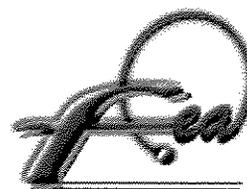




**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS**



**Ultrafiltração do Soro de Queijo Minas Frescal
Pré-tratado e Microfiltrado :
Efeitos da vazão volumétrica e da pressão transmembrana
no fluxo de permeado**

PARECER

Este exemplar corresponde à redação final da tese defendida por **Patrícia Cecília Araújo Farro** aprovada pela Comissão Julgadora em 17 de março de 2003.

Campinas, 17 de março de 2003.

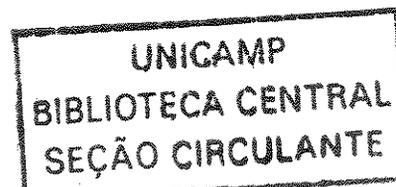
Prof. Dr. Luiz Antonio Viotto
Presidente da Banca

Patricia Cecilia Araujo Farro
Engenheira Química
Universidad Nacional "Pedro Ruiz Gallo"
CHICLAYO - PERÚ

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, 2003



UNIDADE	BE
Nº CHAMADA	UNICAMP
	F249u
V	EX
TOMBO BCI	54523
PROC.	16.124103
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	R\$11,00
DATA	02/10/03
Nº CPD	

CM001B6559-3

BIB ID 295265

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

F249u Farro, Patricia Cecilia Araujo
Ultrafiltração do soro de queijo minas frescal pré-tratado e microfiltrado: efeitos da vazão volumétrica e da pressão transmembrana / Patricia Cecília Araújo Farro. – Campinas, SP: [s.n.], 2003.

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

1.Soro. 2.Ultrafiltração. 3.*Pré-tratamentos.
4.*Microfiltração. 5.*Concentrado Protéico de soro. I.Viotto, Luiz Antonio. II.Universidade Estadual de Campinas.Faculdade de Engenharia de Alimentos. III.Título.

BANCA EXAMINADORA



**Prof. Dr. Luiz Antonio Viotto
(Orientador)**



**Profa. Dra. Leila Peres
(Membro)**



**Prof. Dr. Fernando Cabral
(Membro)**

**Prof. Dr. Ranulfo Monte Alegre
(Suplente)**

Campinas, 2003

*A Deus, quem permite aos homens conhecer
os enigmas da sua criação.*

*Aos meus queridos pais, Abel e Maria ,
e aos meus irmãos, Maribel, Max, Abel e Jorge,
às minhas irmãs que a vida me deu,
minhas amigas, Lyssa e Guadalupe, pelo amor,
ensinamentos e apoio em todos os momentos.*

*À família Sakanaka, à família Ohata, à família Ho,
meu carinho, amizade e consideração !*

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, *Prof. Dr. Luiz Antonio Viotto* pela oportunidade de trabalhar nesta maravilhosa área de membranas, por compartilhar seus conhecimentos, pela orientação, pela liberdade e confiança no desenvolvimento do projeto.

À minha família, aos meus pais *Abel Araújo* e *Maria Basília Farro Arboleda*, pelo amor, pela confiança, apoio e compreensão! Aos meus queridos tios *José Chuñe* e *Griselda Farro* por estar sempre ao meu lado em cada uma de minhas loucuras. À minha outra família aqui em Brasil, os *Sakanakas*, ao *Sr. Paulo*, à sua esposa *Sra. Muriel* e filhas *Sandra*, *Tania*, e *Lyssa*, por fazerem com que me sinta acompanhada, obrigada pelos bons momentos.

À família *Ho Dejo*, a *Sra Consuelo*, a *Lily* e a *Karin*, *salud* pela nossa amizade. À amiga *Guadalupe Tirado Vasquez*, pelas palavras de incentivo, pelo apoio moral, pela enorme confiança! Obrigada!!!!!!..... Aos amigos, que fizeram parte do meu dia a dia, *Sueli Marie Ohata*, obrigada, pelos conselhos, pela sua amizade, ao *Robson*, pelo apoio e pelos auxílios de informática, e a *Felix Martin Carbajal Gamarra*, pelos momentos de descontração e alegria!

Ao pessoal do laboratório de leite e derivados de tecnologia de alimentos da DTA – FEA; a *Leila*, a *Patrícia* e aos estagiários *Dalila* e *Dalmo*, obrigada pela força! À *Profa. Dra. Walkiria H. Viotto*, ao *Prof. Dr. Salvador Massaguer Roig* e à *Profa. Dra. Mirna L. Gigante* por permitirem o uso das instalações do laboratório.

A todos os bibliotecários e estagiários da biblioteca da FEA-UNICAMP, obrigada *Marlene*, *Geraldo*, *Claudia*, *Creusa*, e ao pessoal da Comissão de Pós-Graduação, em especial ao meu caro “colega”, *Cosme*, pela ajuda preciosa e a sempre boa disposição em atender-nos! Meu agradecimento especial ao *Mauro Brasileiro*, pelo auxílio na impressão da dissertação!

Ao CNPq, pela bolsa concedida através do convênio bilateral Peru-Brasil de apoio à formação de pesquisadores em países da América Latina.

SUMÁRIO

Índice de Figuras	<i>xv</i>
Índice de Tabelas	<i>xxxi</i>
Nomenclatura	<i>xxxvii</i>
RESUMO	<i>xxxix</i>
ABSTRACT	<i>xli</i>
1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS	3
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
3.1. SORO	5
3.1.1. Tipos de Soro	5
3.1.2. Composição do Soro.....	7
3.2. CONCENTRADOS PROTEICOS DE SORO.....	9
3.3. PROCESSOS POR MEMBRANA E APLICAÇÕES NA INDÚSTRIA DE LATICÍNIOS.....	10
3.3.1. Fenômenos envolvidos no processo	14
3.3.2. Parâmetros operacionais dos processos por membrana.....	16
3.3.3. Parâmetros Importantes para a Análise do Desempenho e Eficiência dos Processos de Membrana.....	17
3.3.3.1. Fator de concentração	17
3.3.3.2. Fluxo de Permeado.....	18
3.3.3.3. Coeficiente de Retenção.....	18
3.3.3.4. Rendimento.....	18
3.3.3.5. Porcentagem de variação do componente (%V).....	19
3.3.3.6. Pressão transmembrana.....	19
3.4. MICROFILTRAÇÃO.....	19
3.4.1. Aplicações.....	20
3.4.1.1. Remoção de bactérias.....	20
3.4.1.2. Fracionamento de proteínas.....	21
3.4.1.3. Remoção de gordura residual.....	21

3.5. ULTRAFILTRAÇÃO	22
3.6. PRÉ-TRATAMENTOS NO PROCESSAMENTO DE SORO.....	24
3.6.1. Efeito da temperatura no tratamento térmico de soro	25
3.6.2. O efeito do nível de pH e a influência dos sais de cálcio.....	26
3.7. MODELOS MATEMÁTICOS	27
4. MATERIAIS E MÉTODOS	31
4.1. OBTENÇÃO DE SORO	31
4.2. PRÉ-TRATAMENTO DO SORO.....	35
4.3. PRODUÇÃO DE CONCENTRADO PROTEICO DE SORO (CPS) POR ULTRAFILTRAÇÃO.....	39
4.3.1. Equipamento de Processo.....	39
4.3.1.1. Unidade de Micro filtração e Ultrafiltração.....	39
4.3.2. Limpeza de membranas.....	41
4.4. ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS.....	43
4.4.1. Nitrogênio total.....	43
4.4.2. Nitrogênio não protéico.....	43
4.4.3. Proteína bruta.....	43
4.4.4. Proteína Total.....	43
4.4.5. Sólidos Totais.....	43
4.4.6. Cinzas.....	43
4.4.7. Gordura.....	44
4.4.8. pH e acidez Dornic.....	44
4.4.9. Lactose.....	44
4.5. EQUIPAMENTOS DE LABORATÓRIO PARA AS ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS.....	44
4.6. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL.....	45
4.7. ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS.....	46
4.7.1. Variáveis Dependentes.....	46
4.8. MODELOS MATEMÁTICOS.....	48
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	49
5.1. Composição Química.....	49
5.1.1. Leite cru.....	49

5.1.2. Soro de queijo Minas Frescal.....	49
5.1.3.Soro de queijo Minas Frescal pré-tratado: efeito do ajuste de pH tratamento térmico.....	50
5.1.4. Soro de queijo Minas Frescal pré-tratado: Efeito da Microfiltração	51
5.1.5. Concentração das proteínas do soro por ultrafiltração	57
5.2. Avaliação do desempenho da membrana de UF.....	59
5.2.1. Retenção e Rendimento Protéico.....	59
5.2.2. Variação da relação Pt/ Lact.....	59
5.3. Fluxo de permeado de MF	63
5.4. Fluxo de permeado de UF	65
5.4.1. Influência os parâmetros operacionais	65
5.4.2. Ajuste aos modelos matemáticos.....	70
6. CONCLUSÕES	79
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	81
ANEXOS	93
ANEXO I .- Parte experimental : Microfiltração	95
ANEXO II .- Parte experimental : Ultrafiltração	111
ANEXO III .- Composição química de alimentação, permeado e retentado em base seca para MF e UF	127
ANEXO IV.- Ajuste dos dados experimentais de concentração por UF aos modelos matemáticos de Kuo e Cheryan (1983) e Wu <i>et al.</i> (1991) e os respectivos gráficos dos resíduos	137

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 3.1	Tamanho relativo dos constituintes de leite e processo de leite e processo de filtração por membrana para efeito de separação	13
Figura 3.2	Declínio de fluxo com o tempo. Estágio I: Polarização da concentração; Estágio II: formação da camada de “fouling”; Estágio III: Consolidação da camada de “fouling”	14
Figura 4.1	Fluxograma de processamento para fabricação de queijo Minas Frescal, tendo como subproduto o soro	33
Figura 4.2	Fluxograma de processamento de soro aplicando pré-tratamentos; ajuste de pH, tratamento térmico e microfiltração seguido de ultrafiltração	37
Figura 4.3	Esquema de planta piloto de MF e UF.....	39
Figura 4.4	Foto ilustrativa da unidade de MF e UF. O módulo da membrana de microfiltração aparece em destaque	41
Figura 5.1	Composição em base seca, da alimentação, permeado e retentado após a microfiltração realizada até Fc igual a 11,5, à temperatura de 50° C, vazão volumétrica de 4,3 m ³ /h e pressão transmembrana de 0,5 bar	55
Figura 5.2	Composição em base seca, da alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração, até Fc igual a 15 e temperatura de 50° C; para cada condição, de acordo com o planejamento experimental	59
Figura 5.3	Curvas de fluxo de permeado de soro pré-tratado em função do tempo, durante a microfiltração, até Fc igual a 11,5, à temperatura de 50° C e para uma vazão de 4,3 m ³ /h e pressão transmembrana de 0,5 bar	65
Figura 5.4	Curvas de fluxo de permeado de soro (permeado de microfiltração) em função do tempo, durante a ultrafiltração, até Fc igual a 15, a temperatura de 50°C, para as diversas condições do planejamento experimental	67
Figura 5.5	Experimento 6: Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) (—) para as condições : vazão de 2,7 m ³ / h, e pressão transmembrana de 1,4 bar	73

Figura 5.6	Experimento 6: Gráfico dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 2,7 m ³ / h, e pressão transmembrana de 1,4 bar 75	75
Figura 5.7	Experimento 6: Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Wu et al.(1991) (--) para as condições : vazão de 2,7 m ³ / h, e pressão transmembrana de 1,4 bar 75	75
Figura 5.8	Experimento 6: Gráfico dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Wu et al.(1991) para as condições : vazão de 2,7 m ³ / h, e pressão transmembrana de 1,4 bar 77	77

ANEXOS

Figura AI.1	Curva de fluxo de permeado para soro de queijo Minas Frescal, microfiltrado a uma vazão de 4,28 m ³ /h, pressão transmembrana de 0,5bar (Experimento I) 96	96
Figura AI. 2	Curva de fluxo de permeado para soro de queijo Minas Frescal, microfiltrado a uma vazão de 4,28 m ³ /h, pressão transmembrana de 0,5bar (Experimento 2) 98	98
Figura AI. 3	Curva de fluxo de permeado para soro de queijo Minas Frescal, microfiltrado a uma vazão de 4,28 m ³ /h, pressão transmembrana de 0,5bar (Experimento 3) 100	100
Figura AI. 4	Curva de fluxo de permeado para soro de queijo Minas Frescal, microfiltrado a uma vazão de 4,28 m ³ /h, pressão transmembrana de 0,5bar (Experimento 4) 102	102
Figura AI. 5	Curva de fluxo de permeado para soro de queijo Minas Frescal, microfiltrado a uma vazão de 4,28 m ³ /h, pressão transmembrana de 0,5bar (Experimento 5) 104	104
Figura AI. 6	Curva de fluxo de permeado para soro de queijo Minas Frescal, microfiltrado a uma vazão de 4,28 m ³ /h, pressão transmembrana de 0,5bar (Experimento 6) 106	106
Figura AI. 7	Curva de fluxo de permeado para soro de queijo Minas Frescal, microfiltrado a uma vazão de 4,28 m ³ /h, pressão transmembrana de 0,5bar (Experimento 7) 108	108
Figura AI. 8	Curva de fluxo de permeado para soro de queijo Minas Frescal, em função do tempo durante a microfiltração, até Fc igual a 11,5, a temperatura de 50°C para uma vazão de 4,3 m ³ /h, pressão transmembrana de 0,5bar 109	109

Figura AII. 1	Experimento 1: Curva de fluxo de permeado para soro de queijo Minas Frescal após pré-tratamentos (ajuste de pH a 7,3, tratamento térmico a 55°C por 15 min e microfiltração), em função do tempo durante a ultrafiltração, até Fc igual a 15, a temperatura de 50°C para uma vazão de 3,6 m ³ /h, pressão transmembrana de 0,7bar	112
Figura AII. 2	Experimento 2: Curva de fluxo de permeado para soro de queijo Minas Frescal após pré-tratamentos (ajuste de pH a 7,3, tratamento térmico a 55°C por 15 min e microfiltração), em função do tempo durante a ultrafiltração, até Fc igual a 15, a temperatura de 50°C para uma vazão de 1,8 m ³ /h, pressão transmembrana de 0,7bar	114
Figura AII. 3	Experimento 3: Curva de fluxo de permeado para soro de queijo Minas Frescal após pré-tratamentos (ajuste de pH a 7,3, tratamento térmico a 55°C por 15 min e microfiltração), em função do tempo durante a ultrafiltração, até Fc igual a 15, a temperatura de 50°C para uma vazão de 3,6 m ³ /h, pressão transmembrana de 2,0bar	116
Figura AII. 4	Experimento 4: Curva de fluxo de permeado para soro de queijo Minas Frescal após pré-tratamentos (ajuste de pH a 7,3, tratamento térmico a 55°C por 15 min e microfiltração), em função do tempo durante a ultrafiltração, até Fc igual a 15, a temperatura de 50°C para uma vazão de 1,8 m ³ /h, pressão transmembrana de 2,0bar	118
Figura AII. 5	Experimento 5: Curva de fluxo de permeado para soro de queijo Minas Frescal após pré-tratamentos (ajuste de pH a 7,3, tratamento térmico a 55°C por 15 min e microfiltração), em função do tempo durante a ultrafiltração, até Fc igual a 15, a temperatura de 50°C para uma vazão de 2,7m ³ /h, pressão transmembrana de 1,4bar	120
Figura AII. 6	Experimento 6: Curva de fluxo de permeado para soro de queijo Minas Frescal após pré-tratamentos (ajuste de pH a 7,3, tratamento térmico a 55°C por 15 min e microfiltração), em função do tempo durante a ultrafiltração, até Fc igual a 15, a temperatura de 50°C para uma vazão de 2,7m ³ /h, pressão transmembrana de 1,4bar	122

Figura AII. 7	Experimento 7: Curva de fluxo de permeado para soro de queijo Minas Frescal após pré-tratamentos (ajuste de pH a 7,3, tratamento térmico a 55°C por 15 min e microfiltração), em função do tempo durante a ultrafiltração, até Fc igual a 15, a temperatura de 50°C para uma vazão de 2,7m ³ /h, pressão transmembrana de 1,4bar	124
Figura AII. 8	Curvas de fluxo de permeado para soro de queijo Minas Frescal após pré-tratamentos (ajuste de pH a 7,3, tratamento térmico a 55°C por 15 min e microfiltração), em função do tempo durante a ultrafiltração, até Fc igual a 15, a temperatura de 50°C para as condições do planejamento experimental.	125
Figura AIII. 1	Composição em base seca de alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 3,6 m ³ /h, e pressão transmembrana de 0,7 bar	129
Figura AIII. 2	Composição em base seca de alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 1,8 m ³ /h, e pressão transmembrana de 0,7 bar	129
Figura AIII. 3	Composição em base seca de alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 3,6 m ³ /h, e pressão transmembrana de 2,0 bar.....	131
Figura AIII. 4	Composição em base seca de alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 1,8 m ³ /h, e pressão transmembrana de 2,0 bar	131
Figura AIII. 5	Composição em base seca de alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 2,7 m ³ /h, e pressão transmembrana de 1,4 bar	133
Figura AIII. 6	Composição em base seca de alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 2,7 m ³ /h, e pressão transmembrana de 1,4 bar	133
Figura AIII. 7	Composição em base seca de alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 2,7 m ³ /h, e pressão transmembrana de 1,4 bar	135

Figura AIII. 8	Composição em base seca de alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para as condições de planejamento experimental	135
Figura AIV. 1	Experimento 1 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) (--) para as condições : vazão de 3,6 m ³ /h, e pressão transmembrana de 0,7 bar	137
Figura AIV. 2	Experimento 1 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 3,6 m ³ /h, e pressão transmembrana de 0,7 bar	137
Figura AIV. 3	Experimento 1 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Wu et al.(1991) (--) para as condições : vazão de 3,6 m ³ /h, e pressão transmembrana de 0,7 bar	139
Figura AIV. 4	Experimento 1 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Wu et al.(1991) para as condições : vazão de 3,6 m ³ /h, e pressão transmembrana de 0,7 bar	139
Figura AIV. 5	Experimento 2 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) (--) para as condições : vazão de 1,8 m ³ /h, e pressão transmembrana de 0,7 bar	141
Figura AIV. 6	Experimento 2 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 1,8 m ³ /h, e pressão transmembrana de 0,7 bar	141
Figura AIV. 7	Experimento 2 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Wu et al.(1991) (--) para as condições : vazão de 1,8 m ³ /h, e pressão transmembrana de 0,7 bar	143
Figura AIV. 8	Experimento 2 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Wu et al.(1991) para as condições : vazão de 1,8 m ³ /h, e pressão transmembrana de 0,7 bar	143

Figura AIV. 9	Experimento 3 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) (--) para as condições : vazão de 3,6 m ³ /h, e pressão transmembrana de 2,0 bar	145
Figura AIV. 10	Experimento 3 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 3,6 m ³ /h, e pressão transmembrana de 2,0 bar	145
Figura AIV. 11	Experimento 3 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Wu et al.(1991) (--) para as condições : vazão de 3,6 m ³ /h, e pressão transmembrana de 2,0 bar	147
Figura AIV. 12	Experimento 3 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Wu et al.(1991) para as condições : vazão de 3,6 m ³ /h, e pressão transmembrana de 2,0 bar	147
Figura AIV. 13	Experimento 4 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 1,8m ³ /h, e pressão transmembrana de 2,0 bar	149
Figura AIV. 14	Experimento 4 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 1,8 m ³ /h, e pressão transmembrana de 2,0 bar	149
Figura AIV. 15	Experimento 4 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Wu et al.(1991) (--) para as condições : vazão de 1,8 m ³ /h, e pressão transmembrana de 2,0 bar	151
Figura AIV. 16	Experimento 4 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Wu et al.(1991) para as condições : vazão de 1,8 m ³ /h, e pressão transmembrana de 2,0 bar	151

Figura AIV. 17	Experimento 5 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 2,7 m ³ /h, e pressão transmembrana de 1,4 bar	153
Figura AIV. 18	Experimento 5 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 2,7 m ³ /h, e pressão transmembrana de 1,4 bar	153
Figura AIV. 19	Experimento 5 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) (--) para as condições : vazão de 2,7 m ³ /h, e pressão transmembrana de 1,4 bar	155
Figura AIV. 20	Experimento 5 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) para as condições : vazão de 2,7 m ³ /h, e pressão transmembrana de 1,4 bar	155
Figura AIV. 21	Experimento 6 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 2,7 m ³ /h, e pressão transmembrana de 1,4 bar	157
Figura AIV. 22	Experimento 6 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 2,7 m ³ /h, e pressão transmembrana de 1,4 bar	157
Figura AIV. 23	Experimento 6 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) (--) para as condições : vazão de 2,7 m ³ /h, e pressão transmembrana de 1,4 bar	159
Figura AIV. 24	Experimento 6 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) para as condições : vazão de 2,7 m ³ /h, e pressão transmembrana de 1,4 bar	159
Figura AIV. 25	Experimento 7 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 2,7 m ³ /h, e pressão transmembrana de 1,4 bar	159

Figura AIV. 26	Experimento 7 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 2,7 m ³ /h, e pressão transmembrana de 1,4 bar	161
Figura AIV. 27	Experimento 7 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) (--) para as condições : vazão de 2,7 m ³ /h, e pressão transmembrana de 1,4 bar	161
Figura AIV. 28	Experimento 7 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) para as condições : vazão de 2,7 m ³ /h, e pressão transmembrana de 1,4 bar	163

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 3.1	Valores de pH e acidez titulável de vários tipos de soro	6
Tabela 3.2	Composição típica de sólidos de soro de queijo de diferentes produções de queijo	7
Tabela 3.3	Propriedades de diferentes proteínas de soro no leite	8
Tabela 3.4	Principais vantagens e desvantagens da Ultrafiltração	23
Tabela 3.5	Principais modelos matemáticos que descrevem o “fouling”	28
Tabela 4.1	Variáveis independentes e níveis usados no estudo	45
Tabela 4.2	Planejamento fatorial 2 ² para os níveis de pressão transmembrana (bar) e vazão (m ³ /h)	45
Tabela 5.1	Composição centesimal do leite cru usado para obtenção do soro	49
Tabela 5.2	Composição centesimal do soro obtido do processamento de queijo Minas Frescal	50
Tabela 5.3	Composição centesimal do soro submetido ajuste de pH a 7,3 seguido de tratamento térmico de 55°C por 15 minutos, como pré-tratamento	51
Tabela 5.4	Composição centesimal da alimentação, retentado e permeado da etapa de microfiltração sob condições de vazão de 4,3 m ³ /h e pressão transmembrana de 0,5 bar até Fc igual a 11,5	53
Tabela 5.5	Composição centesimal de permeado de soro pré-tratado microfiltrado	55
Tabela 5.6	Composição centesimal da alimentação, retentado e permeado da etapa de ultrafiltração a diversas condições de operacionais e a Fc=15	58
Tabela 5.7	Valores dos coeficientes de retenção (CR), retenção protéica (RT) e rendimento protéico (Re) das corridas experimentais de ultrafiltração	61
Tabela 5.8	Resultados estatísticos obtidos para a Vazão volumétrica, pressão transmembrana e a interação entre esses efeitos sobre o rendimento protéico da UF	61

Tabela 5.9	Porcentagem da variação Pt/Lact a FC 15 em relação alimentação em função da vazão volumétrica e da pressão transmembrana	62
Tabela 5.10	Resultados estatísticos obtidos para a vazão volumétrica, pressão transmembrana e da interação entre esses efeitos sobre porcentagem de variação Pt/Lact a FC 15	63
Tabela 5.11	Valores de fluxo de permeado utilizados como resposta para análise dos efeitos das variáveis independentes (pressão transmembrana e vazão volumétrica da alimentação)	67
Tabela 5.12	Dados estatísticos obtidos para a vazão volumétrica, pressão transmembrana e da interação entre esses efeitos sobre o fluxo de permeado global	69
Tabela 5.13	Valores dos coeficientes dos modelos matemáticos determinados através do ajuste dos dados das corridas experimentais	71
Tabela 5.14	Coeficientes de regressão (R^2) dos modelos matemáticos de Kuo&Cheryan (1983) e de Wu et al. (1991)	71
ANEXO I		
Tabela AI.1	Experimento N° 1 : Dados coletados durante a etapa de microfiltração	95
Tabela AI.2	Experimento N° 2 : Dados coletados durante a etapa de microfiltração	97
Tabela AI.3	Experimento N° 3 : Dados coletados durante a etapa de microfiltração	99
Tabela AI.4	Experimento N° 4 : Dados coletados durante a etapa de microfiltração	101
Tabela AI.5	Experimento N° 5 : Dados coletados durante a etapa de microfiltração	103
Tabela AI.6	Experimento N° 6 : Dados coletados durante a etapa de microfiltração	105
Tabela AI.7	Experimento N° 7 : Dados coletados durante a etapa de microfiltração	107

ANEXO II

Tabela AII.1	Experimento N° 1 : Dados coletados durante a etapa de ultrafiltração	111
Tabela AII.2	Experimento N° 2 : Dados coletados durante a etapa de ultrafiltração	113
Tabela AII.3	Experimento N° 3 : Dados coletados durante a etapa de ultrafiltração	115
Tabela AII.4	Experimento N° 4 : Dados coletados durante a etapa de ultrafiltração	117
Tabela AII.5	Experimento N° 5 : Dados coletados durante a etapa de ultrafiltração	119
Tabela AII.6	Experimento N° 6 : Dados coletados durante a etapa de ultrafiltração	121
Tabela AII.7	Experimento N° 7 : Dados coletados durante a etapa de ultrafiltração	123

ANEXO III

Tabela AIII.1	Composição química em base seca, da alimentação, permeado e retentado após a microfiltração realizada até Fc igual a 11,5, à temperatura de 50 °C, vazão volumétrica de 4,3 m ³ /h e pressão transmembrana de 0,5 bar	127
Tabela AIII.2	Composição química em base seca, da alimentação, permeado e retentado após a ultrafiltração realizada até Fc igual a 15, à temperatura de 50 °C, para às condições do planejamento experimental	128

NOMENCLATURA

CR	= coeficiente de retenção	
J	= fluxo de permeado global.....	(Kg/h.m ²)
J _p	= fluxo de permeado.....	(Kg/h.m ²)
J _t	= fluxo de permeado em função do tempo.....	(Kg/h.m ²)
J ₀	= fluxo de permeado no instante t=0	(Kg/h.m ²)
J _{calc}	= fluxo de permeado calculado.....	(Kg/h.m ²)
P	= pressão transmembrana.....	(bar)
p	= parâmetro de significância do planejamento experimental.....	(%)
V	= vazão volumétrica do fluido.....	(m ³ /h)
R	= regressão lineal	
R ²	= coeficiente de correlação	
Re	= Rendimento protéico	
T	= tempo.....	(min)
YP	= % do componente Y no permeado	
Y _r	= % do componente Y no retentado	

Sigla

ALIM	= Alimentação
BS	= base seca
C	= cinzas
CMC	= carboximetilcelulose
CPS	= concentrados protéicos de soro
Da	= Daltons
FC	= fator de concentração
L	= litros
Lact	= lactose
MF	= micro filtração
MWCO	= Massa molecular de corte
NT	= nitrogênio total
N	= numero de pontos experimentais
NF	= nanofiltração
NNP	= nitrogênio não protéico
OR	= osmose reversa
Pt/Lact	= proteína total/lactose
PS	= polissulfona
Pt	= proteína total
PM	= peso molecular
ST	= sólidos totais
UF	= ultrafiltração

RESUMO

Estudos de pré-tratamentos do soro que melhorem a taxa de permeação em processos por membranas de ultrafiltração (UF) são importantes para a viabilização econômica da produção de concentrados protéicos de soro (CPS). Além disso, os pré-tratamentos também podem ser utilizados no melhoramento das propriedades funcionais das proteínas do soro. No entanto, este processo de concentração apresenta uma dificuldade natural durante a UF do soro conhecido como “fouling”, ou entupimento das membranas, a qual constitui o principal problema do uso desta tecnologia nas indústrias de laticínios; uma vez que causa uma alta redução no fluxo de permeado. O objetivo deste trabalho foi estudar o efeito de pré-tratamentos do soro; microfiltração, ajuste de pH e tratamento térmico, bem como a influência dos parâmetros operacionais de vazão volumétrica e pressão transmembrana no fluxo do permeado durante a ultrafiltração. Amostras de alimentação, do retentado e do permeado das etapas de microfiltração e ultrafiltração foram tomadas para análise de composição química (conteúdo protéico, gordura, nitrogênio total e cinzas).

