1650	391,03	0,0145	171,23	1,02
3,0	0,1774	350,43	0,0124	147,41	1,03
3,5	0,1885	319,02	0,0110	130,58	1,03
4,0	0,1990	294,76	0,0105	124,89	1,03
4,5	0,2074	273,10	0,0084	99,89	1,03
5,0	0,2157	255,55	0,0082	97,52	1,03
5,5	0,2232	240,44	0,0075	89,35	1,03
6,0	0,2300	227,13	0,0068	80,70	1,03
6,5	0,2365	215,61	0,0065	77,38	1,03
7,0	0,2428	205,49	0,0062	73,94	1,04
7,5	0,2490	196,72	0,0062	73,94	1,04
8,0	0,2550	188,87	0,0060	71,22	1,04
8,5	0,2604	181,51	0,0054	63,63	1,04
9,0	0,2656	174,85	0,0052	61,74	1,04
9,5	0,2708	168,88	0,0052	61,38	1,04
10,0	0,2759	163,45	0,0051	60,31	1,04
11,0	0,2853	153,65	0,0145	57,15	1,04
12,0	0,2951	145,67	0,0098	58,00	1,04

13,0	0,3049	138,94	0,0098	58,18	1,05
14,0	0,3144	133,07	0,0096	56,70	1,05
15,0	0,3239	127,95	0,0095	56,29	1,05
16,0	0,3342	123,75	0,0103	60,79	1,05
17,0	0,3438	119,82	0,0096	56,88	1,05
18,0	0,3528	116,11	0,0090	53,03	1,05
19,0	0,3621	112,91	0,0094	55,40	1,05
20,0	0,3716	110,07	0,0095	56,05	1,06
25,0	0,4198	99,48	0,0482	57,10	1,06
30,0	0,4696	92,73	0,0498	59,02	1,07
35,0	0,5137	86,97	0,0442	52,35	1,08
40,0	0,5655	83,76	0,0518	61,36	1,09
45,0	0,6174	81,28	0,0518	61,43	1,10
50,0	0,6635	78,62	0,0461	54,63	1,10
55,0	0,7101	76,49	0,0466	55,24	1,11
60,0	0,7580	74,84	0,0479	56,72	1,12
70,0	0,8492	71,88	0,0913	54,08	1,14
80,0	0,9358	69,31	0,0866	51,30	1,15
90,0	1,0178	67,00	0,0820	48,57	1,17
100,0	1,0946	64,85	0,0768	45,50	1,19
110,0	1,1682	62,92	0,0737	43,64	1,20
120,0	1,2437	61,40	0,0754	44,70	1,22
135,0	1,3499	59,24	0,1062	41,96	1,24
150,0	1,4564	57,53	0,1065	42,07	1,26
165,0	1,5609	56,05	0,1045	41,28	1,29
180,0	1,6688	54,93	0,1078	42,60	1,31
195,0	1,7746	53,92	0,1058	41,79	1,34
210,0	1,8852	53,19	0,1106	43,69	1,37
225,0	1,9955	52,55	0,1104	43,59	1,40
240,0	2,0977	51,78	0,1021	40,34	1,43
255,0	2,2056	51,24	0,1079	42,62	1,46
270,0	2,3134	50,76	0,1078	42,58	1,49
285,0	2,4201	50,31	0,1067	42,16	1,53
300,0	2,5248	49,86	0,1047	41,34	1,56
315,0	2,6307	49,48	0,1059	41,83	1,60
330,0	2,7507	49,38	0,1200	47,40	1,65
345,0	2,8743	49,36	0,1236	48,83	1,70
360,0	2,9898	49,21	0,1155	45,63	1,75
375,0	3,1070	49,09	0,1171	46,27	1,80
390,0	3,2180	48,89	0,1111	43,88	1,85
405,0	3,3300	48,71	0,1119	44,21	1,91
420,0	3,4414	48,55	0,1115	44,03	1,97
428,0	3,5000	48,45	0,0586	43,37	2,00

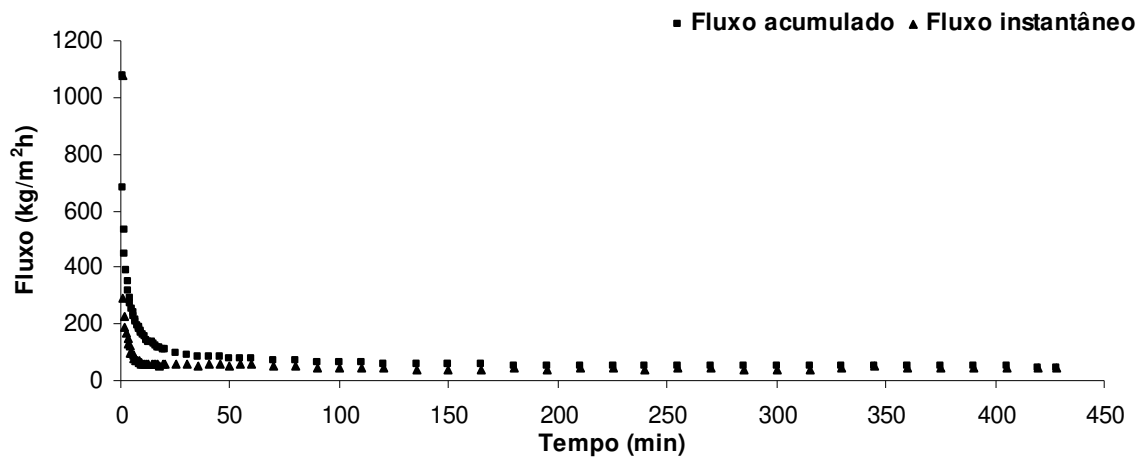


Figura 9.38: Curva de fluxo acumulado e instantâneo de permeado para microfiltração em planta piloto de suco de pitanga tratado com celulase e pectinase.