O soro, obtido da produção de queijo Minas Frescal, foi submetido a dois tipos de pré-tratamentos; ajuste do pH 7,3 antes do tratamento térmico a 55°C por 15 minutos, seguido de microfiltração numa membrana cerâmica (alumina), com diâmetro médio de poro de 1,4 μm e área de permeação de 0,24 m^2 , em condições operacionais fixas de 4,3 m^3/h de vazão volumétrica, pressão transmembrana de 0,5 bar e temperatura operacional constante de 50°C. O permeado da microfiltração foi ultrafiltrado em uma membrana de polisulfona, tipo Fibra Oca da *Koch Membrane*, com massa molecular de corte de 10000 Da, área de permeação de 1,3 m^2 . A temperatura desta etapa foi fixada em 50°C, variando-se a pressão transmembrana de 0,5 a 2 bar e a vazão volumétrica de 1,8 a 3,6 m^3/h até fator de concentração (FC) 15, resultando em concentrados protéicos de soro (CPS) com cerca de 70% de proteína total, em base seca.

Foi possível verificar, através da análise estatística, os efeitos significativos da pressão transmembrana e da vazão volumétrica sobre o fluxo de permeado nas faixas estudadas. O fluxo médio máximo de 53,77 $\text{kg}/\text{m}^2.\text{h}$ foi obtido a uma vazão de 3,6 m^3/h a 2 bar de pressão. O efeito das variáveis independentes não foi significativo no rendimento protéico que assumiu valores de 0,98 e 0,99, demonstrando que este valor é característico da interação entre a membrana e produto, e não depende dos parâmetros do processo. Foi possível verificar ainda que, com o aumento da vazão volumétrica e da alta pressão

transmembrana nas faixas estudadas, houve um aumento da relação entre proteína e lactose (Pt/Lact) a FC 15 em relação à alimentação; sendo que a 3,6m³/h e pressão transmembrana de 2 bar, a relação Pt/Lact assumiu o mais alto valor (3610,89). O modelo de Kuo & Cheryan (1983) para as condições de pressão transmembrana de 0,7-2 bar, vazão volumétrica de 1,8-3,6 m³/h e a temperatura de 50° C apresentou melhor concordância com os dados experimentais do que o modelo de Wu *et al.* (1991).

Palavras-chaves : soro, ultrafiltração, microfiltração, concentrados protéicos de soro (CPS).

ABSTRACT

Pre-treatments of whey to improve the permeate flux in ultrafiltration (UF) membrane processes are important for economic viability of whey protein concentrate (WPC) production. Moreover, pre-treatments can also be used to improve functional properties of whey proteins. Nevertheless, membrane fouling is the main technological problem concerned to dairy industries due to the permeate flux reduction during UF process. The goal of this work was to study the influence of pre-treatments like microfiltration (MF), pH adjustment and heat treatment, as well as operational parameters like volumetric flow and transmembrane pressure on ultrafiltration permeate flux. Samples of feed, retentate and permeate at CF 11,5 and 15 were analyzed for chemical composition (protein content, lipids, total nitrogen and ash), on MF and UF steps, respectively.

Sweet whey from Minas Frescal cheese was submitted at two pre-treatments: a combination of pH adjustment and heat treatment followed by microfiltration. Initially, pH was adjusted to 7,3 and heated at 55°C for 15 minutes. After it, the whey was microfiltered in a ceramic membrane (Alumina), with an average diameter pore of 1,4 μm and permeation area of 0,24 m^2 . The volumetric flow was maintained constant at 4,3 m^3/h , transmembrane pressure at 0,5 bar and temperature at 50°C. The permeate of MF step was then ultrafiltered in a polissulfone membrane Hollow Fiber (Koch Membrane), MW 10kDa, with 1,3 m^2 of permeation effective area at constant temperature at 50°C. The transmembrane pressure varied between 0,5 and 2 bars and flow from 1,8 to 3,6 m^3/h until a concentration factor (CF) of 15. The WPC produced contain about 70% of total protein, in dry basis.

It was observed, by statistical analysis, that transmembrane pressure and volumetric flow had a significant effect on permeate flux in the range value of parameters studied. Maximum flux (53,77 $\text{Kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$) was found with volumetric flow of 3,6 m^3/h and 2 bars of pressure. Protein yield (with values between 0,98 and 0,99) was not significantly affected by these parameters, which demonstrate that the interaction between the membrane and the product does not depend of there parameters. It was also observed that, with the increase of volumetric flow and the transmembrane pressure resulted, an increase in the percentage of variation of relation protein and lactose (Pt/Lact) at CF 15 relatively the feed. The maximum value (3610,89%) was obtained at the same condition of the best permate flux

Kuo & Cheryan (1983) model showed better agreement to experimental data than Wu *et al.* (1991) model, for all combinations of transmembrane pressure and volumetric flow at temperature of 50° C.

Palavras-chaves : whey, ultrafiltration, microfiltration, whey protein concentrate (WPC).

1. INTRODUÇÃO

O Brasil é o sexto maior produtor de leite do mundo e apresenta, para este importante produto, uma taxa anual de crescimento da produção leiteira ao redor de 4%, representando um valor superior ao de todos os países que ocupam os primeiros lugares (IDF, 2001). De acordo com Viotto & Roig (1994), cerca de 35% da produção leiteira brasileira é destinada à fabricação de queijo, e apresenta uma taxa média significativa de crescimento – em contínua ascensão - de 4,6 % ao ano, superior ao da própria produção leiteira.

Um dos principais problemas associados à produção de queijo é a geração do subproduto denominado soro de queijo, que apresenta elevado poder poluente devido à presença de proteínas, gordura, lactose e sais minerais (Khamrui *et al*, 2001). Sua demanda biológica de oxigênio varia de 30.000 a 50.000 mg de oxigênio por litro de soro, valor aproximadamente 100 vezes maior ao do esgoto doméstico. Assim sendo, uma fábrica, com produção média de 10.000 litros de soro ao dia, provoca a mesma carga poluente de uma população de 5.000 habitantes (Knipschildt & Andersen 1994). Portanto, o volume de soro produzido é elevado, e seu tratamento é dispendioso. Por isso, para as empresas brasileiras, independentemente do seu porte, o descarte total do soro representa uma grave agressão ambiental ou, quando feito o seu adequado tratamento para posterior descarga do efluente tratado implica num custo muito alto.

Em média, para a fabricação de um quilo de queijo são necessários 10 litros de leite, levando à produção de 8 a 9 litros de soro. Considerando-se que a produção de queijo no Brasil está em torno de 450 mil toneladas/ano, esta quantidade corresponde a 4.050.000 toneladas de soro de queijo. Descartar este volume de soro sem um tratamento eficiente não é só um crime previsto por lei, mas também significa rejeitar um alimento de alto valor nutricional. As proteínas de soro possuem um dos mais altos índices de valor biológico em comparação com outras fontes de proteínas. Desse modo, é urgente a viabilização de unidades industriais destinadas à produção de produtos ricos em proteínas de soro, aliviando, consideravelmente, o custo do tratamento (Santos & Ferreira, 2001; Richards, 1997).

A introdução das tecnologias com membrana viabilizou comercialmente a produção de concentrados protéicos de soro principalmente na Europa e nos Estados Unidos. Devido ao elevado teor de água presente em sua composição (aproximadamente 93 a 94%) e uma pequena quantidade de sólidos, a ultrafiltração (UF) é um processo adequado para obtenção de diferentes produtos de soro, permitindo a separação e concentração das proteínas sem precipitação. Este processo tem a vantagem de diminuir consideravelmente os gastos de energia para eliminar esta grande quantidade de água existente no soro. O custo da produção dos concentrados fica, então, muito dependente do fluxo de permeado e do rendimento protéico no processo de UF.

Várias técnicas têm sido desenvolvidas com o objetivo de melhorar o fluxo de permeado das membranas de UF. Uma das mais exploradas é o uso de pré-tratamentos do soro: clarificação por microfiltração (MF), tratamento térmico, ajuste de pH, desmineralização de cálcio, adição de agentes seqüestrantes de cálcio, pré-concentração de soro, tratamento com enzimas proteolíticas ou o uso de carboximetilcelulose (CMC) (Pouliot & Jelen, 1995). Pode ser utilizada ainda uma combinação de alguns destes tratamentos entre si, ou um tratamento composto de várias etapas. Além de melhorar o fluxo de permeado das membranas, os pré-tratamentos também podem ser utilizados no melhoramento das propriedades funcionais da proteína de soro de queijo (Fachin, 1999).

Hoje em dia, no Brasil, a adesão ao processamento de soro de queijo seja por evaporação ou separação com membranas se limita à instalação e funcionamento de poucas plantas industriais que produzem soro em pó, e que não cobrem a demanda interna deste produto como insumo industrial. A indústria de alimentos recorre à importação de concentrado protéico de soro, o que leva a uma redução das divisas do país, e ao aumento de custos dos produtos para o consumidor final (FI,2002). O estímulo à instalação de plantas industriais adequadas ao uso dos soros de queijos típicos do Brasil pode resultar em vantagens econômicas e ambientais de significativa proporção para o país.

2. OBJETIVOS

Analisar o efeito dos parâmetros operacionais, pressão transmembrana e da vazão volumétrica da UF com membrana polisulfona (tipo fibra oca - 10000 Da) no fluxo de permeado de soro de queijo Minas Frescal, submetido a ajuste de pH, tratamento térmico e prévia microfiltração, com membrana cerâmica de 1,4 μm . Nesse sentido, constituem objetivos do trabalho :

- Avaliar o desempenho da membrana cerâmica de alumina na microfiltração em relação à redução de teor de gordura em soro pré-tratado; e a influência deste pré-tratamento no desempenho da UF e no CPS final obtido.
- Avaliar o desempenho da membrana de ultrafiltração no que diz respeito à separação dos componentes do soro e a variação de composição destes no permeado e retentado, assim como o desempenho da membrana em relação ao fluxo de permeado.
- Analisar a concordância dos dados experimentais com os modelos matemáticos de Kuo e Cheryan (1983) e de Wu *et. al* (1991)

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 SORO

O Soro é a fase aquosa, opaca e de coloração verde amarelada, obtido durante a produção de queijo ou de caseína, resultante da coagulação do leite por ácido ou enzimas proteolíticas (Scott, 1989). Sua composição varia substancialmente dependendo da variedade de queijo ou caseína produzidos (Zadow, 1994).

De acordo com Anon (1975), Jelen & Lutz (1998) e Yamauchi *et al.*(1980), o soro é uma fonte econômica de proteína que oferece uma série de benefícios funcionais em inúmeras aplicações alimentícias (solubilidade, viscosidade, emulsificação, gelificação, entre outros). O uso destas proteínas como ingrediente em alimentos funcionais lácteos e não lácteos está aumentando progressivamente, uma vez que, aproximadamente 20% do total das proteínas do soro, apresentam funcionalidades biológicas; quantidade elevada quando comparada com outras fontes de proteína e, sendo que o teor de aminoácidos essenciais corresponde a 60% do valor protéico total do soro.

Do volume total de soro de queijo produzido, boa parte é utilizada para a alimentação humana. Nos Estados Unidos, cerca de 50% do soro é utilizado para este fim, enquanto que na Europa, esse valor cai para 25%. No caso do Brasil, onde há resistências quanto ao seu uso, a presença do soro em certos produtos está associada à adulteração ou, muitas vezes, destina-se apenas à alimentação animal. O pior destino que se pode dar a esse produto é o seu descarte em lagoas e rios, pois trata-se de um dos dejetos industriais que promovem o desenvolvimento de biomassa nos depósitos naturais de água, causando o esgotamento de oxigênio dissolvido, com conseqüente desastre ecológico (FI South America, 2002).

3.1.1 Tipos de Soro

O soro é um produto de composição química definida, cujas concentrações de seus diversos componentes variam consideravelmente de acordo com o produto (queijo ou caseína) do qual é derivado, bem como do seu processo de obtenção. Diferentes tipos de queijos produzem diferentes tipos de soro, sendo que o tipo de coagulação do leite leva a esta distinção (Knipschildt & Andersen, 1994).

Dependendo do tipo de queijo que está sendo fabricado, existem dois tipos básicos de soro. O soro de coagulação enzimática proveniente da produção do queijo tipo duro, semiduro e suave, também chamado de soro doce, apresenta um pH na faixa de 5,3 a 6,6. Este soro provém da fabricação de queijo tipo *cheddar*, suíço, mussarela e tipos similares; e contém menor teor de ácido láctico (acidez titulável máxima de 0,16%), maior porcentual de lactose e menor teor de cálcio em comparação ao soro ácido. O segundo tipo de soro, obtido de coagulação ácida, é denominado soro ácido e tem pH entre 4,4 e 5,3, e provém, principalmente, da fabricação de queijos tipo *cottage* e *ricotta* (Scott, 1989), ou do processo industrial de obtenção de caseína.

A Tabela 3.1 apresenta o pH de vários tipos de queijos e a acidez titulável para seus respectivos soros, onde observam-se variações nas faixas de pH desde 4,0 a 4,4 até 6,5 a 6,6; enquanto que a acidez titulável varia de 0,07 a 0,70 % de ácido láctico.

Tabela 3.1. Valores de pH e acidez titulável de vários tipos de soro.

	pH	Acidez titulável
Queijos típicos de coagulação enzimática		
Edam	6,5-6,6	0,09
Gouda	6,5-6,6	0,10-0,12
Tilsit	6,5	-
Gruyere	6,5	0,07
Mozarella	6,3	0,11
Emmental	6,2-6,5	-
Camembert	5,8-6,0	0,18-0,25
Cheddar	5,7-6,3	0,15-0,19
Danbo	5,3	-
Queijos frescos de tipo ácido		
Ricotta (baseado em leite integral)	5,3	0,14
Ricotta (baseado em soro)	5,3	-
Cottage	4,5-4,6	0,50-0,55
Cream – Neufchatel	4,5	0,60
Quarg	4,5	0,70
Caseínas		
Coagulação enzimática	6,5	0,10
Ácido láctico	4,5	0,64
Ácido clorídrico ou sulfúrico	4,0-4,4	-

Fonte : Zadow J.G. 1994.

3.1.2 Composição do Soro

O soro contém quase metade dos nutrientes originais do leite, sendo rico em componentes não caseicos do leite, tais como proteínas do soro, vitaminas hidrossolúveis, minerais e lactose, porém, não contém quantidades significativas de lipídios ou vitaminas lipossolúveis (Scott, 1989).

A Tabela 3.2 apresenta a composição percentual dos sólidos presentes no soro de alguns queijos típicos de países com tradição na produção dos mesmos. Observa-se que os valores para lactose, por exemplo, variaram de 67,5 a 76,8 %, enquanto que o teor de proteínas situou-se na faixa de 10,9 a 13,8 %. Os demais componentes também demonstraram significativa amplitude de variação.

Tabela 3.2. Composição típica de sólidos de soros de diferentes tipos de queijo.

	Brasil ^c		Países Baixos ^a				Estados Unidos ^b	
	Minas Frescal		Cheddar	Gouda	Edam	Global	Soro doce	Soro ácido
Concentração(%)	Leite Cru	Soro						
Sólidos totais	11,91	6,72	6,69	6,57	6,61	6,61	6,88	6,48
Proteína total	2,96	0,91	0,91	0,88	0,92	0,90	0,88	0,76
NNP(%)	0,032	0,040	-	-	-	-	-	-
Acidez (° Dornic)	17,1	11,5	-	-	-	-	-	-
Lactose ^d	-	-	4,76	4,69	4,77	4,73	4,88	4,86
Lípido de leite	0,71	0,36	0,33	0,26	0,34	0,30	0,36	0,09
Cinzas	6,65	0,52	0,54	0,52	0,53	0,53	0,53	0,61
Concentração								
(mg / 100 g)								
Cálcio	-	43,2	45	42	42	43	47	103
Magnésio	-	-	9	9	9	9	8	10
Fósforo	-	39,4	-	-	-	-	46	78
Sódio	-	-	45	44	44	44	54	48
Potássio	-	-	164	160	161	161	161	143
Cloreto	-	-	111	107	107	109	-	-
Citrato	-	-	191	183	187	186	-	-
Lactato	-	-	83	30	23	45	-	-
pH	6,65	6,49	6,20	6,40	6,40	6,35	-	-
Densidade	-	-	1,0252	1,0244	1,0251	1,0248	-	-

FONTE : MODLER WAYNE H. 2000

^aOlling&Luin, *The Composition of cheese whey in Friesland. Neth Milk DairyJ.* 42 (1988)485-498 / ^bSoro é desnatado (citado pela fonte) / ^c Adaptado de (Viotto, 1993) / ^d Lactose reportado em base seca (dados originalmente reportados em forma monohidratada). (citado pela fonte)

É importante mencionar que a Tabela 3.2 apresenta também os valores da composição média de leite cru utilizado na fabricação de queijo tipo Minas Frescal, que é um queijo tipicamente brasileiro, de textura suave e de baixo teor de gordura. A tabela mostra ainda a composição do soro obtido depois da peneiragem em malha fina (Viotto & Roig, 1994). As informações relativas aos diversos tipos de soros produzidos no Brasil ainda são escassas na literatura.

Na Tabela 3.3 observam-se as várias proteínas contidas no soro e as suas respectivas porcentagens, conteúdo no leite, massa molar e outras propriedades físicas. Nesta tabela pode-se observar ainda o efeito do aquecimento na ordem de precipitação das proteínas de soro mais importantes: as α -Lactoalbumina, β -Lactoglobulina, imunoglobulinas e albumina do soro, de acordo com as respectivas temperaturas de desnaturação (63, 74, 79 e 87 °C).

Tabela 3.3. Propriedades de diferentes proteínas de soro no leite.

Proteína	total de proteína de soro	Conteúdo em leite desnatado	Massa molar	Ponto Isoiônico	Nº de grupos sulfidrilas	Nº de grupos disulfeto	Temperatura de Desnaturação
	%	(g/L)	(g/gmol)				(°C)
β - Lactoglobulina	51	3,3	18.205-18.363	5,14-5,41	1	2	74
α - Lactoalbumina	11	0,7	14.147-14.175	4,8	Nenhum	4	63
Albumina de soro	5	0,3	66.267	4,71 e 4,84	1	17	87
Proteose-peptona	20	1,0	4.100-40.800				Resistente ao aquecimento
Proteínas biologicamente ativas	13	(mg/L)					
• Imunoglobulinas		700	153.000-901.000			15 ou mais	79
• Lactoferrina		100	80.000	9,5			-
• Lactoperoxidase		30	78.000	7,7-9,6			-
• Lisozima		0,13	15.000	10,5-11,0			-

Fonte: MODLER, 2000.

3.2 CONCENTRADO PROTÉICO DE SORO (CPS)

De acordo com Morr (1985), concentrados protéicos de soro (CPS) são obtidos a partir do soro pelo processo de ultrafiltração ou de outros processos de recuperação que envolve condições de baixas temperaturas para minimizar a desnaturação protéica. O soro é comumente processado por ultrafiltração obtendo-se de 50 a 75%, em base seca, de proteína no retentado, que é posteriormente liofilizado. A maioria dos concentrados protéicos de soro vendido comercialmente apresenta entre 30 e 50% de desnaturação protéica.

Concentrados protéicos de soro e produtos de soro modificados são usados para melhorar o conteúdo protéico em alimentos infantis, e como ingredientes funcionais, de uso diversificado na indústria de alimentos, como formador de espuma e estabilizante de merengues, como emulsificante de gorduras, para ligação com água e gelificação de produtos de carnes processados, diminuir a solubilidade das proteínas a pH baixos, como sucos de frutas e bebidas, como suplemento nutricional, e, também, em especial, em produtos farmacêuticos e dietéticos, sendo que atualmente se estuda a sua utilização em formulações de agentes antitumorais. Lactoalbuminas e co-precipitados (produtos obtidos de leite desnatado sob condições de aquecimento drástico que favorecem desnaturação de proteína do soro e interação com mistelas de caseína) são geralmente usados em massas, laticínios e produtos de confeitaria. Leite desnatado em pó e produtos de soro em pó são usados como ingredientes funcionais de produtos cujo alto conteúdo de lactose e minerais não apresentam sérios problemas, como é o caso de produtos lácteos, cereais matinais, misturas para sopa, misturas prontas para bolo e produtos cárneos, onde os requerimentos funcionais incluem emulsificação, ligação com água e gordura, desenvolvimento de cor e aroma por reação de Maillard, viscosidade, gelatinização e propriedades nutricionais. (Delaney, 1976; Khamrui *et al.* 2001; Morr, 1985; USDEC, 1997).

De acordo com Harper (1984) e Huffman (1996), os concentrados protéicos de soro melhoram a textura e realçam o sabor e a cor dos produtos, apresentam capacidade emulsificante e estabilizante, melhoram a dispersabilidade em misturas secas, ao mesmo tempo em que atuam como agente antiaglutinante, ampliam a vida de prateleira e possuem ainda uma série de outras propriedades que aumentam a qualidade final dos produtos alimentícios.

As diferenças na matéria-prima, bem como as diferenças nos sistemas de processamento, podem dar origem a variações nas propriedades funcionais e nutricionais do soro. Por isso são possíveis a fabricação de diferentes produtos de soro com teores variáveis de proteínas, gorduras, minerais e lactose e com propriedades funcionais diferenciadas.

Com base nestas características, os produtos de soro podem ser classificados em sete categorias básicas (Scott, 1989): Soro doce em pó, Soro ácido em pó, Soro com teor de lactose reduzido, Soro desmineralizado, Concentrado de proteínas de soro (Whey Protein Concentrate – WPC; as normas americanas definem como produtos com teor de proteína não inferior a 25% em relação à massa), Isolados de proteína de soro (Whey Protein Isolate - WPI) e Lactose (que hidrolisada, se converte em glicose e galactose) .

3.3 PROCESSOS POR MEMBRANA E APLICAÇÕES NA INDÚSTRIA DE LATICÍNIOS

A filtração é definida como a separação de um ou mais componentes de um fluido (Cheryan, 1986). Na filtração convencional, o fluido, líquido ou gasoso, escoam perpendicularmente através da membrana filtrante, fazendo com que os solutos se depositem sobre a sua superfície, sendo necessária a interrupção do processo para a limpeza e/ou substituição da membrana. Nesse caso, existem somente duas correntes, a de entrada e a de saída. Os sistemas de filtração tangencial, por outro lado, são mais eficientes, pois o escoamento do fluido é paralelo à área da membrana, o que, a altas velocidades, possibilita o arraste dos solutos que tendem a se acumular sobre a sua superfície, porém esse arraste não evita a formação da camada de polarização da concentração (Paulson *et.al*, 1984).

Na filtração tangencial, a corrente de entrada é separada em duas correntes de saída, conhecidas como permeado e retentado, sem que ocorra mudança de fase. O permeado corresponde à fração que atravessa a membrana semipermeável, e o retentado é a fração enriquecida como os solutos ou sólidos suspensos que não atravessam a membrana (Paulson *et.al*, 1984).

Geralmente, a separação de partículas maiores que 10 µm é realizada por filtração convencional, enquanto partículas menores são separadas por filtração tangencial. Os processos de osmose reversa retêm todos os componentes exceto o solvente (água), enquanto a

ultrafiltração retém macromoléculas ou partículas maiores que 0,002 a 0,2 μm (ou 500 a 300.000 Daltons) Tendo em vista estas características, pode-se dizer que a osmose reversa é essencialmente um processo de concentração, enquanto a microfiltração e a ultrafiltração constituem processos de fracionamento. Os principais atrativos para o uso da filtração tangencial em relação aos métodos convencionais de fracionamento são: menor consumo de energia, maior eficiência na separação, instalações compactas, e melhor qualidade do produto final (Ostergaard, 1989).