9.7 Ajuste ao Modelo Baseado na Teoria da Renovação da Superfície

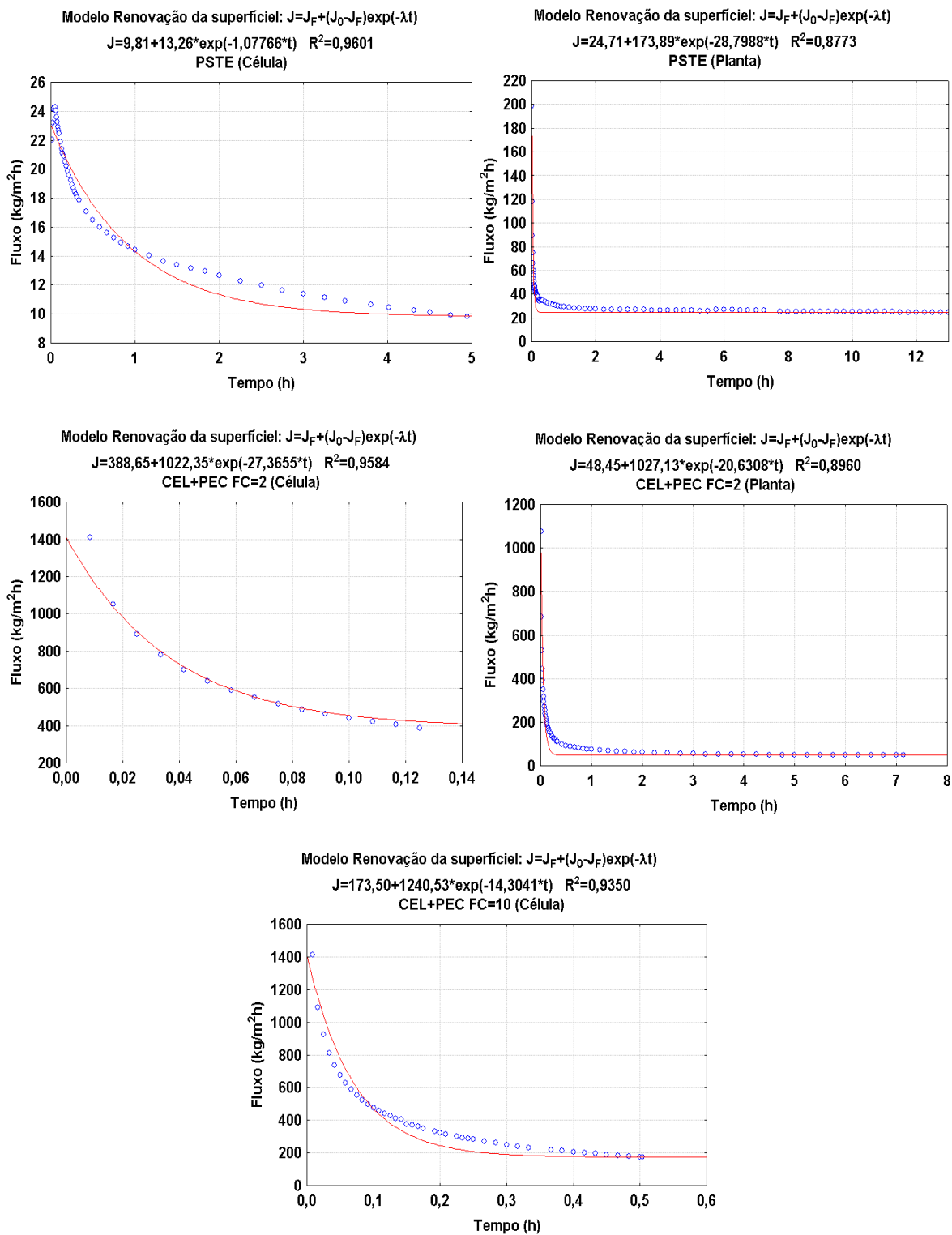


Figura 9.39: Ajuste dos dados experimentais ao modelo de renovação da superfície.

9.8 Ajuste ao Modelo de Hermia

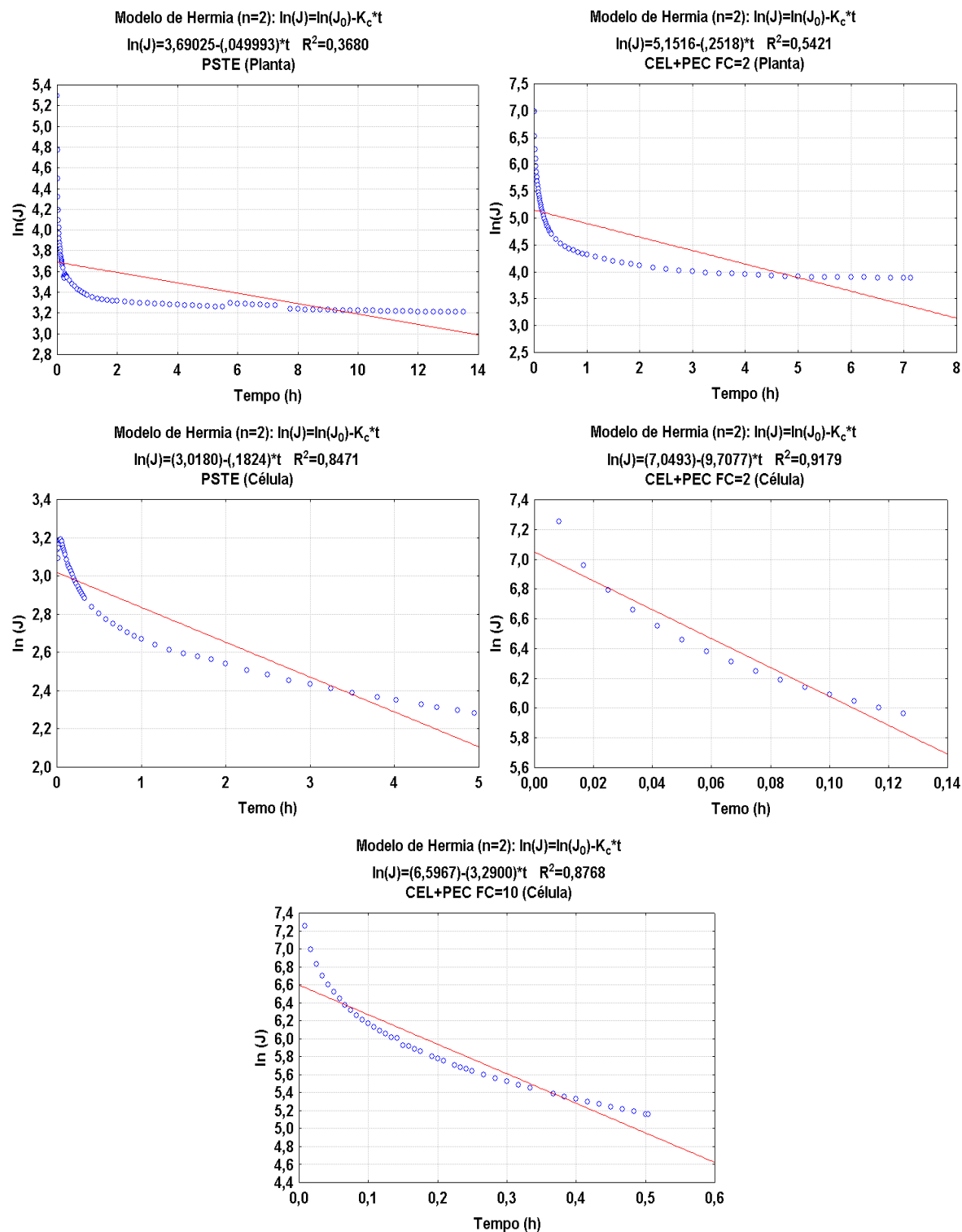


Figura 9.40: Ajuste dos dados experimentais ao modelo de Hermia para modelo do bloqueio completo (n=2).

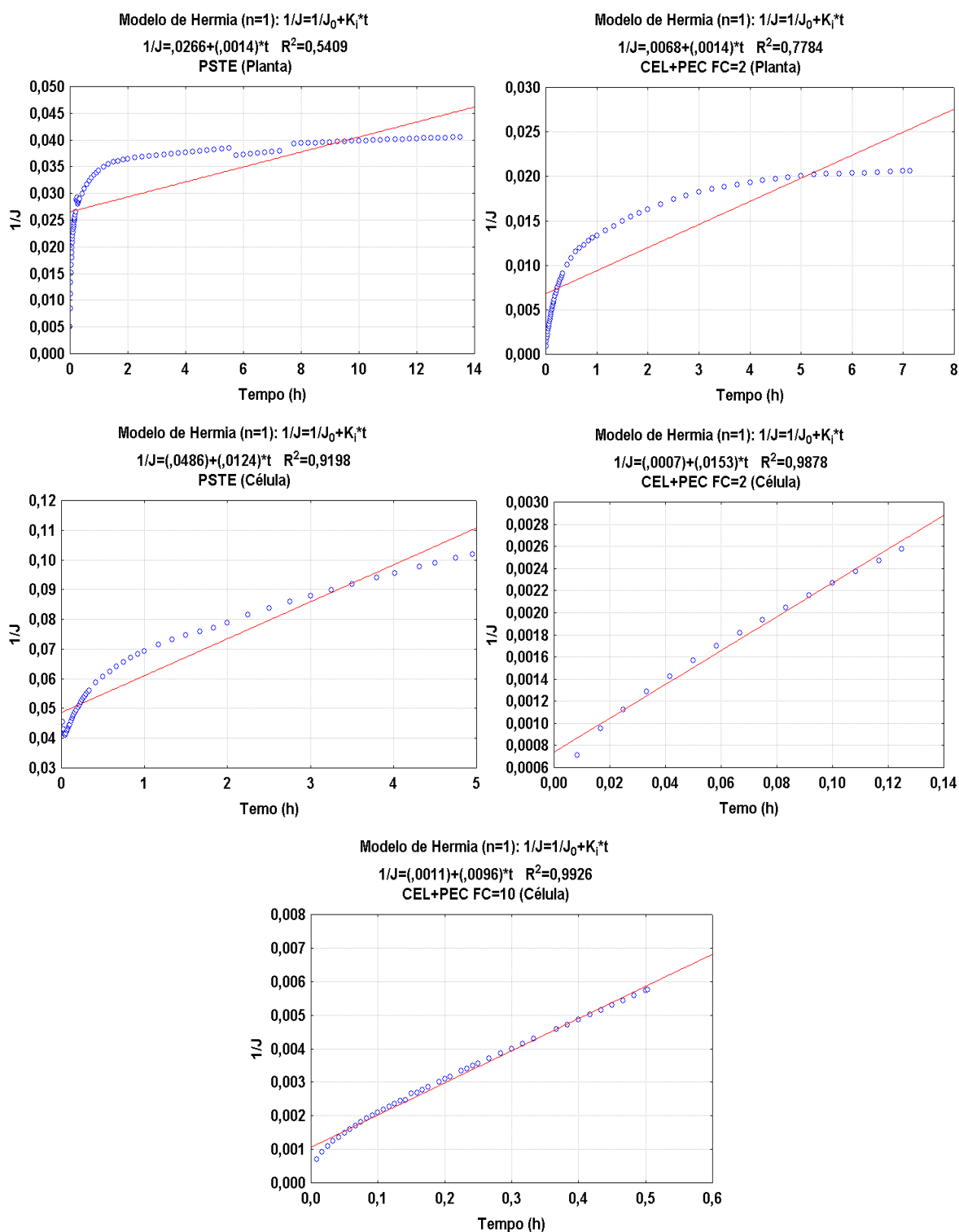


Figura 9.41: Ajuste dos dados experimentais ao modelo de Hermia para modelo do bloqueio intermediário (n=1).