O papel fundamental de uma membrana é atuar como barreira seletiva, permitindo a passagem de certos componentes e retendo outros componentes de uma mistura. A seletividade da membrana está relacionada às dimensões da molécula ou partícula e ao tamanho do poro, assim como à difusividade do soluto na matriz e às cargas elétricas associadas (Cheryan, 1998).

O poro de uma membrana é normalmente referido na literatura e, especialmente, pelos fabricantes, através da *massa molecular de corte*, que designa a massa molecular do menor componente que será retido com uma eficiência de 95%. Em geral, quando se trata da separação de macromoléculas, a unidade mais utilizada para a massa molecular de corte é o Dalton. Já o poro de membranas de microfiltração, que costuma ser maior que das membranas de ultrafiltração, é preferencialmente dado pelo diâmetro médio de poro, em μm (Modler, 2000)

A tecnologia de membrana oferece inúmeras vantagens na indústria de laticínios, tais como: tratamento brando a baixas temperaturas (45–55°C), resultando num aumento da qualidade do produto em comparação com outras técnicas que utilizam tratamentos térmicos mais severos; propriedades únicas de separação, fracionamento e concentração; dessalinização e purificação de frações de componentes de diversos tamanhos moleculares e cargas químicas com atividades biológicas de interesse, sem alterar as características funcionais dos alimentos líquidos como leite ou soro; baixo consumo de energia, incrementando a eficiência, além de simplificar o “*Lay out*” de uma planta industrial (Glover & Grandison, 1994; Gun Tragardh, 1995; Rautenbach & Albrecht, 1989; Rosenberg, 1995).

As membranas sintéticas comerciais são produzidas a partir de duas classes distintas de material: os polímeros, constituídos de material orgânico; e os inorgânicos, como metais e

materiais cerâmicos. De acordo com a evolução tecnológica, as membranas podem ser classificadas em três classes distintas.

- **Primeira Geração:** Feitas essencialmente de acetato de celulose, foram originalmente desenvolvidas para a dessalinização da água do mar. Essa primeira geração de membranas apresenta limites de trabalho em relação ao pH (3 – 8) e temperatura (50°C), além da sensibilidade a microrganismos e desinfetantes. Isso impõe severas restrições às operações de limpeza e sanitização, fundamentais na área de alimentos (Cheryan, 1998).

- **Segunda Geração:** Constituídas por polímeros sintéticos, principalmente derivados de polissulfona ou poliolefinas, as membranas da segunda geração apresentam maior resistência à ação de ácidos e bases fortes. Além disso, toleram maiores limites de temperatura (80°C) e pH (2 a 12). As principais desvantagens das membranas poliméricas são a baixa resistência a desinfetantes clorados e à compactação mecânica (Petrus, 1997; Glover & Grandison, 1994).

- **Terceira Geração:** São constituídas de materiais cerâmicos à base de óxido de zircônio ou alumina depositados sobre um suporte de grafite; e foram desenvolvidas tanto para ultrafiltração como para microfiltração. Os limites de temperatura são maiores (acima de 400°C), pressões (20 bar), e apresenta tolerância em toda faixa de pH (0-14). Além disso, são quimicamente inertes e possuem alta resistência mecânica.

Em relação à estrutura dos materiais das membranas, estas podem ser homogêneas, assimétricas ou compostas; densas ou porosas. Também podem ser classificadas em relação à sua conformação como tubulares, planas, espirais e fibras ocas ou tubos capilares. Cada uma delas apresenta vantagens e desvantagens em relação ao desempenho, custos de investimento e operacionais, volume morto e eficiência de limpeza. (Cheryan 1998). Das membranas utilizadas em ultrafiltração, os modelos de fibras paralelas ou também chamadas de “Hollow Fiber”, têm um baixo custo de investimento, sua substituição é fácil e a área de membrana por unidade de volume é grande (Modler, 2000).

No sentido de uma melhor visualização entre os constituintes do leite e suas respectivas massas moleculares, ou tamanho da partícula, e o processo de membrana mais apropriado para a sua separação, tem-se, na Figura 3.1, a correlação entre o processo de separação por membrana para cada constituinte. Assim, os principais processos por membrana são: microfiltração (MF), Ultrafiltração (UF), Nanofiltração (NF), e Osmose Reversa (OR), que apresentam, nesta seqüência, a diminuição do poro e, respectivamente, o aumento da pressão transmembrana (Ostergaard, 1989).

Tamanho de partícula	0,0001	0,001	0,01	0,1	1	10	100
Massa Molecular (Da)	100,0000	1,0000	10,0000	100,0000	500,0000		
Característica de partícula	ionico	molecular	macromolecular		celular + micropartículas		
Componentes do sistema leite	ions		Proteínas de soro		Glóbulos de gordura		moldes de levedura
			fosfatos coloidais				
	sais		miscelas de caseína		bactéria		
	lactose/derivados	vitaminas	agregados de proteína de soro, finos de queijo				
Dimensões do filtro		UF poro		Espessura da membrana		Espessura da capa de suporte	
Processo de separação	OR	UF			Filtração tradicional		
		NF		MF			

Fonte : (Modler, 2000)

Figura 3.1. Tamanho relativo dos constituintes de leite e processo de filtração por membrana para efeito de separação.

3.3.1 Fenômenos envolvidos no processo

Em todos os processos de separação por membranas comandadas por diferenciais de pressão, observa-se um declínio progressivo no fluxo de permeado com o tempo, à pressão constante. Esse declínio é atribuído à associação entre três fenômenos distintos e interligados que limitam o transporte do solvente: a polarização da concentração, a formação de uma camada de “*fouling*” e a consolidação dessa camada. A Figura 3.2 ilustra estes diferentes estágios.

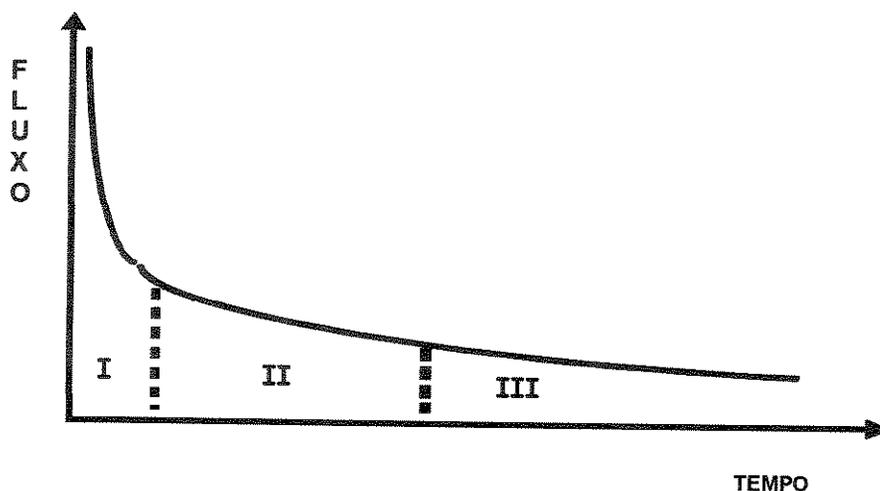


Figura 3.2 Declínio do fluxo com o tempo. Estágio I: Polarização da concentração; Estágio II: Formação da camada de “*fouling*”; Estágio III: Consolidação da camada de “*fouling*”.

Segundo Marshall & Daufin (1995), no início do processo (estágio I), a queda brusca do fluxo deve-se, basicamente, à polarização da concentração, isto é, ao desenvolvimento de um gradiente de concentração dos solutos na interface membrana/solução. Esse fenômeno é função das condições hidrodinâmicas de escoamento do fluido de alimentação, e normalmente independe das propriedades físicas da membrana. A formação da zona de polarização não pode ser evitada, mas seu efeito na redução do fluxo pode ser minimizado pelo aumento da velocidade de escoamento.

No segundo estágio, o declínio do fluxo continua, devido ao efeito conhecido como “*fouling*”. Marshall & Daufin (1995) descreveram o “*fouling*” como o acúmulo de matérias depositadas na membrana durante a fase de polarização da concentração, que, inicialmente,

causa um aumento na concentração dos solutos na superfície da membrana. A queda do fluxo devido ao “*fouling*” é geralmente inevitável, sendo necessário interromper o processo para proceder a limpeza com agentes químicos.

Na etapa final do processo, o fluxo declina lentamente, devido à deposição e acúmulo de partículas na superfície da membrana e à cristalização ou precipitação de soluto muito pequenos (normalmente solúveis) sobre a superfície e interior dos poros, o que causa a incrustação da membrana e a conseqüente consolidação do “*fouling*”. De acordo a Cheryan (1986), o tipo e a extensão da incrustação dependem da natureza química da membrana, dos solutos, e das interações soluto-membrana.

Em se tratando de produtos lácteos, o “*fouling*” é um fenômeno muito complexo, em virtude da contribuição de diferentes componentes do leite. O consenso geral é que as propriedades da camada de “*fouling*” determinam o comportamento da membrana. De acordo com Marshal & Daufin (1995), além da precipitação dos sais de cálcio no interior dos poros da membrana, o cálcio também influencia o “*fouling*” das proteínas, tanto por interações proteína-proteína, como através de interações proteína-membrana. No processamento de leite ou soro, o “*fouling*” é constituído pela acumulação de fios de caseína, complexo lipoproteico, precipitado mineral, e proteínas de soro desnaturadas. Quase todos os constituintes do soro podem ser responsáveis, em alguma extensão, pelo “*fouling*” da membrana durante a ultrafiltração (UF). A literatura menciona proteínas, lipídeos, sais de cálcio e microrganismos.

Em nível industrial, o “*fouling*” pode influenciar significativamente a produtividade do processo e, em última análise, os custos operacionais, em função da formação de depósitos de difícil remoção (que acabam por reduzir a eficiência do fluxo de processo), de danos permanentes causados à membrana e da necessidade de limpezas freqüentes (Pouliot & Jelen, 1995). Assim sendo, quaisquer iniciativas visando minimizar o “*fouling*” são interessantes, não só do ponto de vista prático e imediato (aumento do fluxo de permeado), mas também ao longo prazo (aumento de vida útil da membrana). As alternativas para a redução do “*fouling*” são variadas, incluindo alterações no *design* das membranas, emprego de pré-tratamentos e ajuste das condições de operação. Numa revisão sobre o assunto, Pouliot & Jelen (1995) descrevem os principais pré-tratamentos realizados em produtos lácteos com o objetivo de minimizar o “*fouling*”. Entre eles, pode-se citar o uso de pré-filtração, centrifugação, aquecimento e tratamentos químicos. Segundo Marshall & Daufin (1995), o uso de pré-

tratamentos que provoquem a agregação de proteínas e minerais aumentam o fluxo de membranas de ultrafiltração, devido ao aumento de permeabilidade da camada de “*fouling*”. No caso de membranas de microfiltração (MF), por outro lado, ocorre o oposto: a presença de agregados estimula o bloqueio dos poros.

O “*fouling*” é função também das variáveis operacionais utilizadas no processo. Assim sendo, este fenômeno pode ser controlado através do ajuste de parâmetros operacionais (velocidade tangencial, pressão, entre outros) em tempo real, isto é, durante a operação das instalações (Van Boxtel & Daufin, 1995).

3.3.2 Parâmetros operacionais dos processos por membrana

Os principais parâmetros operacionais que afetam o fluxo de permeado na microfiltração, ultrafiltração, nanofiltração e osmose reversa são: pressão, concentração da alimentação, temperatura e velocidade tangencial.

Nesses processos, a diferença de pressão é a força motriz responsável pela separação. A baixas pressões, baixas concentrações e alta velocidade do fluido, isto é, sob condições onde os efeitos da concentração polarizada são mínimos, o aumento da pressão provoca um aumento no fluxo. Nas condições de concentração polarizada, o fluxo independe da pressão, sendo controlado apenas pela eficiência em minimizar a espessura da camada secundária e pela velocidade de arraste das moléculas polarizadas (Cheryan, 1998).

A altas pressões, o fluxo não é afetado pelo aumento da pressão, ficando aproximadamente constante. Este fluxo constante é denominado fluxo limite (Marshall & Daufin, 1995), e aumenta com o aumento da velocidade tangencial. De acordo com Gessan *et al.* (1999), o fluxo limite depende das condições hidrodinâmicas do escoamento. Kuo & Cheyran (1983) afirmam que, quando a pressão transmembrana é muito alta, a taxa de deposição é muito maior que a taxa de remoção, o que causa rápida redução no fluxo devido ao “*fouling*”.

Segundo Cheryan (1986), o aumento da concentração de sólidos na solução de alimentação causa um aumento na sua viscosidade e densidade, o que resulta na diminuição da difusividade do soluto. Assim, à medida que o fator de concentração aumenta, o fluxo tende a diminuir. A relação entre o fluxo de permeado e o logaritmo do fator de concentração é

geralmente linear; e teoricamente, o fluxo será zero quando a concentração da alimentação for igual à concentração da camada de gel formada durante o processo (Cheryan, 1986).

Em geral, temperaturas mais altas aumentam o fluxo de permeado, devido à redução da viscosidade do fluido, ao aumento da velocidade de difusão e à modificação das interações membrana-solução (Renner & Salam, 1991). Do ponto de vista do fluxo, é desejável trabalhar com a maior temperatura possível, respeitando os limites de estabilidade da membrana e do produto. Para produtos lácteos e derivados, temperaturas menores que 45°C não são recomendáveis devido ao risco de crescimento microbiano, enquanto temperaturas maiores que 60°C causam desnaturação protéica. Assim, a faixa de 50 – 55°C tem sido a mais utilizada, representando um compromisso entre o alto fluxo e preservação das propriedades do produto (Viotto, 1993).

O aumento da velocidade tangencial aumenta a vazão, e, conseqüentemente, a taxa de permeação, pois provoca maior turbulência do fluido próximo à superfície da membrana, arrastando os sólidos acumulados e, dessa forma, reduzindo a espessura da camada limite e os efeitos da polarização da concentração (Lewis, 1996).

3.3.3 Parâmetros Importantes para a Análise do Desempenho e Eficiência dos Processos de Membrana

3.3.3.1. Fator de Concentração (FC) : A extensão de um processo de ultrafiltração é medido, geralmente, pelo fator de concentração (Lewis, 1982):

$$FC = \frac{V_A}{V_R} \quad (3.1)$$

Onde, Fc: Fator de concentração,

V_A: Volume do fluido na alimentação (L),

V_R: Volume de retentado (L) .

Na ultrafiltração de leite e soro de queijo, fatores de concentração de 4 a 20, respectivamente, são os valores mais tipicamente usados. Outros termos são “fator de redução volumétrico” e “recuperação”, sendo este último termo não recomendado por ser freqüentemente confundido com rendimento.

3.3.3.2. Fluxo de Permeado (F) : é a quantidade obtida de permeado em Kg, por m² de membrana, por hora (Kg/h.m²).

$$F = \frac{\Delta m}{\Delta t \cdot A_p} \quad (3.2)$$

Onde, Δm : variação de massa acumulada no tempo t (Kg),

Δt : variação de tempo acumulado (horas),

A_p : área total de permeação da membrana (m²).

3.3.3.3. Coeficiente de retenção do componente (C_R) : fornece uma medida quantitativa da capacidade da membrana em reter um componente, sob determinadas condições de operação. É dado em porcentagem, definida pela FIL-IDF (1962) como coeficiente de retenção (C_R) de uma substância :

$$C_R = 1 - \frac{Y_P}{Y_R} \quad (3.3)$$

Onde, C_R = coeficiente de retenção,

Y_P = Porcentagem do componente Y no permeado,

Y_R = Porcentagem do componente Y no retentado.

3.3.3.4. Rendimento (R_e) : O coeficiente de retenção de uma substância também pode ser usado para se determinar o rendimento (R_e) de um componente. Este parâmetro representa a fração do componente original que é recuperado no concentrado final. Para o processo de concentração de proteína, é necessário maximizar o rendimento. Num processo de ultrafiltração por batelada, o rendimento (R_e) de um componente é dado por Lewis (1982).

$$R_e = F_C^{C_R - 1} \quad (3.4)$$

Onde, F_C = representa o fator de concentração,

C_R = coeficiente de retenção de um componente pela membrana no FC.

3.3.3.5. Porcentagem de variação do componente (%V) : A relação entre a diferença de porcentagem de um dado componente do retentado, num dado FC, e a porcentagem deste componente na alimentação é definido como a porcentagem de variação do componente durante a concentração. Em termos de equação geral tem-se :

$$\%V = \left(\frac{\%Y_{Fc} - \%Y_{ALIM}}{\%Y_{ALIM}} \right) * 100 \quad (3.5)$$

Onde, $\%Y_{Fc}$ = Porcentagem do componente Y num dado FC,

$\%Y_{ALIM}$ = Porcentagem do componente Y na alimentação.

Segundo a equação anterior, a porcentagem de variação da relação Pt/Lact é dada por:

$$\%variação = \frac{(Pt/Lact)_{Fc} - (Pt/Lact)_{Alim}}{(Pt/Lact)_{Alim}} . 100 \quad (3.6)$$

Onde , $\%V$ = porcentagem da variação do componente,

$(Pt/Lact)_{Fc}$ = Relação Proteína total sobre lactose no retentado até um FC dado,

$(Pt/Lact)_{ALIM}$ = Relação Proteína total sobre lactose no retentado na alimentação.

3.3.3.6. Pressão transmembrana (P_t): é a diferença de pressão entre o lado do retentado e o lado do permeado, que normalmente está a pressão atmosférica. Na prática, é considerada como a pressão média entre a pressão de entrada e a pressão de saída do retentado na membrana (Cheryan, 1986).

3.4 MICROFILTRAÇÃO

A Microfiltração é geralmente utilizada para separar partículas em suspensão num meio líquido, e é, freqüentemente, considerada uma alternativa à filtração convencional ou à centrifugação (Lewis, 1996).

De acordo com Kessler (1997), as características essenciais para a obtenção de altas taxas de permeação com mínimo “fouling” em sistemas de microfiltração são: temperatura na

faixa de 50-55°C, velocidades tangenciais elevadas e baixas diferenças de pressão, que não devem exceder 0,6 – 1 bar ao longo da membrana. O tamanho de poro das membranas de microfiltração varia numa faixa de 0,025- 1,4 µm (Cheryan, 1998).

3.4.1. Aplicações

Na indústria de laticínios, a microfiltração é aplicada principalmente para remoção de bactérias, desnate de soro e enriquecimento de leite com caseína micelar para a produção de queijos, concentração de fosfocaseinato de cálcio e separação de caseínas individuais. No entanto, várias outras aplicações têm sido investigadas, incluindo separação seletiva de células somáticas do leite integral, concentração e fracionamento de proteínas do soro e do leite, produção de isolados de soro e separação de gordura do leite (Le Berre & Daufing, 1998; Maubois, 1997).

3.4.1.1. Remoção de Bactérias

O uso da microfiltração para a redução de microrganismos é descrito por Kelly & Tuohy (1997). Segundo os autores, esta técnica pode ser aplicada com diferentes finalidades, como aumento de vida de prateleira e da qualidade do leite, produção de queijos com menor risco de estufamento, e desnate de soro, ou concentrado protéico de soro, com remoção simultânea de bactérias. De acordo com Jost & Jelen (1997), membranas minerais com poros da ordem de 0,1-1,0 µm removem efetivamente a gordura residual e as bactérias do soro. A microfiltração de leite desnatado a 50°C, usando membranas de 1,4 µm, resulta em valores de retenção de bactérias da ordem de 99,1 a 99,9%. A retenção de células somáticas, por outro lado, é considerada igual a 100% quando se utilizam membranas de 1µm, uma vez que o diâmetro mínimo dessas células é igual a 10 µm (Penderson, 1992).

Olesen & Jensen (1989), utilizando membranas cerâmicas de 1,4 µm e a técnica de pressão transmembrana uniforme para a microfiltração do leite desnatado, obtiveram redução de 99,99% no total de bactérias, e de 99,98% no conteúdo de esporos de *Bacillus cereus*.

3.4.1.2. Fracionamento de Proteínas

Em relação aos processos tradicionais, o uso de membranas apresenta a vantagem de garantir a obtenção das proteínas na sua forma nativa, já que não há necessidade do uso de produtos químicos ou altas temperaturas (Viotto, 1997). Em combinação com outras técnicas (filtração por membranas, métodos enzimáticos ou cromatografia), a microfiltração do leite desnatado permite isolar e purificar caseínas, assim como bioativar derivados de peptídeos que encontram aplicações em indústrias farmacêuticas (Maubois & Ollivier, 1992).

Samuelsson *et al.* (1997) estudaram o fracionamento de proteínas de soro e caseínas de leite desnatado, utilizando membranas cerâmicas de 0,14 μm . Os resultados mostraram que a retenção de proteínas de soro independe da pressão transmembrana na faixa de 10 – 190 kPa, para uma velocidade tangencial de 8 m/s e temperatura de 55°C.

Viotto (1997) desenvolveu um método alternativo para obtenção de caseínas e proteínas de soro na sua forma nativa, combinando micro e ultrafiltração e denominado de processo cascata. A microfiltração, conduzida com membranas de 0,8 μm , foi usada para obter um leite com reduzido teor de gordura. Este leite foi então submetido à ultrafiltração e diafiltração com membrana de 0,05 μm para obtenção de caseína. Finalmente, o permeado deste processo foi novamente ultrafiltrado e diafiltrado, com membrana de 0,01 μm , para obtenção do concentrado de proteína de soro. Os produtos obtidos (concentrados protéicos com o mínimo de gordura residual) foram comparados com produtos comerciais, e observou-se desempenho igual ou melhor em relação às suas propriedades funcionais (solubilidade, aeração e estabilidade da espuma).

3.4.1.3. Remoção de Gordura Residual

Vários autores ressaltam a importância do desnate de soro ou de leite previamente à microfiltração, como a forma de prevenir o “fouling”, aumentar a eficiência do processo (reduzindo a retenção de determinados componentes) e melhorar as propriedades funcionais dos produtos obtidos.

Parece ser um consenso entre os pesquisadores que a presença de gordura afeta as propriedades funcionais das proteínas do soro (Kuo & Cheryan 1983, Maubois & Ollivier, 1992, Pearce *et al.* 1992). A remoção de gordura é reconhecida por melhorar a capacidade de

aeração dos concentrados protéicos de soro (Schmidt *et al.*, 1984), assim como outras propriedades funcionais, como solubilidade, capacidade de reter água, capacidade de gelatinização, estabilidade da espuma e capacidade de emulsificação.

A microfiltração (MF) é geralmente usada numa etapa anterior à ultrafiltração. Proteínas solúveis, bem como lactose, sais minerais e água permeiam as membranas de MF. Este processo remove os grandes glóbulos e moléculas de gordura. Além da clarificação, a MF também pode ser usada para reduzir a carga microbiana (bactéria e esporos), remover lipídeos, colóides e materiais agregados que são concentrados e separados dos demais componentes do soro (Modler, 2000; Renner *et al.*, 1991). A MF pode ser usada ainda para produzir isolados de proteína com teor reduzido, ou livres, de gordura, aumentando a eficiência da ultrafiltração (Gessan *et al.*, 1995; Cheryan, 1986).

A MF do soro antes da UF pode remover parte dos compostos que causam o “*fouling*” (Hiddink *et al.*, 1981; FIL-IDF, 1962). A adição de agentes que causam a precipitação de lipídeos, com conseqüente remoção do precipitado formado, parece ser benéfico para a UF (Muller & Harper, 1979). Hiddink *et al.* (1981) encontraram fluxos maiores para soros clarificados, ou descalcificados, quando comparados ao soro não tratado.

3.5 ULTRAFILTRAÇÃO

As membranas de ultrafiltração (UF) geralmente retêm partículas no intervalo de 0.001– 0.02 μm , com uma massa molecular de 300-300.000 Daltons. São usualmente utilizadas para separar colóides, vírus, e macromoléculas em solução (Bhattacharjee & Siddharta, 1997; Cheremisinoff, 1995). Esta separação dependerá do valor da massa molecular de corte ou “cut off” (MWCO) da membrana (Benito, 1980; Cheryan, 1998).

Os parâmetros operacionais mais comuns de processamento para um certo tamanho de poro são: pressão transmembrana no intervalo de 1 a 15 bar, velocidade tangencial de 2-6 m/s, condições físico-químicas como pH, concentração de sais, concentração de alimentação e condições resultantes como o “*fouling*”, e camada de polarização de concentração (Ghosh & Cui, 2000; Maldonado, 1991).

A UF é o processo mais comum para obtenção de concentrados de soro com propriedades específicas, pois concentra as proteínas e permite a permeação dos componentes de baixa massa molecular, tais como lactose, minerais, nitrogênio não protéico e vitaminas, transferindo-os para o permeado. Os componentes do permeado da ultrafiltração são utilizados para produzir lactose, álcool, isolados de proteínas, leveduras, glicose, galactose e produtos farmacêuticos; e o retentado é utilizado para produzir CPS ou conduzido a processos contínuos de fracionamento de proteínas de diferentes qualidades e características funcionais específicas (Knipschildt & Andersen, 1994; Fox, 1985; Scott, 1989; Eigel *et al*, 1984).

Para que o processo de UF durante a concentração de proteína de soro apresente elevado fluxo de permeado, é importante que a matéria-prima utilizada contenha o mínimo possível de componentes residuais do processo de obtenção do soro, em geral, finos de caseínas, gordura e bactérias. Estes componentes em suspensão devem ser reduzidos ou eliminados para não prejudicar o desempenho das membranas de UF, pois sua presença contribui para a formação da camada polarizada ou do próprio “*fouling*” (Caric', 2000).

Na Tabela 3.4. são mostradas as vantagens e desvantagens do processo de UF. A escolha desta tecnologia de membrana depende das características do material a ser processado e do produto final desejado. Deve-se considerar, ainda, a viabilidade econômica e tecnológica em relação aos processos convencionais de separação ou fracionamento.

Tabela 3.4. Principais vantagens e desvantagens da Ultrafiltração.

<i>Vantagens</i>	<i>Desvantagens</i>
Pode operar a temperaturas relativamente baixas para preservar os materiais termosensíveis	Formação de <i>fouling</i>
Não tem mudança de fase	Limpeza do equipamento
Utilização de baixas pressões, o que significa baixo gasto de energia	Límite no teor de sólidos
Não utiliza produtos químicos ou catalisadores	
Permite concentração e purificação num processo simultâneo	
Baixo consumo de energia e relativo baixo custo	

Fonte: Cheremisinoff, 1995.

3.6. PRÉ-TRATAMENTOS NO PROCESAMENTO DE SORO

Os pré-tratamentos são processos químicos, térmicos ou físicos, ou a combinação destes, freqüentemente utilizados com o objetivo de melhorar o fluxo de permeado nas membranas de UF. Além da otimização da taxa de permeação, também são utilizados na obtenção de uma composição específica; e conseqüentemente, melhoramento das propriedades funcionais (Fachin, 1999; Pouliot & Jelen, 1995; Hickey *et al.*, 1980).

Os pré-tratamentos de soro de queijo prévio à ultrafiltração são utilizados para remover componentes específicos, como aglomerados de micelas de caseínas chamadas de pó de queijo ou finos de queijo, pequenas quantidades de gorduras de leite, as quais são arrastadas pelo soro durante a drenagem da prensagem do queijo, ou ainda para facilitar a agregação de componentes indesejáveis, para posterior separação. No caso do processamento do soro os sais de cálcio e os fosfolipídios podem afetar o fluxo de permeado, na obtenção de produtos específicos que são usados para acrescentar cor, sabor, qualidade microbiológica, estabilidade de armazenamento, ou alterar a funcionalidade dos produtos (Lee & Merson, 1976; Mangino, 1984).

Pierre *et al.* (1994) mostraram que, submetendo-se o soro a apropriados pré-tratamentos antes da MF, incluindo a pré-concentração por UF, resulta em uma maior clarificação do soro, do que submetê-lo previamente à centrifugação. Também demonstraram a eficiência da técnica de agregação cálcica aliada à MF.

Para Gesan *et al.* (1995) o uso de pré-tratamentos apropriados na alimentação também melhora a clarificação do soro por MF. Os autores realizaram um pré-tratamento do soro de queijo *Emental* envolvendo um processo físico-químico no qual faz-se o aumento da concentração do íon cálcio e do pH acompanhado por aquecimento. Neste processo ocorre agregação das partículas do complexo fosfato-lipídeo-cálcio, os quais são separados posteriormente por MF. Segundo os autores, as melhores condições foram obtidas utilizando-se temperatura de 55°C por 15 minutos, mantendo-se o pH constante no valor de 7,5 durante o aquecimento.

3.6.1 Efeito da temperatura no tratamento térmico de soro

No processo de UF os tratamentos térmicos e a formação de agregados na solução de alimentação parecem melhorar o fluxo de permeado. Esse aumento no fluxo parece estar ligado à desnaturação das proteínas do soro, que são consideradas como potenciais agentes formadores de “*fouling*” na sua forma nativa (Hayes *et al.*, 1979; Hollar *et al.*, 1995).

Hayes *et al.* (1979) foram os primeiros a desenvolverem um pré-tratamento que se baseia no efeito do pH e do tratamento térmico combinados. O uso desse pré-tratamento dobrou o fluxo na UF de soros ácidos (caseícos) e melhorou em cerca de 50% o fluxo para soros doces (*Cheddar*). Para o soro doce, o aquecimento, no seu pH natural de 6,0 ou acima, a 85°C por 15 segundos, resultou num fluxo 50% maior em relação ao soro pasteurizado. Essa redução foi atribuída principalmente à formação de um agregado entre a caseína e a β -lactoglobulina.

Estes autores atribuíram às interações entre a albumina do soro bovino (ASB) e a β -lactoglobulina, uma melhora no fluxo de permeado do soro ácido na faixa de pH entre 4,2 a 6,2, após um tratamento térmico de 80°C por 15 segundos. A adição de cálcio teve dois efeitos bastante distintos: quando o cloreto de cálcio foi adicionado antes do tratamento térmico, uma melhora sensível ocorreu no fluxo de permeado, enquanto que, quando o cálcio foi adicionado após o tratamento térmico, houve uma considerável queda no fluxo de permeado da membrana. Para o soro doce do queijo *Cheddar*, o efeito do tratamento térmico foi menor em relação ao soro ácido, provavelmente devido ao baixo teor de cálcio do soro doce.

Viotto (1993) estudou os efeitos de pH, temperatura e clarificação, como pré-tratamentos na UF de soro de queijo Minas Frescal. O declínio do fluxo, logo nos primeiros estágios da ultrafiltração, depende do tipo de pré-tratamento utilizado, o que parece indicar que o pré-tratamento modifica a interação dos compostos do soro com a membrana, ocasionando maior ou menor “*fouling*”. Foi observado que o pH e a temperatura influenciaram a taxa de permeação da membrana, sendo independentes entre si. Os tratamentos com valores de pH 6,5 e temperatura 55 °C apresentaram as maiores taxas de permeação.

3.6.2. O efeito do nível de pH e a influência dos sais de cálcio

Vários autores têm demonstrado a grande influência dos sais de cálcio no fluxo de permeado (Hiddink *et al.*, 1981; Marshall & Daufin, 1995; Maubois, 1980; Musale & Kulkarni, 1998; Patocka & Jelen, 1987; Viotto & Roig, 1994). A redução no teor de cálcio na alimentação geralmente resulta no melhoramento do fluxo de permeado devido a dois fatores: redução da deposição de proteína e a prevenção da precipitação dos fosfatos de cálcio (Marshall & Daufin, 1995; Patocka & Jelen, 1987). Durante a UF do soro de queijo, o permeado que está no interior dos poros da membrana existe como uma solução bastante instável de lactose, sais minerais e nitrogênio não protéico (Maubois, 1980). A temperaturas maiores do que 20°C, pode ocorrer a precipitação do cálcio, o que diminui o fluxo de permeado. Isso ocorre mais fortemente no interior dos poros, onde não existe o efeito protetor das proteínas do soro (Brule *et al.*, 1978). O ajuste de pH, seguido de um tratamento térmico, conduz à desmineralização do soro pela indução da formação de depósitos de fosfatos de cálcio.

O aumento do pH conduz a uma queda da solubilidade dos sais de cálcio pela formação de fosfatos de cálcio insolúveis, e num pH mais distante do ponto isoelétrico da β -lactoglobulina, ocorre a formação de um “fouling” dominado por material protéico (Maubois, 1980). Além do efeito do pH na solubilidade dos sais de cálcio, o pH tem também um efeito na carga elétrica da proteína. Uma carga elétrica alta melhora a dispersão protéica e diminui a tendência de deposição (Hiddink *et al.*, 1981).

Segundo Marshall & Daufin (1995), quando o fosfato de cálcio estava presente no soro e as condições de operação (pH, temperatura e concentração de cálcio) favoreciam a sua precipitação, ocorreu a formação de uma camada de “fouling” densa e de pouca permeabilidade. Quando o teor de cálcio foi reduzido pelo uso de condições apropriadas, as proteínas foram os principais agentes formadores da camada de “fouling”.

De acordo com Harohally *et al.* (1995), a ultrafiltração de soro doce com pH no valor de 6,6 em uma membrana de polietersulfona com massa molecular de 25 kDa, resultou na retenção de 99% das proteínas do soro e apresentou bons fluxos de permeado, com uma concentração de 99% de proteínas de soro, no retentado.

Considerando que os efeitos combinados de ajuste de pH e tratamento térmico podem levar à formação de agregados envolvendo lipídeos e cálcio, surge como possível opção para a

retirada destes agregados, e de bactérias, o uso de microfiltração com membrana cerâmica de 1,4 μm , previamente à etapa de ultrafiltração, para concentração das proteínas do soro. Pode-se, assim, combinar estas etapas de processo na tentativa de reduzir o efeito de “fouling”, ou entupimento, na etapa de concentração, com conseqüente melhoria no fluxo de permeado. Para a membrana polissulfona torna-se interessante observar, para o soro tratado desta maneira, os efeitos de pressão transmembrana e de vazão no fluxo de permeado operando a 50°C, partindo do soro de queijo Minas Frescal. A respeito do processamento do soro deste tipo de queijo as informações na literatura são escassas.

3.7. *MODELOS MATEMÁTICOS*

Apesar do emprego cada vez mais frequente, os processos de separação por membranas ainda não têm equações gerais envolvendo todos os mecanismos que regem os escoamentos em meios porosos, devido à complexidade dos fatores envolvidos (Lewis, 1996).

Em vista disso, alguns autores apresentam modelos matemáticos empíricos que permitem uma melhor compreensão dos efeitos da polarização, da concentração e do entupimento, ou “fouling” da membrana. Sabe-se que a formação da camada de “fouling” é a causa maior da resistência à transferência de massa. Desafortunadamente, nenhum deles explica as razões porque ele ocorre, porém são muito utilizados para prever o declínio do fluxo do permeado com o tempo. Alguns desses modelos têm sido revisados por Cheryan (1983), Merin & Cheryan (1980) e Wu *et al.* (1991).

Na Tabela 3.5 observam-se os diferentes modelos dos autores anteriormente citados. Kuo & Cheryan (1983) utilizaram soro de queijo *cottage* (doce) para desenvolver o seu modelo, enquanto que Wu *et al.* (1991) utilizaram soluções reconstituídas de proteína isolada de soro.

No modelo utilizado por Kuo & Cheryan (1983), foram estudados os efeitos da velocidade de escoamento tangencial e da pressão transmembrana sobre o declínio do fluxo de permeado durante a ultrafiltração do soro de leite (Tabela 3.5).

Tabela 3.5. Principais modelos matemáticos que descrevem o “fouling”

Kuo & Cheryan (1983)	$J_t = J_1 t^{-b}$	J_t = fluxo de permeado em função do tempo J_1 = fluxo no instante tempo = 1 minuto b = índice de “fouling”
Merin & Cheryan (1980)	$J = J_0 V^{-b}$	J = fluxo de permeado J_0 = fluxo no instante $t=0$ V = volume de permeado b = índice de “fouling”
Wu <i>et al.</i> (1991)	$J_p = \exp[\ln J_i + \exp(\ln K_p / K_f - K_f t)]$	J_p = fluxo de permeado J_i = fluxo obtido no final do experimento K_p = Coef. devido à polarização da concentração K_f = Coeficiente devido ao “fouling” t = tempo

O parâmetro “b” é um indicativo primário das interações membrana-soluto e das taxas de “fouling”. Maubois (1980) observou grandes taxas de “fouling” a altas temperaturas com leite, que poderiam estar relacionadas com o fato da solubilidade dos sais de cálcio diminuírem com o aumento da temperatura. No caso do estudo de Kuo & Cheryan (1983), foi observado um aumento em “b” com a temperatura. No entanto, os dados experimentais não mostraram nenhuma tendência. De um modo geral, não houve diferenças nos fluxos a 30°C e a 40°C, mas o fluxo a 50°C foi significativamente maior. Em geral, altas velocidades tangenciais reduzem a taxa de “fouling”. Entretanto, a interação entre a velocidade tangencial e efeitos da pressão transmembrana afetam o “fouling”. Em geral, houve uma melhora no fluxo a altas velocidades tangenciais de escoamento quando os valores de pressão transmembrana variaram de 2,40 a 3,10 bars. Por outro lado, ao aumentar-se a pressão para 4,85 bars, houve um agravamento no “fouling”. Similarmente, os valores de “b” mostraram um decréscimo com aumento na velocidade tangencial a pressões baixas e intermediárias (indicando baixa taxa de “fouling” com altos valores de fluxo), e um pequeno aumento, a altas pressões. Este comportamento pode ser explicado pela teoria do “fouling”, discutida anteriormente.

É importante ressaltar que Kuo & Cheryan (1983) realizaram a pesquisa em escala de planta piloto, para um sistema de ultrafiltração utilizando uma membrana de polisulfona com uma massa molecular de corte de 20 kDa. O fluxo de alimentação utilizado foi soro de queijo cottage, pasteurizado, clarificado por centrifugação e, posteriormente, peneirado por um filtro de 5 a 25 μ , de modo a retirar os finos de caseína e partículas insolúveis. Em seguida, o soro foi tratado ajustando-se o pH a 7 com solução de NaOH (50%) ou HCl 12 N.

O segundo modelo, resultante de estudos em nível de laboratório e apresentado por Wu *et al.* (1991), baseia-se no efeito da polarização da concentração e no entupimento (“fouling”) para explicar a queda de fluxo de permeado, freqüentemente observada na ultrafiltração de soluções protéicas. Este modelo foi determinado para soluções de proteínas purificadas de soro bioisoladas (BIPRO) utilizando membranas de polissulfona de massa molecular de corte de 6000 Da (DDS GS81PP), 20000 Da (DDS GS61PP), 50000 Da (DDS GR51PP) e uma Amicom PM10 de 10000 Da.

Os autores concluíram que a adsorção da proteína pela membrana pode mudar as características da filtração, e acrescentaram a taxa de adsorção da proteína, que varia com muitos fatores, como a natureza da membrana, tipo de proteína, sua concentração, pH e força iônica da proteína ao modelo. Os mesmos autores desenvolveram um modelo semi-empírico (Tabela 3.5) que tem dois princípios básicos que são: primeiro, a variação do fluxo de permeado (J) com o tempo (t) é proporcional a este mesmo fluxo a taxa de troca do fluxo é diretamente proporcional a si mesmo, e segundo, o uso de um termo exponencial para descrever o efeito do “fouling” da membrana na taxa de declínio do fluxo.

Os parâmetros principais do modelo são o coeficiente de polarização da concentração (K_p) e o coeficiente relacionado ao “fouling” da membrana (K_f), o qual pode ser facilmente determinado devido à relação linear entre $\ln(J/J_i)$ e tempo, onde J_i é o fluxo de permeado (limite) obtido no final do experimento. Além disso, para determinar K_p e K_f , é possível usar um valor qualquer de J para estimar os parâmetros não lineares e, assim, predizer o futuro do curso do experimento. Com relação ao significado dos valores dos coeficientes pode-se dizer que quanto maior o valor de K_p , maior o declínio do fluxo. Fisicamente, pode-se supor que um alto valor de K_p reflete um grande efeito da polarização da concentração no fluxo. Era de se esperar, então, que todos os fatores que aumentem a polarização da concentração, como condições de escoamento e propriedades da membrana e solução, aumentem o valor de K_p . Por outro lado, um alto valor de K_f resulta num pequeno declínio do fluxo.

O modelo de Wu *et al.* (1991) é utilizado porque permite a predição de J_p com o tempo e, além disso, é útil na programação de operações de limpeza ao término de cada corrida.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Os procedimentos descritos neste trabalho foram desenvolvidos no laboratório e na Planta Piloto de Laticínios do Departamento de Tecnologia de Alimentos (DTA) da Faculdade de Engenharia de Alimentos (FEA) da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP).

4.1 OBTENÇÃO DE SORO

Para a obtenção da matéria prima desta pesquisa, cerca de 160 litros de Leite cru de vaca proveniente da Cooperativa dos produtores de Leite da região de Campinas (CLC) foram pasteurizados e utilizados para a produção de queijo Minas Frescal, resultando em aproximadamente 115 litros de soro. A produção de queijo Minas Frescal foi feita segundo o procedimento de rotina do laboratório e planta piloto de leite e derivados do DTA/UNICAMP, detalhado no fluxograma de processamento (Figura 4.1). O soro obtido da produção de queijo Minas Frescal, foi filtrado em malha fina de nylon e, logo em seguida, resfriado e armazenado em câmara fria a 4°C, por 24h antes de ser utilizado.

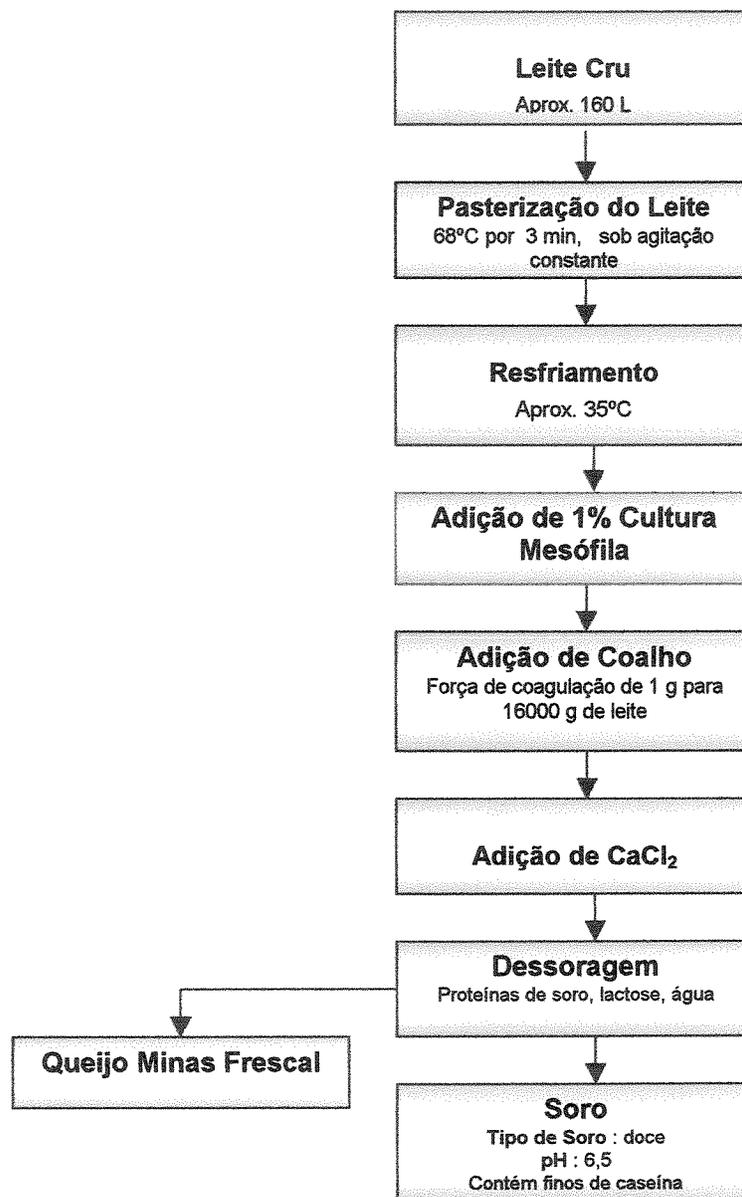


Figura 4.1. Fluxograma de processamento para a fabricação de Queijo Minas Frescal, tendo como subproduto o soro.

4.2. PRÉ-TRATAMENTO DO SORO

Antes da obtenção de CPS, o soro foi submetido a um pré-tratamento. Esse pré-tratamento consistiu no ajuste do pH e um aquecimento do soro, numa primeira etapa, e na clarificação por microfiltração, na segunda etapa (Figura 4.2).

Na primeira etapa do pré-tratamento, o soro, retirado da câmara fria, foi novamente, filtrado em tela de nylon, devido à presença de partículas de queijo decantadas, e aquecido a 25°C em um tanque encamisado, sob agitação constante, ajustando-se o pH para 7,3 com solução de hidróxido de sódio 1N. Em seguida, o soro foi submetido a tratamento térmico a 55°C por 15 min.

Para a segunda etapa do pré-tratamento, entre 107 e 117,5 litros de soro obtido na primeira etapa foi microfiltrado na unidade piloto utilizando membrana cerâmica multicanal constituída de alumina – Al_2O_3 (suporte e elemento filtrante), com diâmetro de poro médio de 1,4 μm , marca Membralox[®] da SCT (Société des Ceramiques Techniques), comprimento de 1,02 m, com 19 canais de 4 mm de diâmetro, resultando em uma área de escoamento de $2,39 \times 10^{-4} \text{ m}^2$ e área de permeação de 0,24 m^2 . As condições de processo foram: Pressão Transmembrana de 0,5 bar, vazão volumétrica de 4,30 m^3/h e temperatura de 50°C. No retentado ficaram os materiais insolúveis e a gordura, enquanto que as proteínas permaneceram no permeado. O volume inicial de soro foi concentrado a F_c igual a 11,5 resultando entre 97,7 e 105 l de permeado clarificado.

4.3. PRODUÇÃO DE CONCENTRADO PROTÉICO DE SORO (CPS) POR ULTRAFILTRAÇÃO

O permeado obtido na etapa de microfiltração (MF) foi ultrafiltrado para obtenção de concentrado protéico de soro em uma membrana tipo Romicom “Hollow Fiber”, “Fiber 43”, feita em polissulfona, com massa molecular de corte (MWCO) de 10000 Daltons, área efetiva de 1,3 m^2 . A concentração do permeado foi realizada até ser atingido um fator de concentração igual a 15 resultando um volume de CPS entre 4,5 e 6 litros. As condições operacionais foram temperatura de 50°C, faixas de vazão volumétrica entre 1,8 e 3,6 m^3/h de pressão transmembrana entre 0,7 e 2 bar.

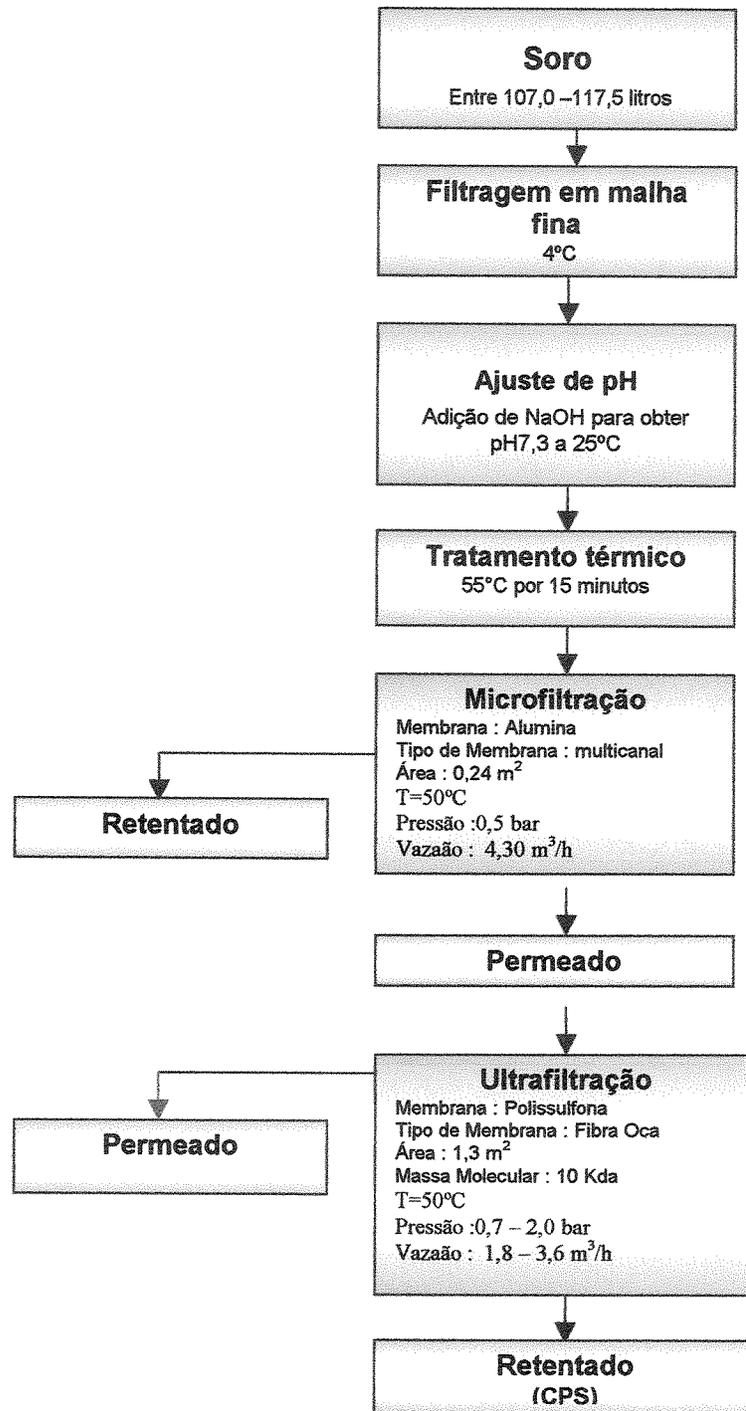


Figura 4.2 Fluxograma de processamento de Soro aplicando pré-tratamentos; ajuste de pH, tratamento térmico e Microfiltração seguido de Ultrafiltração

4.3.1. Equipamento de Processo

4.3.1.1. Unidade de MicroFiltração e Ultrafiltração

O esquema da unidade de MF e UF está mostrado na Figura 4.3

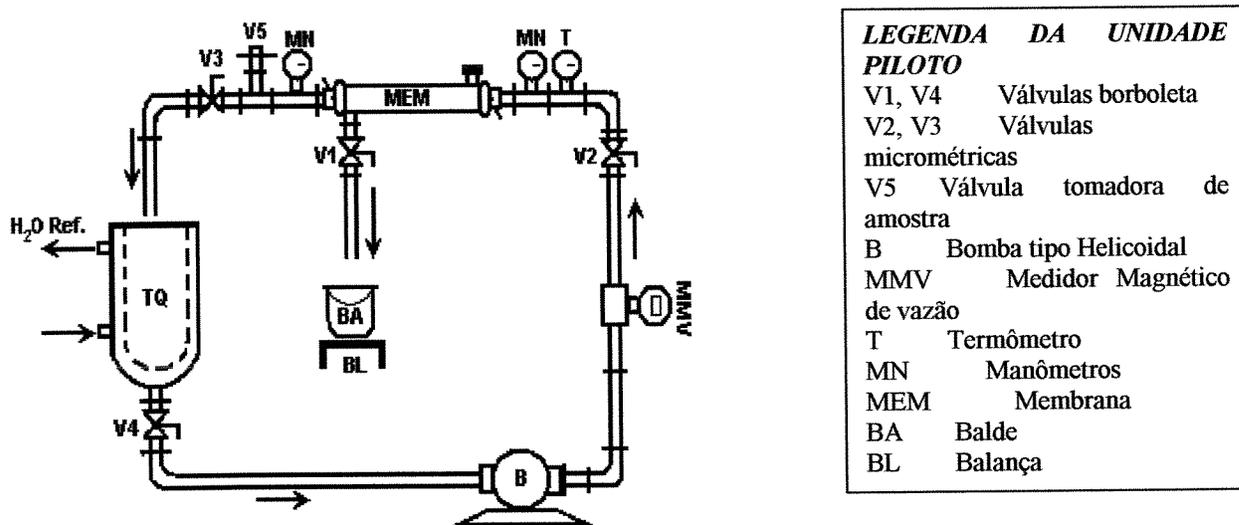


Figura 4.3. Esquema de Planta Piloto de MF e UF.