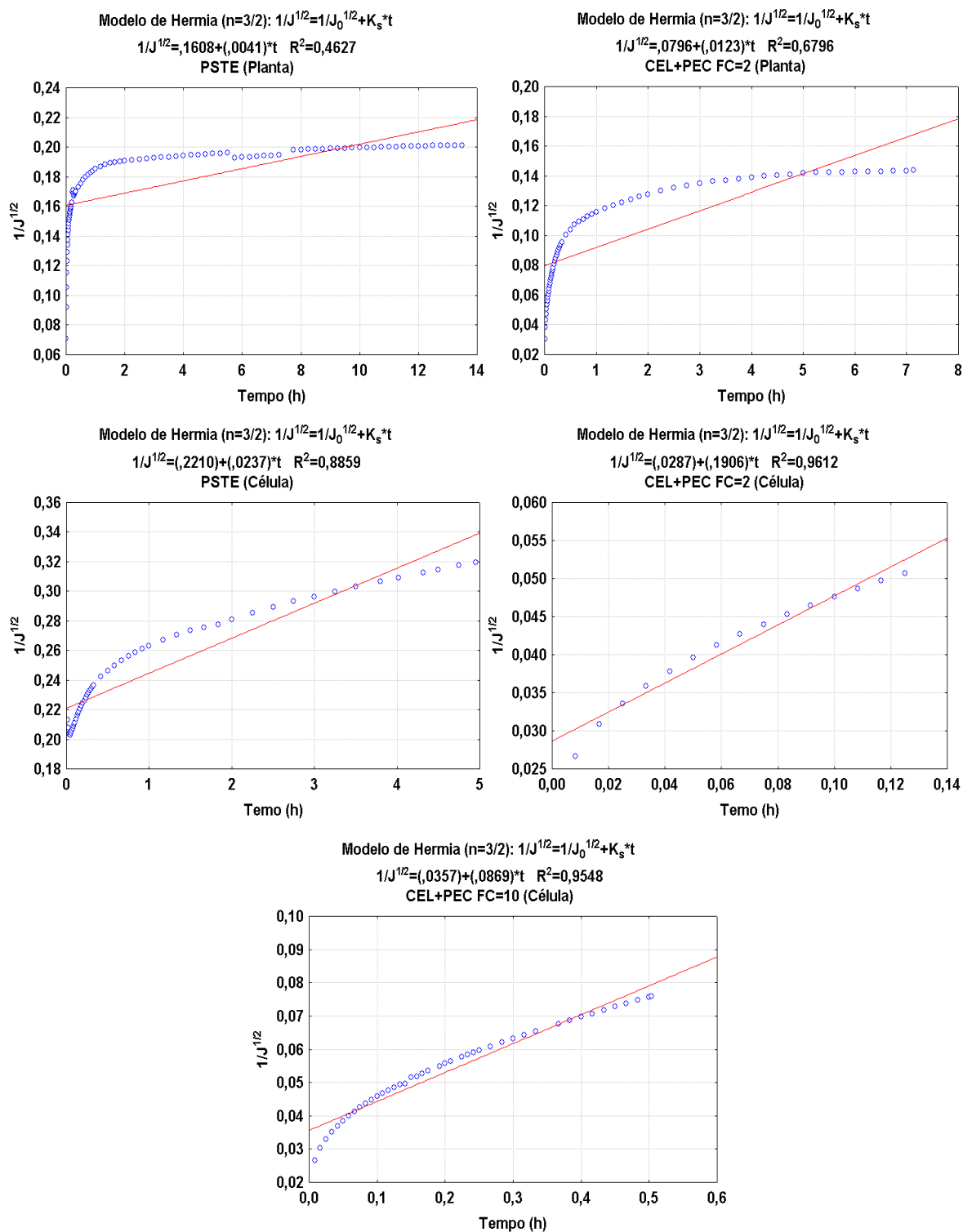


Figura 9.42: Ajuste dos dados experimentais ao modelo de Hermia para modelo do bloqueio padrão (n=3/2).

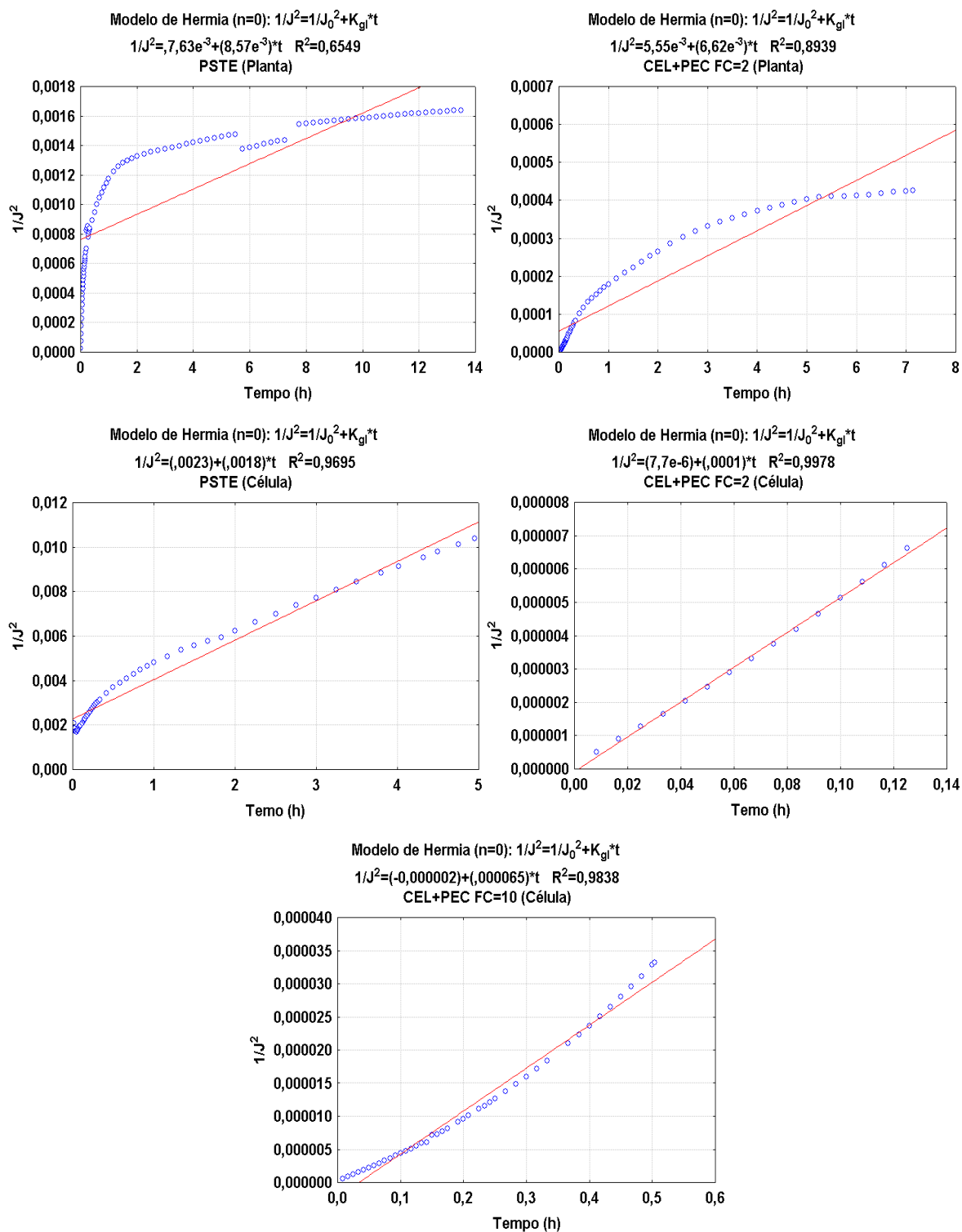


Figura 9.43: Ajuste dos dados experimentais ao modelo de Hermia para modelo da camada polarizada (n=0).