Observa-se na figura 4.3, a unidade piloto é munida de 2 manômetros (MN), marca Zurich de 0-10 Kg/cm², na entrada e na saída do módulo ou “housing” da membrana,; 1 bomba (B) de lóbulo de deslocamento positivo com acionamento manual do variador de rotações e pressão máxima de 3 bar, marca PCM, modelo 32-75; 1 medidor de vazão eletromagnético (MMV), marca Krohne, modelo IFS 4000/6, vazão 0-15 m³/h e precisão de 0,01 m³/h, com conversor de sinal modelo IFIC 090K; tanque de alimentação (TQ) encamisado de aço inoxidável 316, com parede tripla, e capacidade de 100 litros; balança digital (BL), com capacidade para 20 kg, precisão de 0,005 kg, marca Marte, modelo LC20; balde plástico (BA), com capacidade de 20 litros; membranas (MEM) para microfiltração e ultrafiltração (detalhadas anteriormente); termômetros (T) de 0-100 °C, marca Zurich; válvulas borboletas (V1 e V4), válvulas micrométricas (V2, V3), válvula de amostragem (de retentado) e eliminadora de ar (V5).

As pressões de entrada e saída da membrana foram lidas pelos 2 manômetros, enquanto que pelo Medidor Magnético de Vazão obteve-se a vazão de alimentação. O acerto da pressão transmembrana e da vazão volumétrica foi feita pelo ajuste simultâneo da válvula V3 e do variador de velocidade da bomba. A temperatura observada através do termômetro foi ajustada com a circulação de água na camisa de tanque.

A determinação das melhores condições de processo (pressão e vazão) foi realizada de acordo com o planejamento experimental descrito no item 4.6.

Na Figura 4.4 é possível visualizar os detalhes da unidade de microfiltração e ultrafiltração.

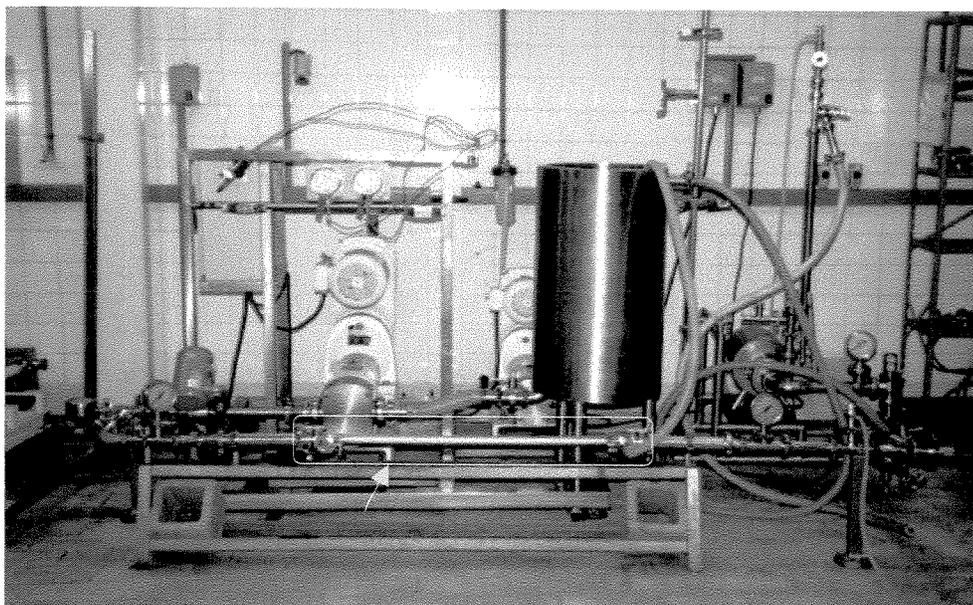


Figura 4.4. Foto ilustrativa da unidade de MF e UF. O módulo da membrana de microfiltração aparece em destaque.

4.3.2. Limpeza das membranas

Após a realização de cada ensaio, as membranas das duas etapas foram submetidas a um processo de limpeza e sanitização de acordo com as normas específicas do fabricante de cada uma delas, com o propósito de recuperar a sua capacidade de permeação original (ou no mínimo, 90% do fluxo de permeado original). Caso a membrana apresentasse fluxo menor que o obtido inicialmente sobre as mesmas condições, repetia-se o processo de limpeza. Antes

de cada experimento, verificou-se o fluxo de permeado da membrana com água deionizada, no caso da membrana de MF, e água filtrada para a membrana de UF.

Para a limpeza da membrana de ultrafiltração utilizou-se água filtrada, obtida através do filtro AQUALAR, CUNO Latina Ltda., modelo AP230E.

Para a limpeza da membrana de microfiltração utilizou-se água deionizada, obtida por coluna deionizadora, marca Permuton, E.J. & Cia. Ltda, modelo DE 3500 com capacidade de produção de 100 L / h de água deionizada.

Após alguns ciclos de limpeza, utilizou-se o procedimento de desmontar a membrana cerâmica de MF e mergulhá-la por 1 hora em ácido sulfúrico 95%, dado o baixo fluxo obtido através da limpeza convencional. Para economia de tempo, energia e produtos químicos, adotou-se este procedimento. O fluxo de permeado de água deionizada foi reestabelecido por volta de 6750 kg/h.m²

4.4. Análises Físico-químicas

Foram feitas análises físico-químicas das amostras de leite, soro de queijo, soro pós-tratamento (ajuste de pH e aquecimento de 55°C x 15 min), para os processos de microfiltração, ultrafiltração e também foram coletadas e analisadas as amostras de permeado e retentado para os fatores de concentração de 11,5 e 15 respectivamente. As análises abaixo indicadas foram realizadas em triplicatas.

4.4.1. Nitrogênio Total (NT) : Por Micro-Kjeldhal, método 991.20 (AOAC, 1995);

4.4.2. Nitrogênio não protéico (NNP) : Por Micro-Kjeldhal, método 991.21 (AOAC, 1995);

4.4.3. Proteína Bruta : Calculado multiplicando-se o NT pelo fator de 6,38 (FIL-IDF, 1962);

4.4.4. Proteína Total : Calculado subtraindo-se o NNP (obtido segundo item 4.4.2) do NT (obtido de acordo com item 4.4.1) e multiplicando-se o resultado pelo fator 6,38;

4.4.5. Sólidos Totais (ST): Determinado segundo metodologia 925.23 da AOAC (1995), utilizando estufa a 105°C;

4.4.6. Cinzas : Determinado segundo o método 945.46 da AOAC (1995)

- 4.4.7. Gordura** : Utilizou-se a metodologia de Monjonier (AOAC, 1995) para a determinação de gordura de soro e o método de Gerber (AOAC 1995), para as amostras de leite;
- 4.4.8. pH e acidez Dornic** : Determinado por potenciômetro (AOAC, 1995);
- 4.4.9. Lactose** : Determinado por diferença e expresso em porcentagem, em fase aquosa (Equação 4.1) ou em base seca (Equação 4.2).

A porcentagem de lactose em fase aquosa é obtida empregando-se a Equação 4.1, descrita abaixo:

$$\% \text{Lact}_{\text{aq}} = \% \text{ST} - (\% \text{C} + \% \text{Pt} + \% \text{NNP} + \% \text{G}) \quad (4.1)$$

A Equação 4.2 foi utilizada para determinar o teor de lactose em base seca, onde o total da composição, ou seja, o 100% é referente aos sólidos totais.

$$\% \text{Lact}_{\text{bs}} = 100\% - (\% \text{C} + \% \text{Pt} + \% \text{NNP} + \% \text{G}) \quad (4.2)$$

onde : Lact = Lactose ; ST=Sólidos totais; C = Cinzas; G = Gordura; Pt = Proteína total.

4.5. Equipamentos de Laboratório para as análises Físico-químicas

Foram utilizados os seguintes equipamentos: balança analítica (marca METTLER, modelo AE 200); balança semi-analítica (marca METTLER, modelo A 1000); banho-maria (marca FANEM, modelo 102/6); bloco digestor de proteínas para micro-Kjeldhal (marca SARGE Aparelhos Científicos Ltda.); bloco digestor de proteínas para macro-Kjedhal (marca SARGE Aparelhos Científicos Ltda.); destilador de nitrogênio para micro-Kjeldhal e macro-Kjedhal (marca TECNAL, modelo TE 036); estufa de secagem e esterilização (marca FANEM, modelo 315 SE); mufla (marca FORLABO, temperatura até 1200°C); potenciômetro (marca DIGEMID, modelo DMPH2); balança semianalítica (marca MARTE AS2000C), centrífuga (marca FANEM, modelo 202), banho – maria (marca FANEM, modelo 102/6), bloco digestor de proteínas para micro e macro – Kjeldhal (marca SARGE), destilador de nitrogênio (marca TECNAL, modelo TE036), estufa de secagem e esterilização (marca FANEM, modelo 315 SE), além de utensílios e vidrarias específicas de laboratório.

4.6 . Planejamento Experimental

O planejamento experimental foi estabelecido conforme o procedimento descrito por Bruns *et al.* (1995) para o processo de ultrafiltração do soro pré-tratado e microfiltrado. Foi empregado um planejamento fatorial 2^2 , isto é, um planejamento com duas variáveis independentes (vazão volumétrica e pressão transmembrana) e dois níveis para cada variável estudada. Em testes preliminares foram estudadas as condições ótimas de operação da UF; e, assim, estabeleceram-se faixas operacionais para vazão volumétrica entre 1,8 e 3,6 m^3/h e pressão transmembrana entre 0,7 e 2 bar, sob temperatura de 50°C. A Tabela 4.1 mostra as variáveis independentes e os níveis de variação que foram usados no perfil de otimização.

Tabela 4.1. Variáveis independentes e níveis usados no estudo.

Variáveis	Níveis das variáveis		
	-1	0	1
Pressão transmembrana (bar)	0,7	1,4	2,0
Vazão (m^3/h)	1,8	2,7	3,6

Desse modo, foram realizados 4 ensaios para o estudo dos efeitos e mais 3 ensaios no ponto central (Tabela 4.2).

Tabela 4.2. Planejamento fatorial 2^2 para os níveis de pressão transmembrana (bar) e vazão (m^3/h).

Número de Ensaios	Níveis codificados		Níveis decodificados	
			Pressão (bar)	Vazão (m^3 / h)
1	-1	+1	0,7	3,6
2	-1	-1	0,7	1,8
3	+1	+1	2,0	3,6
4	+1	-1	2,0	1,8
5	0	0	1,4	2,7
6	0	0	1,4	2,7
7	0	0	1,4	2,7

4.7. Análise Estatística dos Resultados

A análise estatística dos dados foi realizada através da utilização do *Software Statistica* 5.0. Através deste programa, foi possível analisar os efeitos das variáveis independentes (pressão transmembrana e vazão volumétrica) sobre as variáveis dependentes: rendimento protéico, relação Pt/Lact, e fluxo de permeado. Empregou-se o método de superfície de respostas, análise multivariada (ANOVA) e o conceito de *p*-valor, com nível de significância de 95%. Esse *software* também foi utilizado para a realização da regressão para o ajuste dos dados experimentais aos modelos matemáticos de Kuo & Cheryan (1983) e de Wu *et al.* (1991) e determinação dos seus coeficientes respectivos.

4.7.1. Variáveis Dependentes

As variáveis dependentes utilizadas como respostas para a análise estatística foram as seguintes :

1. Retenção e Rendimento Protéico

Para o cálculo da Retenção protéica, foi utilizada a Equação 4.3, (Bastian *et al.*, 1991):

$$RT = 1 - \left(\frac{(Y_p) * (\%água_p + Y_p)}{(Y_r) * (\%água_r + Y_r)} \right) \quad (4.3)$$

onde : RT = Retenção protéica,
 Y_p = porcentagem do componente no permeado,
 % água_p = porcentagem de água no permeado,
 Y_r = porcentagem do componente no retentado,
 % água_r = porcentagem de água no retentado.

Com este valor de retenção (RT), foi possível o cálculo do rendimento protéico na etapa de ultrafiltração, para cada corrida, através da Equação 4.4:

$$Re = Fc^{RT-1} \quad (4.4)$$

onde : Re = rendimento protéico (utilizado como resposta na análise estatística)

Fc = fator de concentração

RT = retenção protéica, para determinado valor de Fc;

2. Porcentagem de variação de Pt/Lact

A porcentagem de variação da relação Pt/Lact é dada pela Equação 4.5:

$$\%V = \frac{(Pt/Lact)_{Fc} - (Pt/Lact)_{Alim}}{(Pt/Lact)_{Alim}} \cdot 100 \quad (4.5)$$

onde : %V = porcentagem de variação do componente;

Pt/Lact_{Fc} = relação proteína total sobre lactose no retentado até um dado FC;

Pt/Lact_{ALIM} = relação proteína total sobre lactose na alimentação.

3. Fluxo de permeado

A curva de permeação foi construída coletando-se o permeado na balança em função do tempo. O fluxo de permeado foi calculado através da Equação 4.6:

$$F = \frac{\Delta m}{\Delta t \cdot A_p} \quad (4.6)$$

onde : Δm = variação de massa acumulada (kg) no tempo t;

Δt = variação de tempo acumulado (horas);

A_p = área total de permeação da membrana (m²).

As curvas de permeado foram construídas através da determinação da massa do permeado, em intervalos de tempo pré-determinados, através de uma balança semianalítica.

4.8. Modelos Matemáticos

Aplicaram-se dois modelos matemáticos empíricos para descrever o declínio do fluxo de permeado. O primeiro foi o proposto por Kuo & Cheryan (1983), durante o estudo do efeito de alguns parâmetros no fluxo de permeado, durante a ultrafiltração de soro de queijo.

$$J_t = J_1 t^{-b} \quad (4.7)$$

onde : J_t = fluxo de permeado em função do tempo;

J_1 = fluxo no instante tempo de 1 minuto;

b = índice de “*fouling*”.

O segundo modelo, de Wu *et al.* (1991), considera o efeito da polarização da concentração no “*fouling*”, ou entupimento durante o processamento, para explicar a queda do fluxo de permeado. Este modelo foi determinado para soluções que continham proteína de soro purificada com conteúdo protéico de 92%, apresentando composição aproximada de 38% foi α -lactoglobulina, 35% de β -lactoalbumina, 5% de soro de albumina bovina, imunoglobulina G, e componentes remanescentes incluindo 1% de lactose e 4% de cinzas, chegando-se ao seguinte modelo empírico (Equação 4.8):

$$J_p = \exp[\ln J_i + \exp(\ln K_p / K_f - K_f t)] \quad (4.8)$$

onde : J_p = fluxo de permeado;

J_i = fluxo obtido ao final do experimento;

K_p = coeficiente devido à polarização p/ concentração;

K_f = coeficiente devido ao “*fouling*”;

t = tempo

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1. Composição Química

5.1.1. Leite cru

A Tabela 5.1 apresenta os dados de composição centesimal, pH e acidez do leite cru utilizado na fabricação de queijo Minas Frescal. As variações nos dados observados nesta tabela estão de acordo com a literatura, uma vez que a composição do leite varia com a alimentação, a raça do animal e a estação do ano (Modler, 2000).

Tabela 5.1. Composição centesimal do leite cru usado para obtenção de soro.

Processo	ST (%)	NNT (%)	NNP (%)	Proteína Bruta (%)	Proteína Total (%)	Gordura (%)	Cinzas (%)	pH	Acidez (Dornic)
P1	11,700	0,516	0,021	3,293	3,161	3,50	0,722	6,73	16,0
P2	11,608	0,517	0,029	3,300	3,114	3,50	0,746	6,76	18,0
P3	11,293	0,552	0,028	3,520	3,344	3,50	0,768	6,68	18,0
P4	11,648	0,529	0,022	3,377	3,237	3,50	0,705	6,62	15,0
P5	11,917	0,532	0,038	3,392	3,149	3,60	0,701	6,70	17,0
P6	11,917	0,545	0,027	3,476	3,303	3,60	0,789	6,63	15,5
P7	11,934	0,534	0,027	3,404	3,229	3,60	0,775	6,72	17,5

Os resultados de pH e acidez foram os normalmente encontrados para leite obtido em boas condições de higiene. O teor de proteína bruta variou entre 3,293 e 3,520%, enquanto que o teor de gordura esteve entre 3,5 e 3,6 %.

5.1.2. Soro de Queijo Minas Frescal

A Tabela 5.2 apresenta os valores da composição centesimal do soro obtido da produção de queijo Minas Frescal e após a peneiragem por uma malha de nylon. O pH deste soro variou entre 6,3 e 6,5, caracterizando-o como sendo do tipo doce.

A variação do teor de gordura entre 0,669 e 0,727% foi, provavelmente, devido às pequenas alterações que normalmente ocorrem na composição da matéria prima e nas condições de produção de queijo; uma vez que, durante esta etapa, as micelas de caseína tendem a envolver as moléculas de gordura. Pequenas moléculas de gordura seriam mais

facilmente envolvidas, diminuindo a sua quantidade presente no soro. A proteína bruta também apresentou uma variação (entre 1,051 e 1,122 %), possivelmente devido à presença de finos de caseína. As maiores variações foram observadas para sólidos totais e cinzas, que variaram entre 6,658 e 6,826% e entre 0,518 e 0,734%, respectivamente.

Tabela 5.2. Composição centesimal de soro obtido do processamento de queijo Minas Frescal.

Processo	ST (%)	NNT (%)	NNP (%)	Proteína Bruta (%)	Proteína Total (%)	Gordura (%)	Cinzas (%)	pH
P1	6,685	0,165	0,039	1,051	0,801	0,683	0,667	6,3
P2	6,658	0,170	0,041	1,083	0,821	0,697	0,518	6,4
P3	6,701	0,176	0,042	1,122	0,854	0,672	0,614	6,4
P4	6,723	0,165	0,036	1,050	0,818	0,669	0,644	6,5
P5	6,723	0,169	0,039	1,081	0,830	0,727	0,698	6,4
P6	6,826	0,168	0,039	1,070	0,823	0,719	0,734	6,5
P7	6,739	0,165	0,035	1,056	0,835	0,697	0,693	6,4

5.1.3. Soro de Queijo Minas Frescal Pré-tratado: Efeito do ajuste de pH e tratamento térmico.

O ajuste de pH a valores de 7,3 e a aplicação de um tratamento térmico de 55°C por 15 minutos provocou alteração na composição do soro, que é apresentada na Tabela 5.3.

Analisando as Tabelas 5.2 e 5.3, verificou-se que existe uma diferença no teor de proteína total do soro obtido (entre 0,801 a 0,854 %) e do soro pré-tratado (entre 0,623 a 0,767%). Essa diminuição no teor protéico está relacionada ao uso do pré-tratamento combinado de ajuste de pH a 7,3 e tratamento térmico a 55°C por 15 minutos. Daufin & Merin (1995) também encontraram resultados semelhantes, uma vez que este tratamento deve, possivelmente, ter precipitado finos de caseína e algumas proteínas do soro junto com sais minerais, principalmente os fosfatos de cálcio, que ficaram insolubilizados nesse valor de pH (Morr, 1985).

O tratamento térmico também afetou o teor de gordura do soro, causando uma ligeira diminuição nos valores deste: enquanto que o teor de gordura do soro ficou entre 0,669 e 0,727%, o do soro pré-tratado ficou entre 0,619 e 0,715%.

Além disso, o tratamento térmico e o ajuste de pH também provocaram modificações no teor de sólidos totais, proteína bruta e de cinzas, como pode ser comprovado pelas Tabelas 5.2 e 5.3. Observa-se que houve uma perda média de 6,87% de sólidos totais após a aplicação do ajuste de pH e do tratamento térmico. Esta perda, ou diferença, de sólidos totais foi devido a presença de partículas de queijo decantadas, que ficaram retidas pela peneiragem em malha fina de nylon do soro de queijo Minas Frescal, após a saída da câmara fria. O ajuste do pH e o tratamento térmico contribuem principalmente para mudanças físico-químicas na estrutura protéica (desnaturação e agregação das proteínas de soro) e no estado de solubilidade de sais como o fosfato de cálcio (Morr 1985; Hill 1988). A solubilidade dos sais de cálcio é inversamente proporcional ao aumento do pH e da temperatura (Schmidt & Both, 1987). Pode-se afirmar que os pré-tratamentos modificam a composição do soro de queijo de forma quantitativa, o que significa conseqüências na eficiência do processo de UF, bem como na composição final do concentrado protéico de soro (CPS).

Tabela 5.3. Composição centesimal do soro submetido ajuste de pH a 7,3 seguido de tratamento térmico de 55°C por 15 minutos, como pré-tratamento.

<i>Processo</i>	<i>ST (%)</i>	<i>NNT (%)</i>	<i>NNP (%)</i>	<i>Proteína Bruta (%)</i>	<i>Proteína Total (%)</i>	<i>Gordura (%)</i>	<i>Cinzas (%)</i>	<i>pH</i>
P1	6,272	0,150	0,041	0,955	0,695	0,649	0,568	7,30
P2	6,126	0,154	0,056	0,981	0,623	0,673	0,483	7,25
P3	6,181	0,158	0,038	1,011	0,767	0,656	0,495	7,30
P4	6,151	0,147	0,044	0,940	0,660	0,619	0,615	7,35
P5	6,334	0,154	0,040	0,984	0,728	0,698	0,654	7,30
P6	6,398	0,158	0,041	1,005	0,743	0,715	0,664	7,25
P7	6,356	0,157	0,040	1,001	0,744	0,682	0,662	7,30

5.1.4. Soro de Queijo Minas Frescal Pré-tratado : Efeito da Microfiltração.

Para a MF, as condições operacionais do sistema foram mantidas constantes a uma vazão de 4,3 m³/h, pressão transmembrana de 0,5 bar e temperatura de 50°C. O volume inicial variou entre 117,5 a 107 litros, porém em todos os casos manteve-se o Fc é igual a 11,5, o que resultou em volumes de permeação variáveis entre 97,7 e 105 litros.

Com relação à segunda etapa do pré-tratamento, que corresponde à etapa da microfiltração, pode ser verificado, através da Tabela 5.4, que a variação de porcentagem de gordura entre 6,92 e 8,86% no retentado de MF representa cerca de 79%, em base seca (Anexo III-Tabela AIII), da gordura original presente no soro pré-tratado (alimentação de microfiltração) e removida pela clarificação por MF. Uma outra forma de verificação do efeito da MF na redução do teor de gordura do soro é a observação dos dados apresentados, em base seca, na Figura 5.1. Esta porcentagem de remoção de gordura revelou-se 5% maior que a remoção obtida por centrifugação por Viotto (1993). No entanto, se compararmos as perdas médias de sólidos totais (6,8%) e de proteína total (14%), os valores obtidos neste trabalho foram maiores que os valores obtidos por Viotto (1993), onde as perdas de sólidos totais e proteína total no soro pré-tratado ficou em torno de 5,6 e 6,6%, respectivamente, sob condições de pH 6,5, clarificação por centrifugação e tratamento térmico a 68°C por 1 min.

É importante ressaltar que o teor de proteínas e cinzas removidas pela clarificação por MF variou bastante devido a diferenças na composição do soro utilizado, principalmente quanto ao teor de finos de caseína remanescentes da fabricação do queijo Minas Frescal.

Por outro lado, deve-se destacar o trabalho realizado por Pearce *et al.* (1992), que realizaram uma microfiltração de soro de queijo tipo *Cheddar* sem pré-tratamentos. Estes autores utilizaram um sistema em escala piloto de MF da Alfa Laval MFS-7 com membranas cerâmicas “*Ceraver*” de 0,8 e 1,4 μ m, obtendo valores para retenção de gordura de 70% e de 30%, respectivamente.

Tabela 5.4. Composição centesimal da alimentação, retentado e permeado da etapa de MF sob condições de vazão de 4,3 m³/h e pressão transmembrana de 0,5 bar até Fc igual a 11,5.