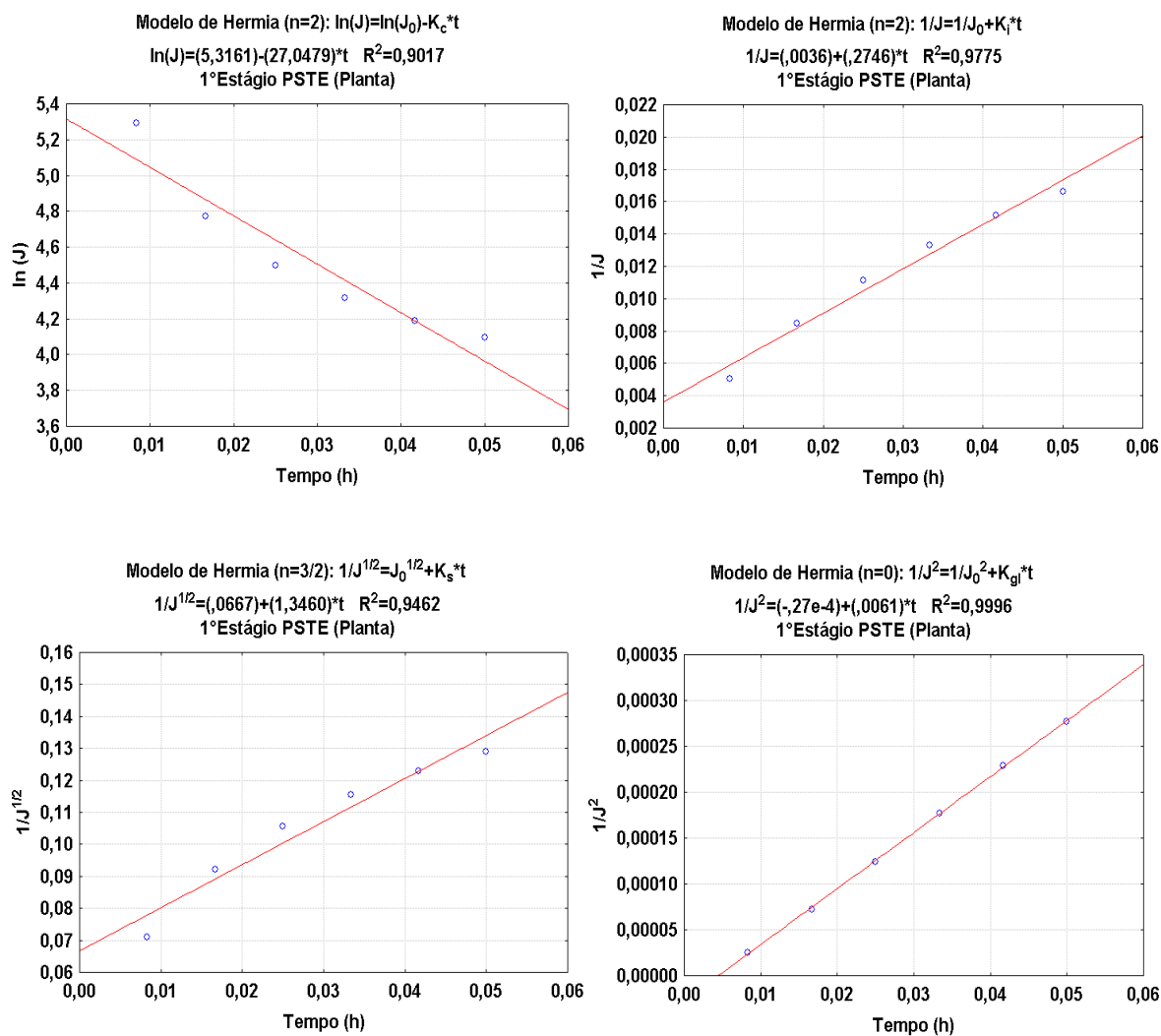


Figura 9.44: Ajuste dos dados experimentais para o 1º estágio de declínio do fluxo de permeado ao modelo de Hermia para suco sem tratamento.

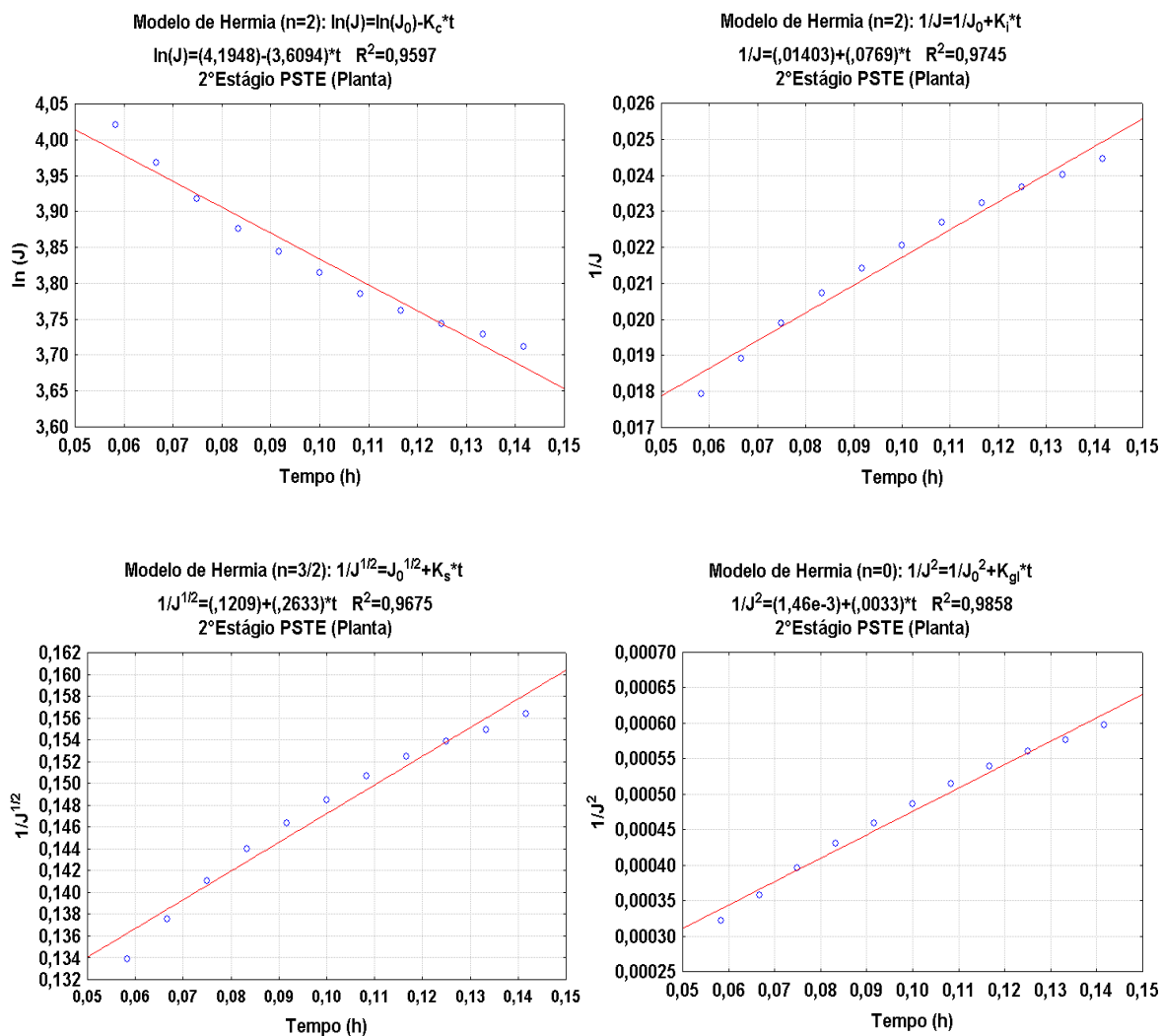


Figura 9.45: Ajuste dos dados experimentais para o 2º estágio de declínio do fluxo de permeado ao modelo de Hermia para suco sem tratamento enzimático.

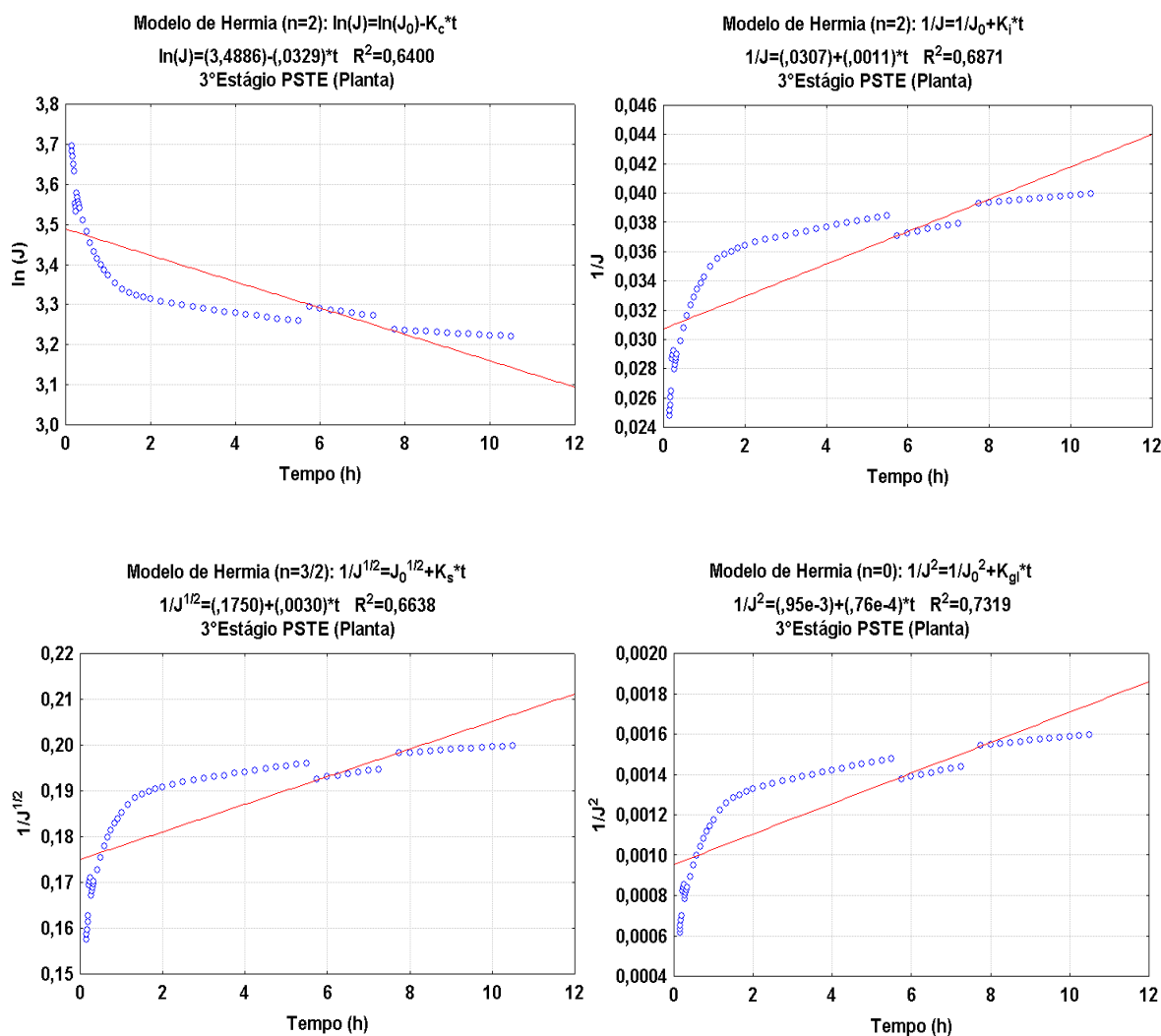


Figura 9.46: Ajuste dos dados experimentais para o 3º estágio de declínio do fluxo de permeado ao modelo de Hermia para suco sem tratamento enzimático.