Exp.	Fc	Corrente	ST (%)	NNT (%)	NNP (%)	Proteína Bruta (%)	Proteína Total (%)	Gordura (%)	Cinzas (%)	Lactose	pH
1	11,5	Soro	6,272	0,150	0,041	0,955	0,694	0,649	0,568	4,321	7,30
		Permeado	6,120	0,136	0,045	0,868	0,584	0,061	0,560	4,870	6,50
		Retentado	8,766	0,201	0,033	1,283	1,075	6,980	0,440	0,238	
2	11,5	Soro	6,126	0,154	0,056	0,981	0,624	0,673	0,483	4,289	7,25
		Permeado	5,918	0,135	0,056	0,863	0,504	0,069	0,505	4,785	6,45
		Retentado	8,839	0,216	0,040	1,376	1,121	7,015	0,420	0,243	
3	11,5	Soro	6,722	0,158	0,038	1,011	0,768	0,656	0,495	4,765	7,30
		Permeado	6,342	0,155	0,041	0,988	0,724	0,062	0,475	5,040	6,45
		Retentado	9,618	0,197	0,033	1,254	1,041	7,723	0,542	0,279	
4	11,5	Soro	6,381	0,147	0,044	0,940	0,660	0,619	0,615	4,442	7,35
		Permeado	6,145	0,138	0,043	0,879	0,607	0,060	0,613	4,822	6,50
		Retentado	8,830	0,192	0,049	1,223	0,913	6,920	0,689	0,259	
5	11,5	Soro	6,534	0,154	0,040	0,984	0,728	0,698	0,654	4,414	7,30
		Permeado	6,030	0,147	0,038	0,938	0,694	0,073	0,646	4,579	6,50
		Retentado	10,699	0,232	0,054	1,481	1,137	8,596	0,689	0,223	
6	11,5	Soro	6,578	0,158	0,041	1,005	0,743	0,715	0,664	4,415	7,25
		Permeado	6,177	0,152	0,040	0,970	0,714	0,065	0,648	4,710	6,45
		Retentado	10,907	0,222	0,046	1,416	1,120	8,682	0,785	0,274	
7	11,5	Soro	6,356	0,157	0,040	1,001	0,744	0,682	0,662	4,229	7,30
		Permeado	6,074	0,152	0,039	0,967	0,719	0,063	0,612	4,641	6,5
		Retentado	11,143	0,232	0,058	1,481	1,310	8,863	0,680	0,233	

Observa-se na Tabela 5.4, para todos os experimentos, uma diminuição nos valores de pH do fluxo de alimentação comparados com o do fluxo de permeado de MF (7,3 e 6,5, respectivamente).

A Tabela 5.5 apresenta os valores da composição centesimal do permeado obtido do processo de MF e utilizado como corrente de alimentação da seguinte etapa de UF. É importante destacar que, comparando-se os valores de sólidos totais e de proteína total do soro pré-tratado e do permeado de MF, observa-se uma diminuição aproximada de 2,31% e 8,34%, respectivamente.

Tabela 5.5. Composição centesimal de permeado de soro pré-tratado microfiltrado até Fc igual a 11,5

Exp.	ST (%)	NNT (%)	NNP (%)	Proteína Bruta (%)	Proteína Total (%)	Gordura (%)	Cinzas (%)	Lactose (%)
1	6,120	0,136	0,045	0,868	0,584	0,061	0,560	4,870
2	5,918	0,135	0,056	0,863	0,504	0,069	0,505	4,785
3	6,342	0,155	0,041	0,988	0,724	0,062	0,475	5,04
4	6,145	0,138	0,043	0,879	0,607	0,060	0,613	4,822
5	6,030	0,147	0,038	0,938	0,694	0,073	0,646	4,579
6	6,177	0,152	0,040	0,970	0,714	0,065	0,648	4,710
7	6,074	0,152	0,039	0,967	0,719	0,063	0,612	4,641

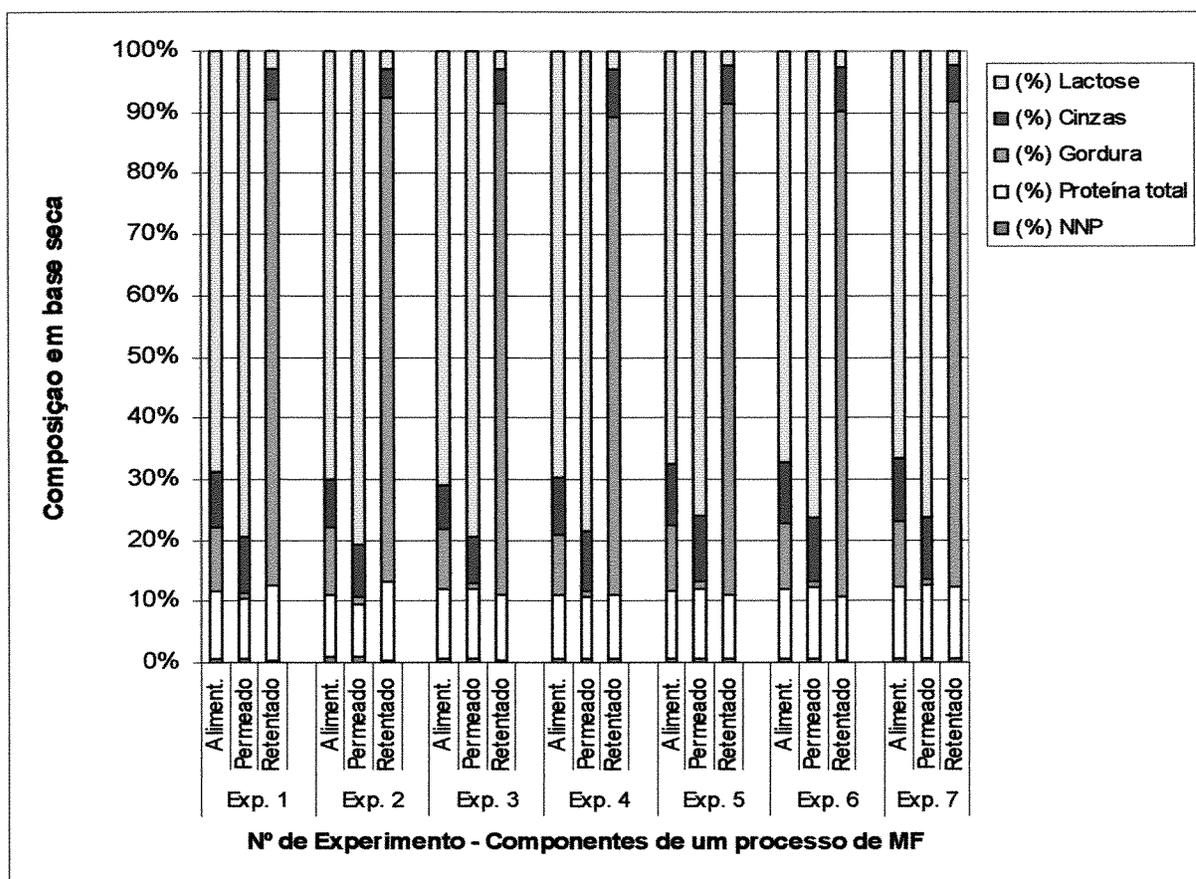


Figura 5.1. Composição, em base seca, da alimentação, permeado e retentado após a microfiltração realizada até Fc igual a 11,5, à temperatura de 50° C, vazão volumétrica de 4,3 m³/h e pressão transmembrana de 0,5 bar.

5.1.5 Concentração das proteínas do soro por ultrafiltração

Observando-se a relação entre a porcentagem de proteína total e gordura no retentado e na alimentação, através da Tabela 5.6 verifica-se um fator por volta de 15, correspondente ao fator de concentração. Nessas condições, a membrana, de massa molecular de corte de 10 kDa, reteve, em sua maior parte, os componentes de alta massa molecular, como as proteínas e gorduras; e permitiu uma certa permeação dos componentes de menor massa molecular. Este fato também provocou uma concentração aproximada para ambos os componentes de 15 vezes.

A causa para o aumento gradual no teor dos componentes minerais do soro reside na associação dos minerais com as proteínas, em função da distribuição de cargas protéicas, hidratação e associação, ou dissociação, das proteínas e gorduras, ou mesmo, com a membrana (Glover & Grandinson, 1994; Morr, 1985; Ramachandra Rao *et al*, 1995). Esse comportamento ocorreu para todos os processamentos realizados, independentemente da condição de vazão e pressão utilizada.

É um destaque o aumento do teor de proteína total na ordem de 16 vezes para o experimento 3. Do ponto de vista de composição, em base seca, a Figura 5.2 permite visualizar as composições de alimentação do retentado e do permeado para todos os experimentos, revelando que o teor de proteína na alimentação esteve por volta de 11% e no retentado por volta de 65%.

Tabela 5.6. Composição centesimal da alimentação, permeado e retentado da etapa de ultrafiltração a diversas condições operacionais, e a Fc igual a 15.

Exp.	Vazao (m ³ /h)	Pressão (kg/cm ²)	Fc	Corrente	ST (%)	NNT (%)	NNP (%)	Proteína Bruta (%)	Proteína Total (%)	Gordura (%)	Cinzas (%)	Lactose (%)	pH
1	3,6	0,7	15	Aliment.	6,120	0,136	0,045	0,868	0,584	0,061	0,560	4,870	6,50
				Permeado	5,475	0,032	0,023	0,201	0,052	0,000	0,512	4,887	
				Retentado	15,133	1,655	0,188	10,557	9,360	0,877	1,345	3,363	
2	1,8	0,7	15	Aliment.	5,918	0,135	0,056	0,863	0,504	0,065	0,505	4,788	6,45
				Permeado	5,432	0,050	0,041	0,319	0,057	0,000	0,489	4,845	
				Retentado	15,011	1,541	0,175	9,833	8,719	0,917	1,422	3,779	
3	3,6	2	15	Aliment.	6,342	0,155	0,041	0,988	0,724	0,062	0,475	5,040	6,45
				Permeado	5,654	0,033	0,031	0,211	0,012	0,000	0,480	5,131	
				Retentado	15,858	1,942	0,197	12,392	11,134	0,893	1,545	2,089	
4	1,8	2	15	Aliment.	6,145	0,138	0,043	0,879	0,607	0,060	0,613	4,822	6,50
				Permeado	5,465	0,039	0,036	0,246	0,013	0,000	0,619	4,796	
				Retentado	15,813	1,798	0,135	11,471	10,610	0,893	1,245	2,930	
5	2,7	1,4	15	Aliment.	6,030	0,147	0,038	0,938	0,694	0,073	0,638	4,587	6,50
				Permeado	5,396	0,035	0,030	0,223	0,029	0,000	0,615	4,721	
				Retentado	15,674	1,739	0,177	11,093	9,964	0,893	1,689	2,951	
6	2,7	1,4	15	Aliment.	6,177	0,152	0,040	0,970	0,714	0,065	0,648	4,710	6,45
				Permeado	5,339	0,036	0,031	0,232	0,031	0,000	0,635	4,642	
				Retentado	15,662	1,698	0,165	10,833	9,779	1,012	1,625	3,080	
7	2,7	1,4	15	Aliment.	6,074	0,152	0,039	0,967	0,719	0,063	0,638	4,616	6,5
				Permeado	5,412	0,040	0,032	0,255	0,048	0,000	0,615	4,716	
				Retentado	16,568	1,869	0,181	11,924	10,769	0,963	1,516	3,138	

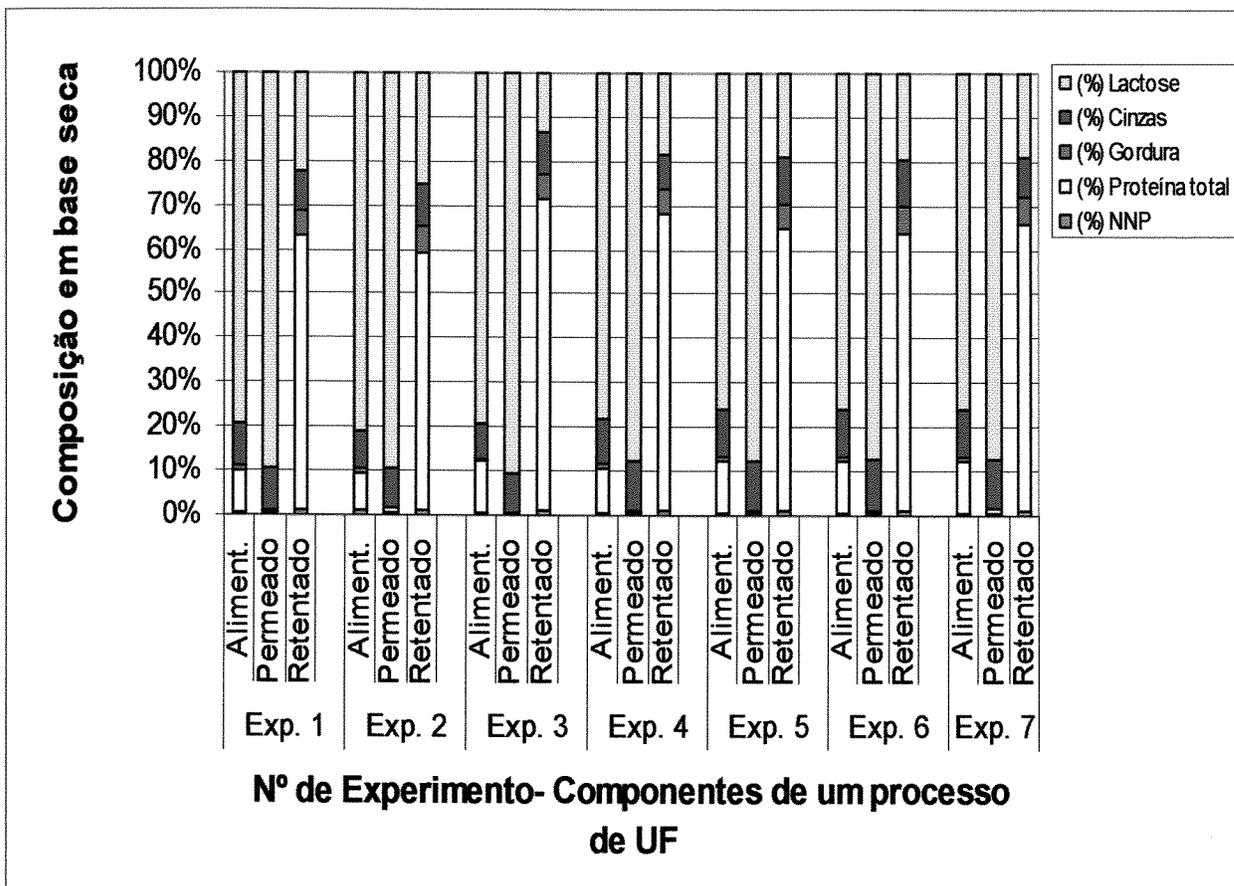


Figura 5.2. Composição, em base seca, da alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração, até F_c igual a 15 e temperatura de 50° C; para cada condição, de acordo com o planejamento experimental.

5.2. Avaliação do desempenho da membrana de UF

5.2.1. Retenção e Rendimento Protéico

A partir dos dados da Tabela 5.6 calculou-se os coeficientes de retenção (CR), a retenção protéica (RT) e o rendimento protéico (Re) através das equações (3.3), (4.3) e (4.4), respectivamente, gerando os valores apresentados na Tabela 5.7. Observa-se que os valores do CR, RT e Re calculados a $F_c = 15$ são muito próximos, para todas as corridas, sendo que o

rendimento protéico ficou próximo de 99%, indicando uma grande retenção de proteínas pela membrana, a rejeição ou a retenção é o fator mais importante para se determinar o rendimento e a separação de uma membrana particular. Segundo Matthews *et al.* (1976) e Lewis & Reuter (1979), numa mistura de proteínas, como o soro de queijo, é altamente provável que as de alto peso molecular sejam concentradas preferencialmente, o que no caso de soro, ocorreria com as imunoglobulinas e com a albumina do soro bovino.

Tabela 5.7. Valores dos coeficientes de retenção (CR), retenção protéica (RT) e rendimento protéico (Re) das corridas experimentais de ultrafiltração.

Exp	Vazao (m ³ /h)	Pressão (kg/cm ²)	CR (%)	RT (%)	Re (%)
1	3,6	0,7	98,096	99,442	98,501
2	1,8	0,7	96,756	99,340	98,228
3	3,6	2	98,296	99,879	99,672
4	1,8	2	97,856	99,868	99,643
5	2,7	1,4	97,987	99,698	99,185
6	2,7	1,4	97,862	99,684	99,148
7	2,7	1,4	97,860	99,752	99,331

Utilizando como resposta o rendimento protéico apresentado na Tabela 5.7, aplicou-se o método de superfície de resposta (RMS) para analisar o efeito das variáveis independentes (pressão transmembrana e vazão volumétrica) sobre este, obtendo os valores mostrados na Tabela 5.8. É importante ressaltar que pelo fato de não considerar os pontos axiais, o RMS apenas indica a tendência dos parâmetros independentes.

Tabela 5.8. Resultados estatísticos obtidos para a vazão volumétrica, pressão transmembrana e a interação entre esses efeitos sobre o rendimento protéico da UF.

	Coeficiente Regressão.	Desvio padrão	T (2)	p	Lim. Conf. -95%	Lim. Conf. -95%
Média*	0,9937	0,00104	1,2730	0	0,9904	0,9970
Pressão (P)	0,0017	0,001375	0,5456	0,293	-0,002625	0,006125
Vazão (V)	0,00017	0,001375	0,5456	0,623	-0,003625	0,005125
P x V	0,0075	0,001375	0,05456	0,623	0,005125	0,003625

- $p < 0,05$ (estatisticamente significativo a 95% de confiança)

Pelos valores de p , observou-se que o efeito da pressão transmembrana e da vazão volumétrica, ou de ambos conjuntamente, sobre o rendimento protéico não foi significativo, sendo assim, a variação desses parâmetros não influem neste coeficiente. Este resultado está de acordo com a literatura, uma vez que o rendimento protéico é função da interação do produto e da membrana, bem como das dimensões físicas de ambos, não sendo afetado pelos parâmetros operacionais vazão e pressão (Peri & Setti, 1976; Cheryan, 1986; Lewis, 1982).

5.2.2 Variação da relação Pt/Lact

Através da análise estatística foram verificadas as influências da vazão volumétrica e de pressão transmembrana, e a combinação de ambos, sobre as porcentagens de variação da relação Pt/Lact. A Tabela 5.9 apresenta para cada combinação de vazão volumétrica e pressão transmembrana, os valores da porcentagem da variação Pt/Lact calculados através da Equação 4.5.

É possível verificar que os experimentos 3 e 4 apresentaram as maiores variações da relação Pt/Lact, sendo que, para o experimento 3, a relação assumiu o valor de 3.610,9 %, superior ao obtido para o experimento 4 (2.774,2%), e muito acima dos demais experimentos. Como será visto mais adiante, o experimento 3 foi o que também apresentou maior fluxo de permeado.

Tabela 5.9. Porcentagem de variação Pt/Lact no retentado a $F_c = 15$ em relação à alimentação, e em função da vazão volumétrica e da pressão transmembrana.

Exp	Vazão (m ³ /h)	Pressão (Kg/cm ²)	(%) Variação
			Pt/Lact
1	3,6	0,7	2222,1
2	1,8	0,7	2092,1
3	3,6	2,0	3610,9
4	1,8	2,0	2774,2
5	2,7	1,4	2131,8
6	2,7	1,4	1994,7
7	2,7	1,4	2103,5

A Tabela 5.10 apresenta os resultados obtidos do cálculo estatístico do efeito de vazão volumétrica, da pressão transmembrana e da interação entre os dois parâmetros na porcentagem de variação da relação Pt/Lact. Estes resultados nos permitem afirmar que, para as condições estudadas, os parâmetros de vazão volumétrica de alimentação e pressão transmembrana e a interação entre eles exercem efeito significativo sobre a porcentagem de variação da relação Pt/Lact. Do ponto de vista da composição química, o efeito positivo ocorreu para maior pressão transmembrana (2kg/cm^2) e de uma forma mais intensa para as altas vazões.

Tabela 5.10. Resultados estatísticos obtidos para a vazão volumétrica, pressão transmembrana e da interação entre esses efeitos sobre porcentagem de variação Pt/Lact a $F_c = 15$.

	Coefficiente Regressão	Desvio padrão	T (2)	p	Lim. Conf. -95%	Lim. Conf. -95%
Média*	2418.495	27.36839	88.36819	0.000128	2300.738	2536.252
Pressão(P)	517.707	36.20497	14.29934	0.004855	723.860	1346.696
Vazão (V)	241.643	36.20497	6.67430	0.021720	171.731	794.84
P x V	176.688	36.20497	4.88021	0.039516	41.821	664.930

- $p < 0,05$ (estatisticamente significativo a 95% de confiança)

5.3. Fluxo de permeado de MF

Segundo a Figura 5.3, pode-se verificar que para todos os processos de microfiltração realizados sob as mesmas condições de pressão (0,5 bar) e vazão volumétrica de $4,3 \text{ m}^3/\text{h}$, a temperatura de 50°C e até $F_c = 11,5$, houve uma significativa concordância entre os dados experimentais de fluxo de permeado. Observa-se uma variação de até 10% (1250 kg/h.m^2 a 1300 kg/h.m^2) entre os experimentos 3,4,6,7, enquanto os outros experimentos 1, 2 e 5 variam de 950 kg/h.m^2 a 1250 kg/h.m^2 , representando, aproximadamente 30%, e indicando que a repetibilidade dos experimentos dependem das condições iniciais de fluxo da membrana e, possivelmente, das variações das condições iniciais da matéria prima.

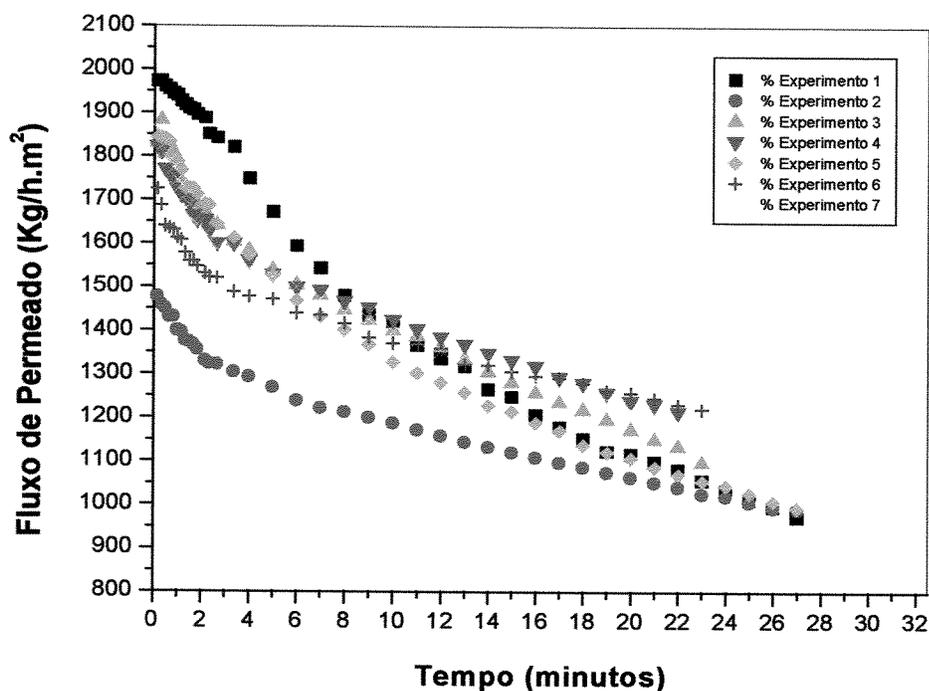


Figura 5.3. Curvas de fluxo de permeado de soro pré-tratado em função do tempo, durante a microfiltração, até F_c igual a 11,5, à temperatura de 50° C e para uma vazão de 4,3 m³/h e pressão transmembrana de 0,5 bar.

5.4. Fluxo de permeado de UF

5.4.1. Influência dos parâmetros operacionais

A curva de fluxo para cada experimento foi feita para membrana polisulfona 10 kDa a partir dos dados experimentais, e está representada no Anexo I, para cada condição de vazão e pressão estabelecida pelo planejamento experimental. Na Tabela 5.11 observa-se que os dois maiores valores de fluxos obtidos até fator de concentração igual a 15 ocorreram para as combinações de vazão volumétrica de alimentação e pressão transmembrana de 3,6 m³/h e 2 bar (Exp. 3), e de 1,8 m³/h e 2 bar (Exp. 4), respectivamente; sendo que, para o experimento 3, o fluxo de permeado médio foi de 63,73 kg/h.m², e para o experimento 4, foi de 55,04 kg/h.m²; sendo estes valores de fluxo de permeado médio calculado pelo método do trapézio.

Tabela 5.11. Valores de fluxo de permeado utilizado como resposta para análise dos efeitos das variáveis independentes (pressão transmembrana e vazão volumétrica da alimentação).

Exp	Vazão (m ³ /h)	Pressão (Kg/cm ²)	Vazão (m ³ /h)	Pressão (kg/cm ²)	Fluxo de Permeado (Kg/h.m ²) a Fc 15	Fluxo de Permeado médio (Kg/h.m ²) a Fc 15
1	-1	1	3,6	0,7	29,7	36,9
2	-1	-1	1,8	0,7	26,5	29,3
3	1	1	3,6	2	53,8	63,7
4	1	-1	1,8	2	49,3	55,0
5	0	0	2,7	1,4	38,6	45,3
6	0	0	2,7	1,4	39,5	47,3
7	0	0	2,7	1,4	41,1	48,7

Observa-se, na Figura 5.4, que as curvas de fluxo de permeado em função do tempo, obtidas através dos dados experimentais (calculado pela relação entre a massa acumulada e o tempo acumulado, Equação 1.1), apresentaram comportamento característico.

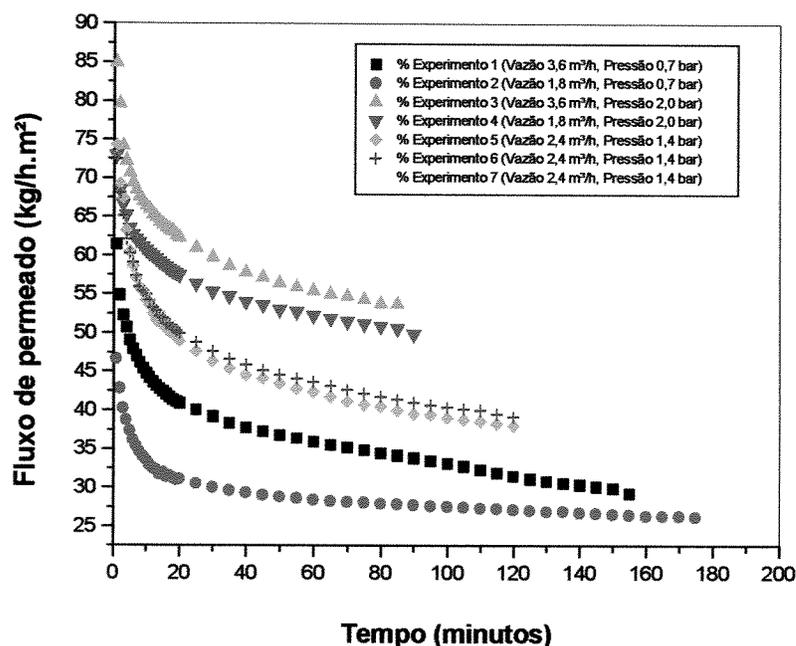


Figura 5.4. Curvas de fluxo de permeado de soro (permeado de microfiltração) em função do tempo, durante a ultrafiltração, até Fc igual a 15, a temperatura de 50° C, para as diversas condições do planejamento experimental.