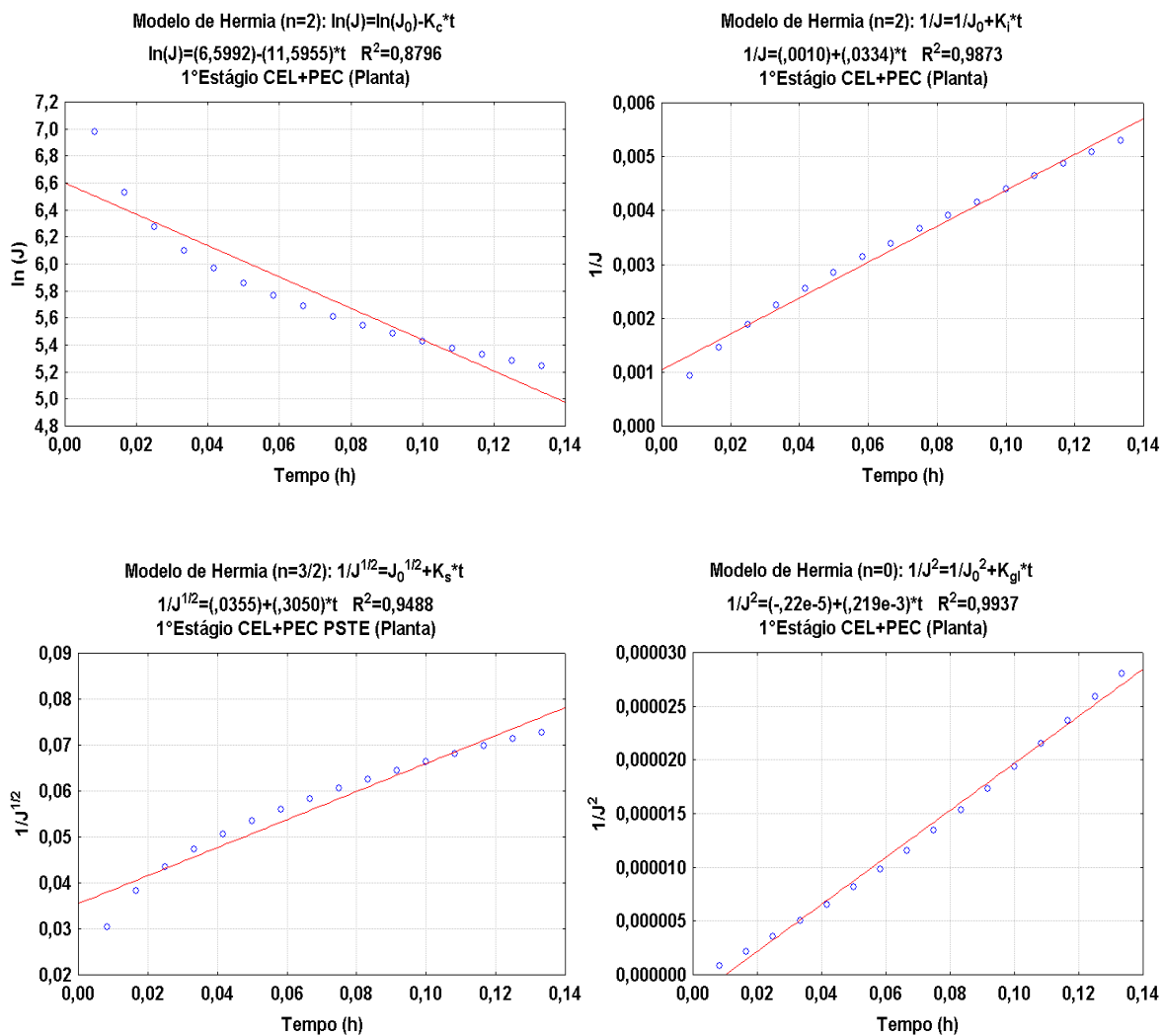


Figura 9.47: Ajuste dos dados experimentais para o 1º estágio de declínio do fluxo de permeado ao modelo de Hermia para suco tratado com celulase e pectinase.

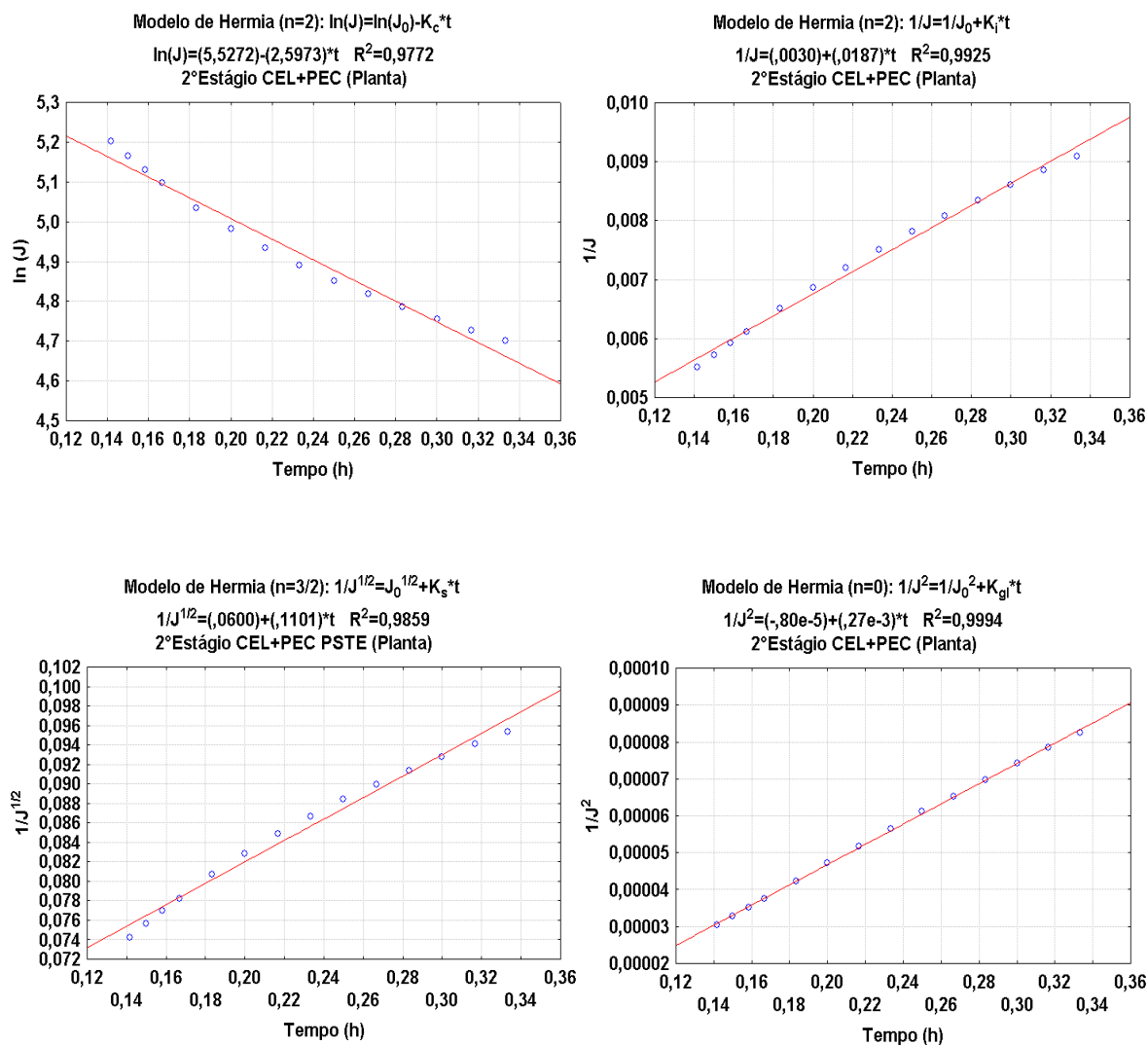


Figura 9.48: Ajuste dos dados experimentais para o 2º estágio de declínio do fluxo de permeado ao modelo de Hermia para suco tratado com celulase e pectinase.

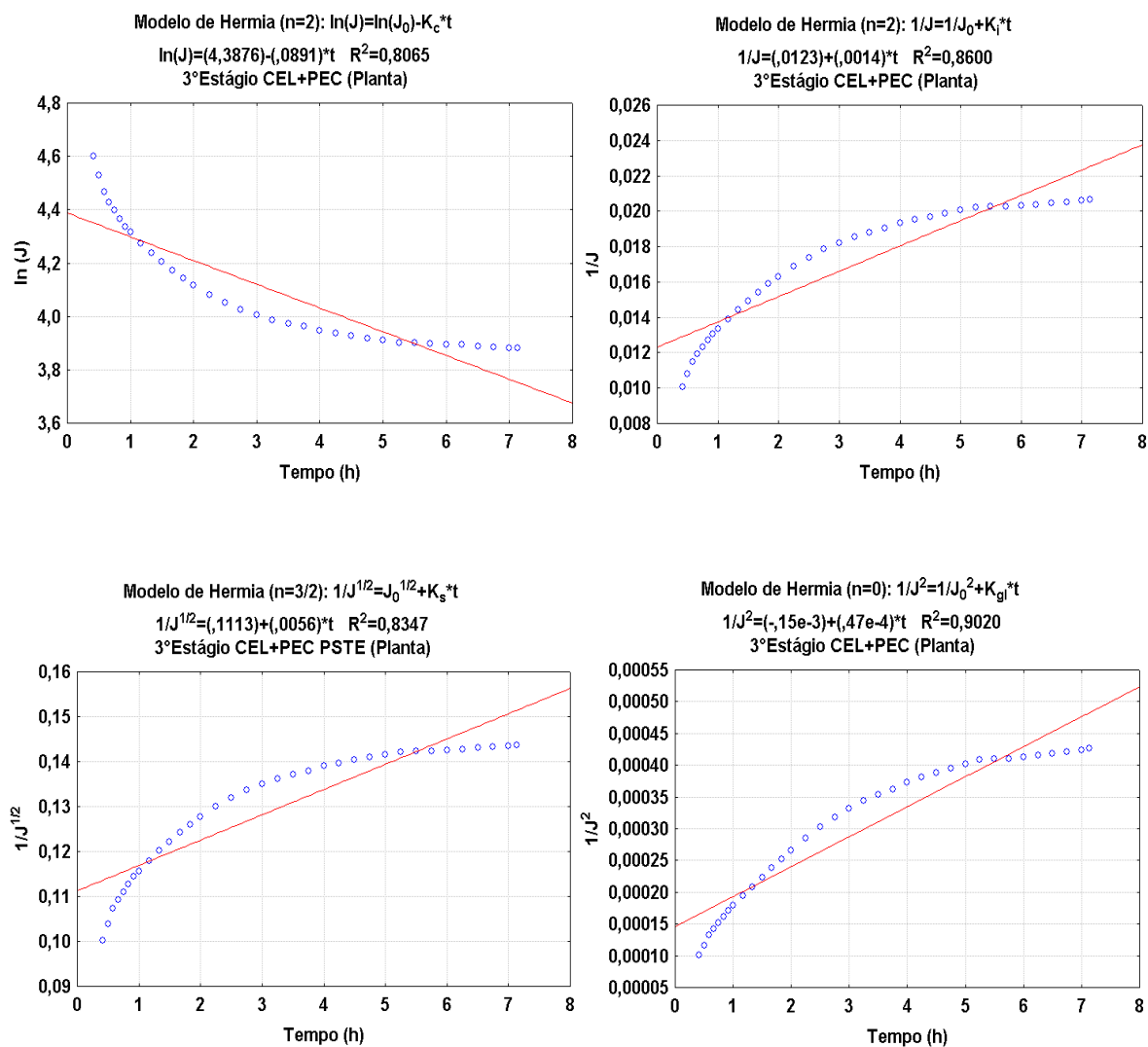


Figura 9.49: Ajuste dos dados experimentais para o 3º estágio de declínio do fluxo de permeado ao modelo de Hermia para suco tratado com celulase e pectinase.