Ramachandra Rao *et al.* (1995), em estudo de ultrafiltração de soro em membrana polietersulfona ES 625, de massa molecular de corte de 25.000 Da e área de 0,8 m², obtiveram um fluxo em torno de 70 L/m²h, trabalhando nas condições de pH 7,0, a 50°C e uma pressão transmembrana média de 3,5 bar. Esse valor de fluxo foi maior do que o obtido no presente estudo, em que se obteve em torno de 55 L/m²h, trabalhando com uma vazão volumétrica de 3,6 m³/h e uma pressão transmembrana de 2,0 bar.

Considerando os volumes iniciais de 97,7 a 105 litros de soro microfiltrado utilizados durante as corridas de UF; em termos do tempo de processamento, e considerando os fluxos de permeados até Fc =15 apresentados na Tabela 5.11, pode-se separar as corridas em três grupos (Figura 5.2). O primeiro grupo seria formado pelos experimentos 3 e 4, que foram aquelas que apresentaram o menor tempo de processamento (85–90 minutos) em consequência de um fluxo de permeado maior, durante a etapa de ultrafiltração. O segundo grupo seria formado pelos experimentos 5, 6 e 7 (os denominados pontos centrais) com um tempo de processamento de 110 a 140 minutos; E o terceiro grupo seria formado pelos experimentos 1 e 2, que apresentaram o maior tempo de processamento, cerca de 155 minutos, esse fato devido aos menores valores de fluxo de permeado: 36,93 kg/h.m² e 29,31 kg/h.m², respectivamente.

Pelas análises do valor de p na Tabela 5.12, utilizando os valores descritos na Tabela 5.10, observa-se que, para as condições estudadas, a pressão transmembrana (P) exerceu maior influência sobre o fluxo de permeado global que a vazão volumétrica (V).

Tabela 5.12. Dados estatísticos obtidos para a vazão volumétrica, pressão transmembrana e a interação entre esses efeitos, sobre o fluxo de permeado global.

	Desvio padrão	T (2)	p	Lim. Conf. -95%	Lim. Conf. -95%
Média*	0,64586	72,151	0,000192	43,82106	49,37894
Pressão (P)	1,7088	15,362	0,004211	18,89762	33,60238
Vazão (V)	1,7088	4,769	0,041259	0,79762	15,50238
P x V	1,7088	0,32	0,778083	-6,80238	7,90238

• p<0,05 (estatisticamente significativo a 95% de confiança)

O efeito positivo da pressão transmembrana (quanto maior a pressão, maior o fluxo) e da vazão volumétrica no fluxo de permeado (indicado pela tabela 5.12), pode ser justificado pela proximidade dos valores dos pontos centrais. A boa repetibilidade dos experimentos e, principalmente, dos pontos centrais, é importante para a geração de pequenos erros puros, de modo a trazer análises de dados confiáveis e resultados coerentes. Quando esses erros puros são elevados, o resultado traz uma análise contrastante com as experiências ou a lógica.

5.4.2. Ajuste dos Modelos Matemáticos

A partir dos dados experimentais de permeação para os processos de UF foram calculados os coeficientes "b" para o modelo de Kuo & Cheryan (1983) e K_p e K_f para Wu *et al.* (1991). A Tabela 5.13 apresenta os valores destes coeficientes obtidos por cálculo através do programa Statística 5.5.

Aplicando-se o modelo de Kuo & Cheryan (1983) aos dados experimentais, obteve-se, para os experimentos 3 e 4, os menores valores para o parâmetro "b" (0,1048 e 0,0814, respectivamente). Conforme os autores, esse fato implica em um alto fluxo de permeado, fato também observado neste trabalho. Deve-se destacar que as condições de pH do soro, membrana em escala piloto, e processos físicos de preparação de matéria prima levaram ao processo de UF produtos em condições semelhantes, justificando, assim, os valores absolutos de "b" muito parecidos aos encontrados neste trabalho (0,0814 a 0,1379) com o valor (0,126) obtido por Kuo & Cheryan (1983) a pH 7 e temperatura de 50°C.

Os valores absolutos de K_p e K_f obtidos por Wu *et al.* (1991) estão próximos aos valores obtidos neste trabalho, sendo que os primeiros autores encontraram valores de K_p entre 0,0315 e 0,0328 e de K_f entre 0,0269 e 0,0337, para diferentes soluções de proteínas. Neste trabalho os valores de K_p estiveram entre 0,014 e 0,0344, com a exceção do experimento 1, que apresentou o valor 0,1231. Já o valor de K_f variou entre 0,0212 e 0,0651. No caso deste parâmetro, no experimento 2 verificou-se que o declínio de fluxo foi o mais suave entre todas as corridas, conforme discutido por Wu *et al.* (1991).

Tabela 5.13. Valores dos coeficientes dos modelos matemáticos determinados através do ajuste dos dados das corridas experimentais.

Exp	Vazao (m ³ /h)	Pressão (kg/cm ²)	Kuo e Cheryan (1983)*	Wu et. al (1991)**	
			b	Kp	Kf
1	3,6	0,7	0,1350	0,1231	0,0212
2	1,8	0,7	0,1214	0,0344	0,0651
3	3,6	2	0,1048	0,0227	0,0563
4	1,8	2	0,0814	0,0140	0,0428
5	2,7	1,4	0,1379	0,0282	0,0456
6	2,7	1,4	0,1243	0,0238	0,0343
7	2,7	1,4	0,1217	0,0140	0,0483

* Calculado segundo o modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983)

** Calculado segundo o modelo matemático de Wu *et al.* (1991)

A Tabela 5.14 apresenta os coeficientes de regressão (R^2) obtidos para o ajuste dos dados experimentais dos modelos matemáticos de Kuo & Cheryan (1983) e de Wu *et al.* (1991). Para valores de R^2 maior ou igual a 0,90 é um bom indicativo do grau de concordância entre os valores experimentais e os preditos pelos modelos. Conforme os valores de R^2 para o modelo de Kuo & Cheryan (1983) verifica-se um melhor ajuste, uma vez que esse valor foi, em média, 0,98, enquanto que para o modelo de Wu *et al.* (1991) o R^2 apresentou valor médio de 0,96.

Tabela 5.14. Coeficientes de regressão (R^2) dos modelos matemáticos de Kuo&Cheryan (1983) e de Wu *et al.* (1991).

Experimento	Pressão (bar)	Vazão (m ³ /h)	Valor de R^2 – Kuo e Cheryan (1983)	Valor de R^2 – Wu et al. (1991)
1	0,7	3,6	0,9979	0,9558
2	0,7	1,8	0,9653	0,9587
3	2	3,6	0,9998	0,9723
4	2	1,8	0,9989	0,9756
5	1,4	2,7	0,9967	0,9754
6	1,4	2,7	0,9977	0,97454
7	1,4	2,7	0,9990	0,9756

Outra forma de verificar a concordância dos dados experimentais com os preditos pelo modelo é através da análise da dispersão, que é o gráfico dos resíduos em função dos valores preditos pelos modelos matemáticos. Uma dispersão positiva ou negativa da mesma magnitude em torno de zero, para os diversos valores de fluxo de permeado, é um indicativo de bom ajuste. No caso da distribuição dos resíduos no modelo de Kuo & Cheryan (1983), percebe-se que a distribuição da dispersão na Figura 5.6 é mais aleatória do que a dispersão do modelo matemático de Wu *et al.* (1991), representado na Figura 5.8. Estas diferenças podem ser entendidas conforme discutido no item 3.7.

Os gráficos de distribuição dos resíduos de todos os experimentos de ambos os modelos matemáticos podem ser visualizados no Anexo IV.

As Figuras 5.5 e 5.7 apresentam os gráficos gerados pelo *software Statistica 5.0*. Os pontos azuis representam os dados experimentais, enquanto que a curva em vermelho define os valores de fluxo teórico calculado através dos modelos matemáticos.

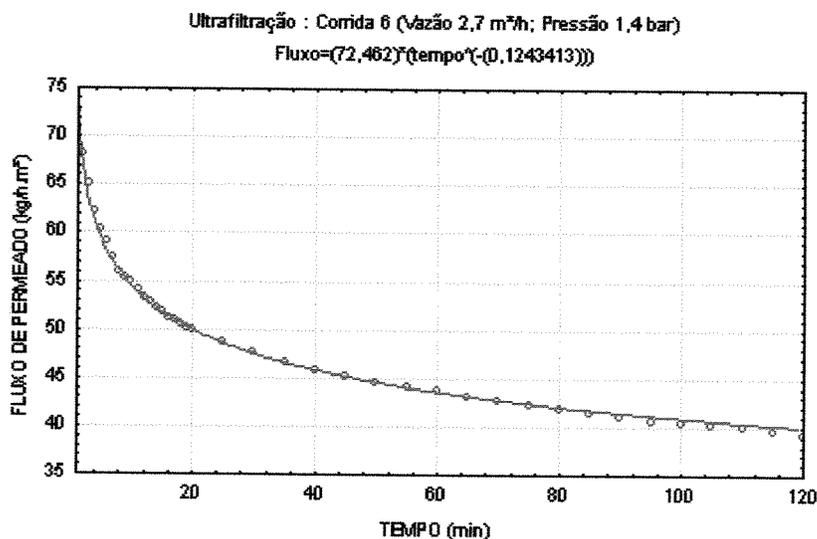


Figura 5.5. Experimento 6 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Kuo & Cheryan (1983) (--) para as condições : vazão de 2,7 m³/h, e pressão transmembrana de 1,4 bar.

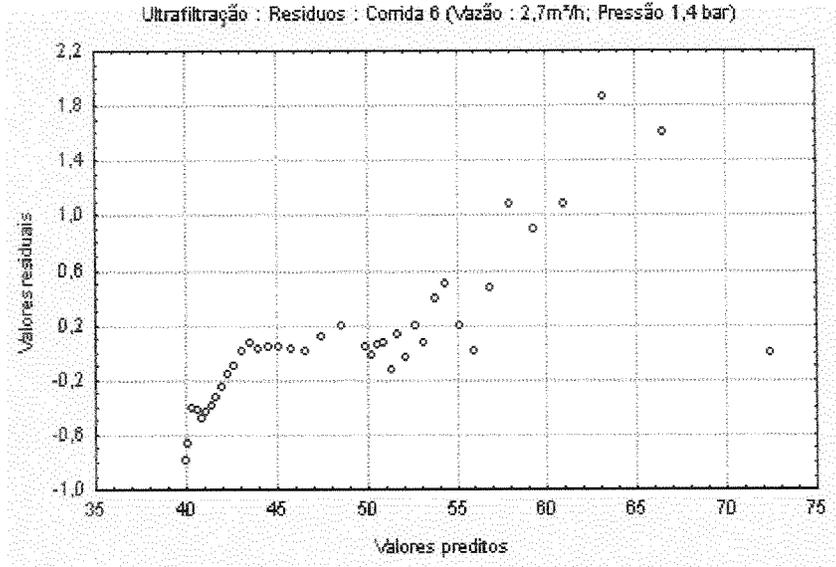


Figura 5.6. Experimento 6 : Gráfico dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Kuo & Cheryan (1983) para as condições : vazão de 2,7 m³/h, e pressão transmembrana de 1,4 bar

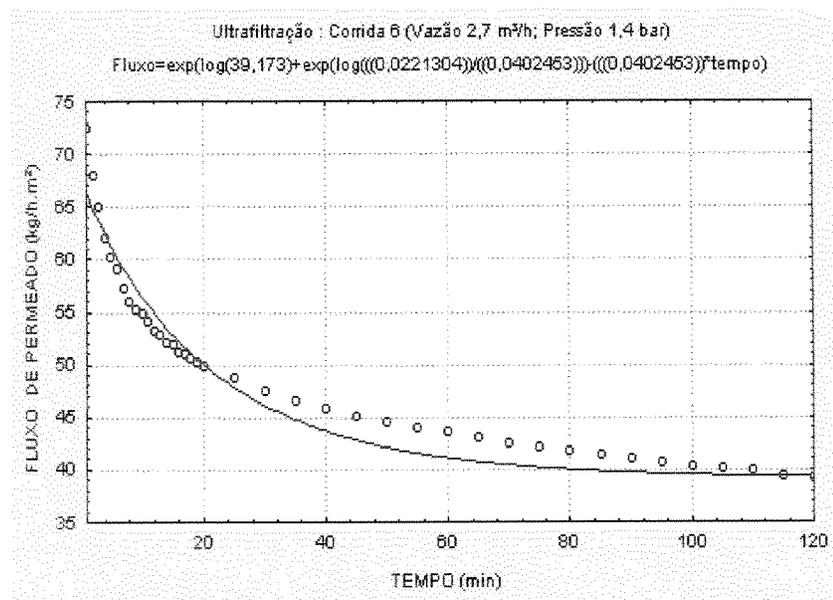


Figura 5.7. Experimento 6 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Wu *et al.*(1991) (--) para as condições : vazão de 2,7m³/h, e pressão transmembrana de 1,4 bar.

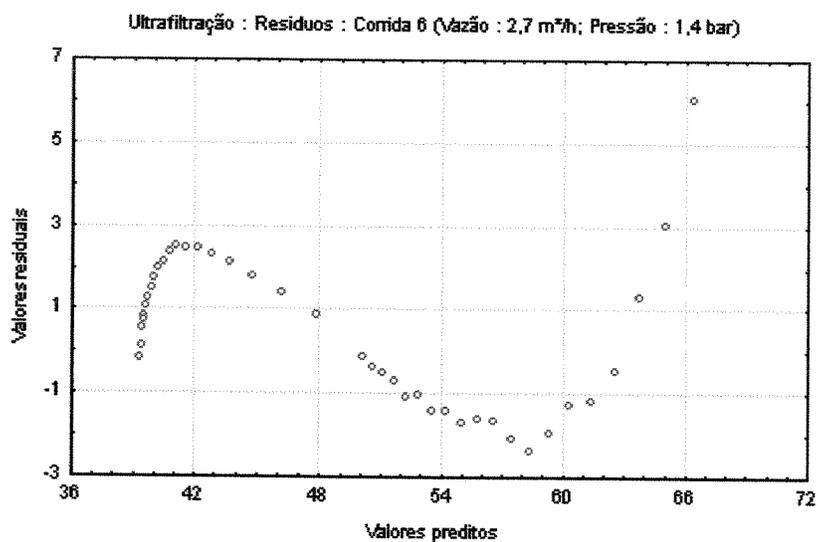


Figura 5.8. Experimento 6 : Gráfico dos resíduos (\circ) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Wu *et al.*(1991) (---) para as condições : vazão de 2,7 m³ / h, e pressão transmembrana de 1,4 bar.

6. CONCLUSÕES

1. O processo de concentração das proteínas do soro pré-tratado através de ultrafiltração, utilizando membrana de polissulfona, com massa molecular de corte de 10 kDa, até Fc 15, resultou em um CPS com elevado teor de proteína total, em média de 64,04 % em base seca.
2. O uso da etapa de microfiltração utilizando membrana cerâmica de 1,4 μm reduziu o teor de gordura do soro pré-tratado, em média, de 80 a 82% em base seca. No entanto, o emprego do pré-tratamento térmico de 55°C por 15 minutos com ajuste de pH a 7,3, resultou numa perda de 6,8% de sólidos totais e 14% de proteína total do soro.
3. O maior valor encontrado para porcentagem de variação da relação Pt/Lact (3.610,9 %) durante a ultrafiltração do soro microfiltrado foi obtida na condição de vazão volumétrica de 3,6 m^3/h e pressão transmembrana de 2 bar, até Fc igual a 15.
4. Na faixa de condições operacionais estudadas, isto é, vazão volumétrica entre 3,6 e 1,8 m^3/h e pressão transmembrana entre 0,7 e 2 bar, verificou-se valores experimentais de fluxo de permeado médio, para um Fc =15, na faixa de 29,31 até 63,73 $\text{kg}/\text{h}\cdot\text{m}^2$. O máximo fluxo de permeado médio calculado foi obtido na condição de 3,6 m^3/h e 2 bar e corresponde ao valor de 63,73 $\text{kg}/\text{h}\cdot\text{m}^2$.
5. A pressão transmembrana exerceu maior influência que a vazão volumétrica no aumento de fluxo de permeado e da relação Pt/Lact .
6. A aplicação do modelo de Kuo e Cheryan (1983) revelou bom ajuste entre os dados experimentais e os calculados pelo modelo, para o fluxo de permeado em função do tempo. Isto é decorrente do fato da similaridade de condições do trabalho experimental.

-
7. Os experimentos da etapa de microfiltração para redução de teor de gordura apresentaram boa repetibilidade, para as condições de pressão transmembrana igual a 0,5 bar e vazão volumétrica de 4,30 m³/h. O fluxo de permeado variou em até 30% para Fc igual a 11,5.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANON. “ Amino acid profile of select proteins”. **Food Process**. v 35, n 8, p 24, 1975.

AOAC. Methods of Analysis. 16a.ed., Washington D.C., **Assoc. Official Analytical Chemists**, 1995.v1.

AOAC. Methods of Analysis. 16a.ed., Washington D.C., **Assoc. Official Analytical Chemists**, 1995.v2.

BASTIAN, E.D., COLLINGE, S.K.; ERNSTROM, C.A. Ultrafiltration: Partitioning of Milk Constituents into Permeate and Retentate. **Journal of Dairy Science**, nº 74, p. 2423-2434, 1991.

BENITO, J.J.S; Processamento de leite desnatado por ultrafiltração e hiperfiltração, trad. Pusilac A.S.: Skimmilk processing by ultrafiltration and hiperfiltration. **Revista do ILCT**, Dinamarca, nov-dez, p. 41-47, Nov- Dez, 1980.

BHATTACHARJEE, CH.; SIDDHARTA D. A mass transfer model for the prediction of rejection and flux during ultrafiltration of PEG-6000. **Journal of Membrane Science**, v. 125, p. 303-310, 1997.

BRULE, G; REAL DEL SOL, E.; FAUQUANT, J.; FIAULD, C. Mineral salts stability in aqueous phase of milk: influence of heat treatments, **Journal of Dairy Science**, v 61, p1225-1232, 1978.

BRUNS, R.E; BARROS NETO, B.J.; SCARMINO, I.S.. **Planejamento e otimização de experimentos**, Campinas, SP, Editora da Unicamp, 1995, 299p.

CARIC', M.D.; MILANOVIC', S.D.; KRSTIC', D.M.; TEKIC', M.N.. Fouling of inorganic membranes by adsorption of whey proteins. **Journal of Membrane Science**, v. 165, p. 83-88, 2000.

CHEREMISINOFF P.N., Membrane Filtration, Solids/Liquids Separations, **Process Engineering Handbook Series**, U.S.A, cap 8, 1995, p 269-310.

CHERYAN, M. **Ultrafiltration Handbook**; Pennsylvania (U.S.A): Technomic Publishing Company Inc. Lancaster PA, 1986; 375 p.

CHERYAN, M. **Ultrafiltration & Microfiltration Handbook**; Pennsylvania (U.S.A) Technomic Publishing Company Lancaster PA, 1998. 560 p.

DAUFIN,G.; MERIN,U. Fouling of inorganic membranes in filtration processes of dairy products. In : IDF Special Issue 9504 : Fouling and cleaning in pressure driven membrane processes. Brussels : **International Dairy Federation**, 1995, n.9504, cap3, p.60-65. (International Dairy Federation Special Issue)

DELANEY,R.A.M., " Composition, properties and uses o whey protein concentrates" **J.Soc . Dairy Technology**. v29, n 2 : p 91 – 101,1976.

EIGEL, W.N; BUTLER, J.E.; ERNSTROM, C.A; FARRELL, JR.; HARWALKAR, V.R., JENNESS, R., WHITNEY, R.M. Nomenclature of proteins of cow's milk: fifth revision. **Journal Dairy Science**. v 67, p. 1599 – 1631, 1984.

FACHIN, L. **Ultrafiltração do soro de queijo-influência do pH e tratamento térmico no fluxo de permeado e nas propriedades emulsificantes do concentrado protéico de soro**. Campinas, 1999 , pp 90 . Dissertação (Mestre em Tecnologia de Alimentos), Faculdade de Engenharia de Alimentos, Unicamp.

FI- Food Ingredients, South America, Brasil, nº17, p31-33, mar/abr 2002.

FIL-IDF - INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION. Determination of the total nitrogen content of milk by Kjeldahl method . no. 20, Brussels, Belgium, 1962.

FOX ,P.F. Developments of Dairy Chemistry. Lactose and minor constituents. Essex, England, **Elsevier Applied Science**, 1985, 405 p.

GÉSAN, G.; BOYAVAL, E.; DAUFIN, G. Critical stability conditions in crossflow microfiltration of skimmed milk : transition to irreversible deposition. **Journal of Membrane Science**, v.158, p. 211-222, 1999.

GÉSAN, G.; DAUFIN G.,MERIN U. LABBE, J.P.QUEMERAIS A. , “Microfiltration performance : physicochemical aspects of whey pretreatment”, **Journal of Dairy Research Great Britain** , v 62,p 269 – 279. 1995.

GÉSAN, G.; DAUFIN, G; BOYAVAL, E; LE BERRE, O. Wall shear stress: effective parameter for the characterization of the cross-flow transport in turbulent regime during skimmed milk microfiltration, **Lait**, v 79, n.3, p. 347-354, 1999.

GHOSH R., CUI Z.F., Simulation study of the fractionation of proteins using ultrafiltration, **Journal of Membrane Science** v180, p 29-36, 2000.

GLOVER, F.A.; & GRANDISON, A.S. Membrane processing of milk. In : ROBINSON, R.K. (Ed) **Modern dairy technology : advances I milk processing**. 2. ed. London : Chapman & Hall, 1994, v. 1, cap 6, p. 273 – 312.

GUN TRAGARD, New developments in membrane processing, A. G. Gaonkar, **Food Processing, Recent Developments**,Editor Elsevier Science B.V., U.S.A. 1995 Cap 6, p 87-109.

HAROHALLY, G.R.R.; LEWIS M.J.; GRANDISON, A.S., Effect of pH on flux during ultrafiltration of sweet whey and buttermilk, **Journal of Dairy Research** Great Britain, v 62, p441- 449, 1995.

HARPER W.J. “Whey Proteins” **Food Technology** N.Z. v19, n.3, p21, 1984.

HAYES, J.F.; DUNKERLEY, J.A.; MULLER, L.L.; GRIFFIN, A.T. Aust. J. Dairy Technol. 29, 132p. 1974. Apud. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v 27, n.4, p 662-664, 1979.

HICKEY, M.W.; HILL, R.D.; SMITH, B.R. Investigations into the ultrafiltration and reverse osmosis of whey I. The effects of certain pretreatments. New Zealand, **Journal of Dairy Science and Technology**, v15, n.2, p 109-121, 1980.

HIDDINK, R.J.; DE BOER, R.; NOOY, P.F.C. Effect of various pre-treatments on the ultrafiltration of sweet cheese whey at about 55°C, **Milchwissenschaft**, v. 36, no.11, 657-663, 1981.

HILL, A.R. Thermal Precipitation of Whey Proteins. **Milchwissenschaft**, v. 43, n.9, p. 565-567, 1988.

HOLLAR, C.M.; PARRIS, N.; HSIEH, A.; COCKLEY, K.D. Factors affecting the denaturation and aggregation of whey proteins in heat whey protein concentrates mixtures, **Journal Dairy Science**, v 78, p 260-267, 1995.

HUFFMAN, L.M. Processing Whey Protein for use as a food ingredient. **Food Technology** v50, n.2, p 49 – 52, 1996.

IDF - BULLETIN OF THE INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION, General Trends 1990-1999, Part 1, Belgium, n. 359, cap1, p. 1-48, 2001.

JELEN, P. & LUTZ, S. Functional dairy. In : MAZZA, G. **Functional Foods, biochemical & processing aspects**. Lancaster : Technol. Publishing Co., Inc. pp 355 – 378, 1998

JOST,R.; JELEN,P. Cross-flow microfiltration – An extension of membrane processing of milk and whey. **Bulletin of the international Dairy Federation**, Brussels, n° 320, p 9-15, 1997.

KELLY,P.M.; TUOHY,J.J. The effectiveness of microfiltration for the removal of microorganisms. **Bulletin of the International Dairy Federation**, Brussels, n° 320, p. 16-25, 1997.

KESSLER,H.G. Engeneering aspects of currently available technological processes. **Bulletin of the International Dairy Federation**, Brussels, n 320, p. 16-25, 1997.

KHAMRUI, K.; PAL D.; RAJORHIA, G.S. Production of ready – to – reconstitute beverages from Cheddar cheese whey and Kinnow mandarin juice. **Milk Science International**, v 56, n° 10, p 541-600, 2001.

KNIPSCHILDT, M.E. ; ANDERSEN G.G., Drying of milk and milk products, R.K. Robinson In: **Modern Dairy Technology, v1 ,Advances in Milk Processing**. Second Edition, Great Britain, Chapman and Hall Publisher 1994, v1, cap1.

KUO, K. P.; CHERYAN, M., Ultrafiltration of Acid Whey in a Spiral-Wound Unit: Effect of Operating Parameters on Membrane Fouling, **Journal of Food Science**, V. 48, p. 1113-1118, 1983.

LE BERRE, O.; DAUFIN, G. Microfiltration (0,1 µm) of milk : effect of proteins size and charge. **Journal of Dairy Research**, v.65, p. 443-455, 1998.

LEE, D.N.; MERSON, R.L. Chemical treatments of cottage cheese whey to reduce fouling of ultrafiltration membranes, **Journal of Food Science**,v 41, n.4, p. 778-786, 1976.

LEWIS, M.J. Concentration of proteins by ultrafiltration. In: HUDSON, J.F., ed. **Developments in Food Proteins**. Vol.1. London & New York, Applied Science Publishers, 1982. cap3, p. 91-130.

LEWIS, M.J. Ultrafiltration, A.S. Grandison and M. J. Lewis, **Separation processes in the food and biotechnology industries, Principles and applications**, Technomic Publishing AG CO., England, 1996 , Cap 4, p 97 – 139.

LEWIS , M.J.; REUTER, M. A., A study of Protein Rejections Rates During Ultrafiltration and the Effects Upon the Protein Composition of the Concentrated Product. **Journal Science Food Agricultural**, v 10, p 1015-1010, 1979

MALDONADO, J. Membranas e Processos de Filtração; **Inst. Nacional de Tecnologia – INT**: Rio de Janeiro, Brazil, 1991, p. 7 –28.

MANGINO, M.E. Physicochemical aspects of whey protein functionality. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v.67, n.11, p. 2711-2722, 1984.

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

MATTHEWS, M.E.; AMUNDSON, C.D.; HILL, JR.C.G. Changes in the distribution of Nitrogenous Fractions of Cheddar Cheese Whey During Ultrafiltration. **Journal of Dairy Science** , v 59, n. 6, p. 1033-1041, 1976

MAUBOIS, J.L. Ultrafiltration of whey. **Journal of the Society of Dairy Technology**, v. 33, n. 2, p. 55-58, 1980.

MAUBOIS, J.L.; OLLIVIER, G. Milk protein fractionation. In: IDF. Special Issue 9201: New applications of membranes processes. Brussels: **International International Dairy Federation**, Brussels, Cap 2, p. 15-22, 1992

MAUBOIS, J.L. Current uses and future perspectives of microfiltration technology in the dairy industry. **Bulletin of the International Dairy Federation**, Brussels, nº320, p. 37-40, 1997.

MERIN, U.; CHERYAN, M. Factors affecting mechanism of flux decline during ultrafiltration of cottage cheese whey. **Journal Food Process. Preserv**, v 4, p.183, 1980.

MODLER W. H. Milk Processing, Shuryo Nakai, H. Wayne Modler, **Food Proteins Processing Applications**, Wiley – VCH, Inc, United States of America, 2000, p 1– 88, cap1.

MORR, C.V.. Functionality of Heated Milk Proteins in Dairy and Related Foods, **Journal Dairy Science**, vol.68, p. 2773-2781, 1985.

MORR, C.V.; GERMAN, B.; KINSELLA, J.E.; REGENSTEIN, J.M.; VAN BUREN, J.P.; KILARA, A.; LEWIS, B.A.; MANGINO, M.E. A collaborative study to develop a standardized food protein solubility procedure, **Journal of Food Science**, v.50, p. 1717-1718, 1985.

MULLER, L.L; HARPER, W.J. Effects on membrane processing of pre-treatments of whey, **Journal Agric. Food Chemistry**, v. 27, n.4, p. 662-664, 1979.

MUSALE, D.A.; KULKARNI, S.S. Effect of whey composition on ultrafiltration performance. **Journal Agric. Food Chemistry**, v. 46, p.4717-4722, 1998.

OLESEN, N.; JENSEN, F. Microfiltration: the influence of operation parameters on the process. **Milchwissennchaft**, Munich, v. 44, nº 8, p. 476-479, 1989.

OSTERGAARD B. , Applications of Membrane Processing in the Dairy Industry; Diarmuid MacCarthy; In: **Concentration and Drying of Foods**, Elsevier Applied Science Publishers, England, 1989, p 133-145.

PATOCKA, J.; JELEN, P. Calcium chelation and other pretreatments for flux improvement in ultrafiltration of cottage cheese whey, **Journal of Food Science**, v. 52, n.5, p. 1241-1244, 1987.

PAULSON,D. J.; WILSON, R. L.; SPATZ,D.D. Crossflow membrane technology and its applications. **Food Technology**, Chicago, v.38, n.12, p. 77-87, 1984.

PEARCE,R.J.; MARSHALL, S.C.; DUNKERLEY J.A. Reduction of Lipids in whey protein concentrates by microfiltration – Effect on functional properties. Inc: **New Application of Membrane Processes, International Dairy Federation**, nº 9201, Brussels, p. 160, 1992.

PENDERSEN,P.J. Microfiltration for the reduction of bacteria in milk and brine. In: IDF Special Issue 9201 : New applications of membranes processes. Brussels : **International Dairy Federation**, 1992, p. 33-50, cap 4.

PETRUS, J.C.C. **Preparação, modificação e caracterização de membranas assimétricas para a clarificação de sucos de frutas**. Campinas, 1997.139p Tese (Doutor em Engenharia de Alimentos)- Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.

PIERRE, A., LE GRAET, Y., DAUFIN, G. MICHEL, F. & GESAN, G., Whey Microfiltration performance : influence of protein concentration by ultrafiltration and of physicochemical pretreatment, **Lait** v. 74, p. 65-77, 1994

POULIOT, Y ,JELEN, P. Pretreatments of dairy fluids to minimize long – term membrane fouling. In : IDF Special Issue 9504 : Fouling and Cleaning in pressure driven membrane processes. Brussels: **International Dairy Federation**, 1995, n. 9504, p.80-92, cap 5.

RAMACHANDRA RAO,H.G.; LEWIS, M.J; GRANDISON, A.S. Effect of pH on flux during ultrafiltration of sweet whey and buttermilk. **Journal of Dairy Science**, v. 62, p. 441-449, 1995.

RAUTENBACH, R.; ALBRECHT, R. **Membrane Processes**; John Wiley: New York, 1989.

RENNER, E.; ABD EL-SALAM, M.H. **Application of ultrafiltration in the dairy industry**. London and New York, Elsevier Applied Science, 371p, 1991.

RICHARDS, N.S.P.S. Emprego racional do soro láctico. **Rev. Indústria de laticínios**. Ano 2. n.9, p. 67- 69,1997

ROSENBER, M. Current and future applications for membrane processes in the dairy industry. **Trends in Food Science and Technology**, v. 6, p. 12-19, Jan, 1995.

SAMUELSSON, G.; DEJMEK,P.; TRAGARDH, G.; PAULSSON M. Minimizing whey protein retention in cross-flow microfiltration of skim milk. **International Dairy Journal**, v. 7, p. 237-242, 1997.

SANTOS, J.P.V. & FERREIRA, C.L.L.F. Alternativas para o aproveitamento de soro de queijo nos pequenos e médios laticínios. Ver. **Do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**. V 56, n.321, p 44-50, 2001.

SCOTT K.J., Micronutrients in Milk Products, Edited by E. Renner, **Micronutrients in Milk And Milk and Milk-based Food Products**, U.S.A . Elsevier Science Publisher, 1989 p 71-124, Cap 2.

SCHMIDT, D.G.; BOTH,P. Studies on the precipitation of Calcium Phosphate. I. Experiments in the pH Range 5.3 to 6.8 at 25°C and 50°C in the Absence of Additives. **Milk Dairy Journal** v. 41, p. 105-120, 1987.

SCHMIDT, R.H.; PACKARD, V.S.; MORRIS, H.A. Effect of processing on whey protein functionally. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v.67, nº 11, p. 2723-2733, 1984.

USDEC, THE U.S. DAIRY EXPORT COUNCIL. Manual de Referência para produtos de soro dos E.U., USDEC News, p 1-60, 1997.

VAN BOXTEL, A. J. B.; DAUFIN G. Fouling control during the operation of membrane filtration units (RO and UF). In : IDF Special Issue 9504 : Fouling and Cleaning in pressure driven membrane processes. Brussels: **International Dairy Federation**, 1995, n. 9504, cap 6, p. 93-116

VIOTTO, L.A. **Fracionamento das proteínas do leite utilizando membranas cerâmicas de micro e ultrafiltração.** Campinas, 1997, 142p. Tese (Doutor em Engenharia de Alimentos), Faculdade de Engenharia de Alimentos, Unicamp.

VIOTTO, H.W. **Ultrafiltração de soro doce de queijo Minas Frescal. Efeito de pré-tratamentos no desempenho da membrana e na composição e solubilidade do concentrado protéico de soro.** Campinas, 1993, 212p. Tese (Doutor em Tecnologia de Alimentos), Faculdade de Engenharia de Alimentos, Unicamp.

VIOTTO, H. W.; ROIG, S.M. Efeito de pré-tratamentos no fluxo de permeado durante ultrafiltração de soro de queijo. **Bol. da Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v28, n.1, p. 47-55, jan/jun, 1994.

WU, D.; HOWELL, J.A.; TURNER, N.M. A new method for modeling the time-dependence of permeation flux in ultrafiltration. **Food and Bioproducts Processing**, v. 69 (C2), p. 77-82, 1991.

YAMAUCHI, K.M.; SHIMIZU T.; KAMIYA, Emulsifying properties of whey protein, **Journal Food Science** v. 45, p. 1237 – 1242, 1980.

ZADOW J.G., Utilization of milk components: Whey, R.K. Robinson, In : **Modern Dairy Technology, ,Advances in Milk Processing.** Second Edition, England, Chapman and Hall Publisher 1994, v1, cap 7.

ANEXOS

ANEXO I.- PARTE EXPERIMENTAL MICROFILTRAÇÃO

Tabela A1.1. Experimento 1 : Dados coletados durante a etapa de microfiltração

Experimento Nº 1 - Microfiltração

Matéria Prima		Condições de Operação do processamento			Membrana de Microfiltração			
Soro de Queijo Minas Frescal								
Volume inicial (Kg)	pH	T (°C)	Vazão (m³/h)	ΔP (bar)	TIPO	Ap (m²)	Diâmetro médio de poro	FABRICANTE
115	6,3	50	4,3	0,5	Cerâmica Alumina	0,24	1,4 μm	Membralox SCT

Tempo (min)	Permeado (Kg)	FC	Fluxo (Kg/h.m²)	Vazão (m³/h)	Pressão 1 (bar)	Pressão 2 (bar)	ΔP (bar)	Temperatura (°C)
0								
10s	1,315	1,01	1972,34	4,28	0	0,8	0,4	49
20s	2,630	1,02	1971,40	4,28	0	0,8	0,4	49
30s	3,920	1,04	1960,08					49
40s	5,210	1,05	1953,77	4,3	0	1,0	0,5	49
50s	6,480	1,06	1943,98					49
1 min	7,760	1,07	1939,96					49
1'10	8,990	1,08	1926,47					49
1'20	10,230	1,10	1918,14					50
1'30	11,460	1,11	1910,00					50
1'40	12,710	1,12	1906,48					50
1'50	13,900	1,14	1895,43					50
2 min	15,100	1,15	1887,52	4,3	0	1,0	0,5	50
2'20	17,280	1,18	1851,43					50
2'40	19,650	1,21	1842,21					50
3 min	21,850	1,23	1820,83					50
4	27,980	1,32	1748,74					50
5	33,450	1,41	1672,51					50
6	38,250	1,50	1593,75					50
7	43,200	1,60	1542,85					50
8	47,350	1,70	1479,69					50
9	51,685	1,82	1435,69					50
10	56,847	1,98	1421,17	4,3	0	1,0	0,5	50
11	60,122	2,10	1366,41					50
12	64,122	2,26	1335,88					50
13	68,546	2,48	1318,19					50
14	70,847	2,60	1265,13					50
15	74,910	2,87	1248,50					50
16	77,270	3,05	1207,34					50
17	80,175	3,30	1179,05					50
18	82,955	3,59	1152,15					50
19	85,375	3,88	1123,35					50
20	89,332	4,48	1116,65	4,3	0	1,0	0,5	50
21	92,350	5,08	1099,40					50
22	95,225	5,82	1082,10					50
23	97,220	6,47	1056,74					50
24	99,230	7,29	1033,65					50
25	101,230	8,35	1012,30					50
26	103,540	10,03	995,58					50
27	105,110	11,63	973,24	4,3	0	1,0	0,5	50

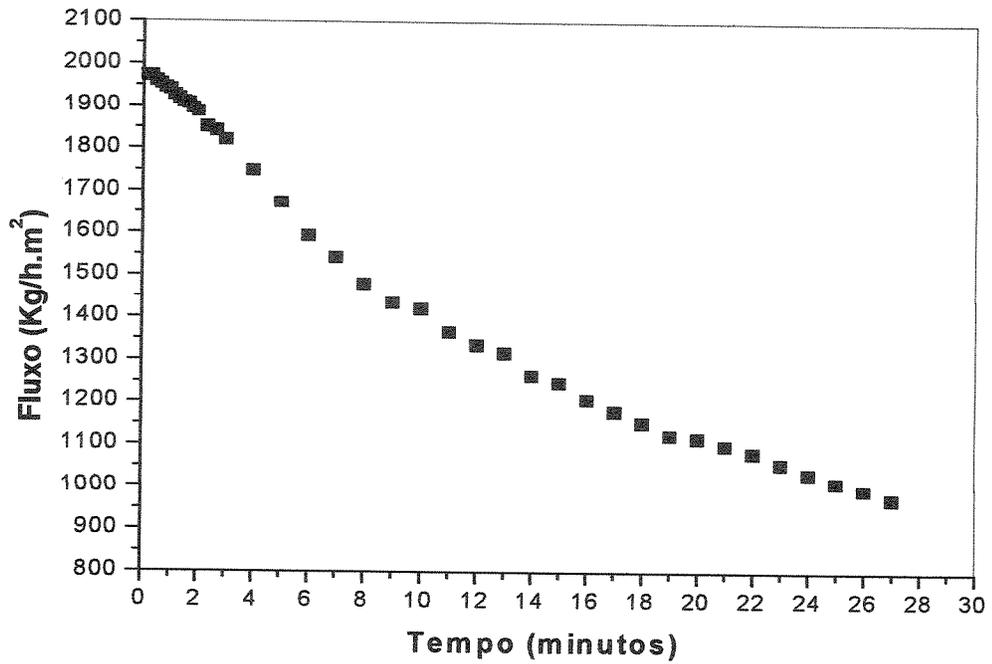


Figura AI.1. Curva de fluxo de permeado para Soro de Queijo Minas Frescal, microfiltrado a uma vazão de $4,28 \text{ m}^3 / \text{h}$, pressão transmembrana de $0,5 \text{ bar}$ (Experimento 1)

Tabela A1.2. Experimento 2 : Dados coletados durante a etapa de microfiltração

Experimento Nº 2 – Microfiltração

Matéria Prima		Condições de Operação do processamento			Membrana de Microfiltração			
Soro de Queijo Minas Frescal								
Volume inicial (Kg)	pH	T (°C)	Vazão (m ³ /h)	ΔP (bar)	TIPO	Ap (m ²)	Diâmetro médio de poro	FABRICANTE
117,35	6,4	50	4,3	0,5	Cerâmica Alumina	0,24	1,4 μm	Membralox SCT
Tempo (min)	Permeado (Kg)	FC	Fluxo (Kg/h.m ²)	Vazão (m ³ /h)	Pressão 1 (bar)	Pressão 2 (bar)	ΔP (bar)	Temperatura (°C)
0								
10s	0,985	1,01	1477,38	4,3	0	1,0	0,5	49
20s	1,945	1,02	1458,63					49
30s	2,900	1,03	1450,06					49
40s	3,815	1,03	1430,64					49
50s	4,770	1,04	1429,49					49
1 min	5,600	1,05	1399,97					49
1'10	6,514	1,06	1395,89					49
1'20	7,340	1,07	1376,26					50
1'30	8,240	1,08	1373,33					50
1'40	9,120	1,08	1367,99					50
1'50	9,945	1,09	1356,12					50
2 min	10,640	1,10	1330,01	4,3	0	1,0	0,5	50
2'20	12,350	1,12	1323,21					50
2'40	14,100	1,14	1321,89					50
3 min	15,650	1,15	1304,17					50
4	20,690	1,21	1293,12					50
5	25,390	1,28	1269,51					50
6	29,730	1,34	1238,75					50
7	34,210	1,41	1221,78					50
8	38,815	1,49	1212,97					50
9	43,210	1,58	1200,28					50
10	47,500	1,68	1187,50	4,3	0	1,0	0,5	50
11	51,565	1,78	1171,93					50
12	55,605	1,90	1158,44					50
13	59,485	2,03	1143,94					50
14	63,440	2,18	1132,86					50
15	67,205	2,34	1120,08					50
16	70,955	2,53	1108,67					50
17	74,610	2,75	1097,21					50
18	78,210	3,00	1086,25					50
19	81,655	3,29	1074,41					50
20	85,045	3,63	1063,06	4,3	0	1,0	0,5	50
21	88,320	4,04	1051,43					50
22	91,590	4,56	1040,79					50
23	94,290	5,09	1024,89					50
24	97,910	6,04	1019,90					50
25	100,635	7,02	1006,35					50
26	103,350	8,38	993,75					50
27	106,890	11,22	989,72					50
27,33	107,200	11,56	980,50	4,3	0	1,0	0,5	50

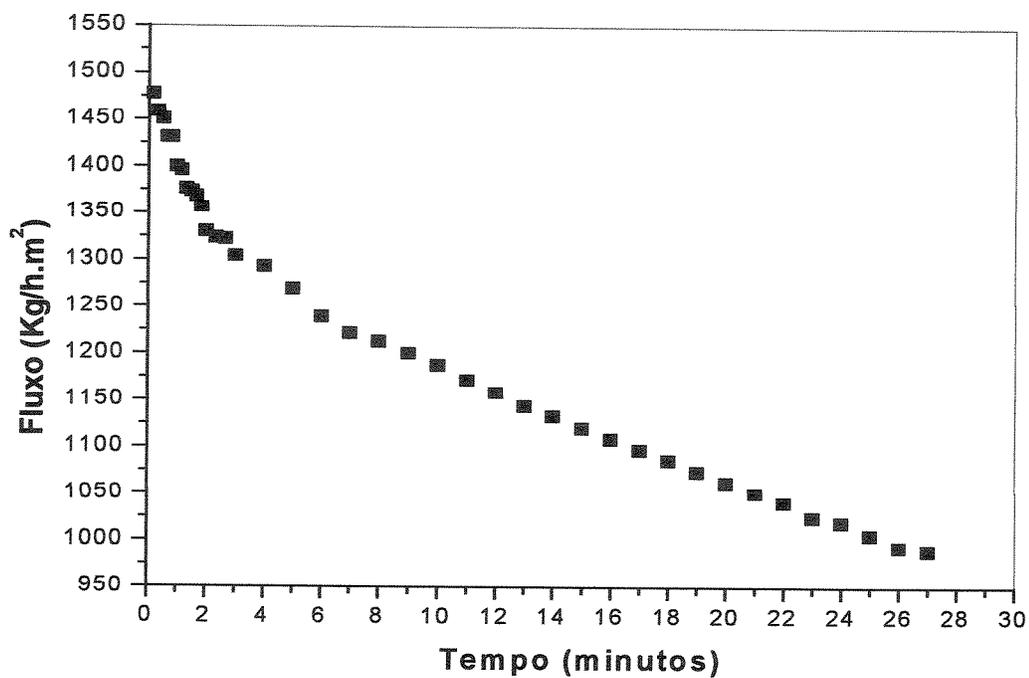


Figura A1.2. Curva de fluxo de permeado para Soro de Queijo Minas Frescal, microfiltrado a uma vazão de $4,28 \text{ m}^3 / \text{h}$, pressão transmembrana de $0,5 \text{ bar}$ (Experimento 2)

Tabela A1.3. Experimento 3 : Dados coletados durante a etapa de microfiltração

Experimento Nº 3 - Microfiltração

Matéria Prima		Condições de Operação do processamento			Membrana de Microfiltração			
Soro de Queijo Minas Frescal								
Volume inicial (Kg)	pH	T (°C)	Vazão (m³/h)	ΔP (bar)	TIPO	Ap (m²)	Diâmetro médio de poro	FABRICANTE
110,595	6,4	50	4,3	0,5	Cerâmica Alumina	0,24	1,4 μm	Membralox SCT
Tempo (min)	Permeado (Kg)	FC	Fluxo (Kg/h.m²)	Vazão (m³/h)	Pressão 1 (bar)	Pressão 2 (bar)	ΔP (bar)	Temperatura (°C)
0								
10s	1,220	1,01	1829,85	4,3	0	1,0	0,5	50
20s	2,510	1,02	1882,35					50
30s	3,610	1,03	1805,07					50
40s	4,870	1,05	1826,27					50
50s	6,025	1,06	1807,49					50
1 min	7,010	1,07	1752,46					50
1'10	8,110	1,08	1737,90					50
1'20	9,220	1,09	1728,77					50
1'30	10,275	1,10	1712,50					50
1'40	11,330	1,11	1699,49					50
1'50	12,380	1,13	1688,16					50
2 min	13,350	1,14	1668,77	4,3	0	1,0	0,5	50
2'20	15,460	1,16	1656,43					50
2'40	17,520	1,19	1642,52					50
3 min	19,250	1,21	1604,17					50
4	25,350	1,30	1584,37					50
5	30,790	1,39	1539,51					50
6	36,120	1,48	1505,00					50
7	41,495	1,60	1481,96					50
8	46,310	1,72	1447,19					50
9	51,250	1,86	1423,61					50
10	56,002	2,03	1400,05	4,3	0	1,0	0,5	50
11	61,050	2,23	1387,50					50
12	65,385	2,45	1362,19					50
13	69,410	2,69	1334,81					50
14	73,100	2,95	1305,36					50
15	76,895	3,28	1281,58					50
16	80,495	3,67	1257,73					50
17	84,020	4,16	1235,59					50
18	87,775	4,85	1219,10					50
19	90,925	5,62	1196,38					50
20	93,850	6,60	1173,13	4,3	0	1,0	0,5	50
21	96,640	7,93	1150,48					50
22	99,870	10,31	1134,89					50
23	100,978	11,50	1097,59					50

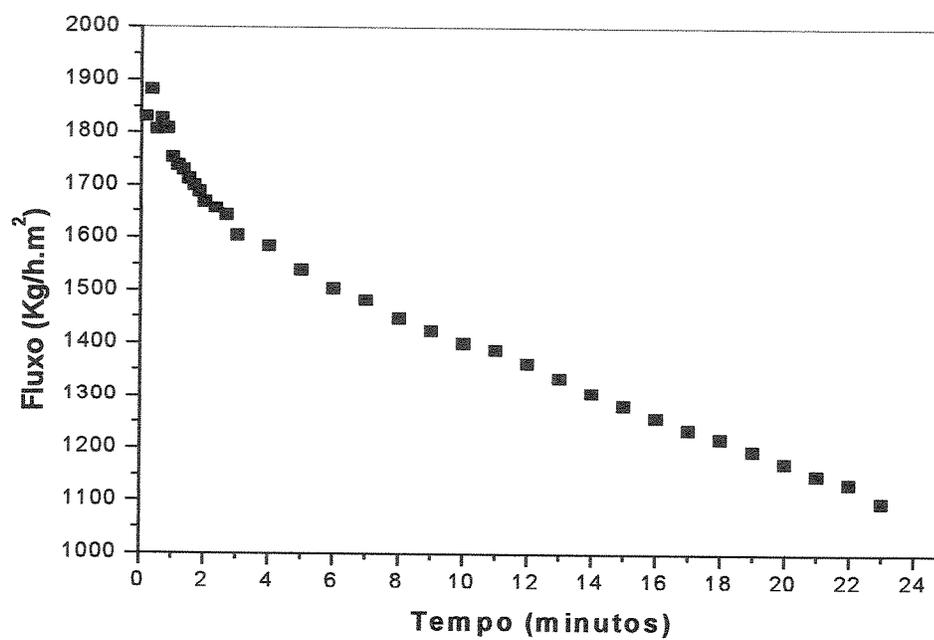


Figura A1.3. Curva de fluxo de permeado para Soro de Queijo Minas Frescal, microfiltrado a uma vazão de $4,28 \text{ m}^3 / \text{h}$, pressão transmembrana de $0,5 \text{ bar}$ (Experimento 3)

Tabela A1.4. Experimento 4 : Dados coletados durante a etapa de microfiltração

Experimento N° 4 - Microfiltração

Matéria Prima		Condições de Operação do processamento			Membrana de Microfiltração			
Soro de Queijo Minas Frescal								
Volume inicial (Kg)	pH	T (°C)	Vazão (m³/h)	ΔP (bar)	TIPO	Ap (m²)	Diâmetro médio de poro	FABRICANTE
114,73	6,4	50	4,3	0,5	Cerâmica Alumina	0,24	1,4 μm	Membralox SCT
Tempo (min)	Permeado (Kg)	FC	Fluxo (Kg/h.m²)	Vazão (m³/h)	Pressão 1 (bar)	Pressão 2 (bar)	ΔP (bar)	Temperatura (°C)
0								
10s	1,215	1,01	1822,35	4,3	0	1,0	0,5	50
20s	2,415	1,02	1811,11					50
30s	3,540	1,03	1770,07					50
40s	4,690	1,04	1758,77					50
50s	5,840	1,05	1751,99					50
1 min	6,900	1,06	1724,97					50
1'10	7,980	1,07	1710,04					50
1'20	9,100	1,09	1706,27					50
1'30	10,150	1,10	1691,67					50
1'40	11,100	1,11	1664,99					50
1'50	12,120	1,12	1652,70					50
2 min	13,230	1,13	1653,77	4,3	0	1,0	0,5	50
2'20	15,210	1,15	1629,64					50
2'40	17,070	1,17	1600,33					50
3 min	19,187	1,20	1598,92					50
4	24,980	1,28	1561,24					50
5	30,600	1,36	1530,01					50
6	35,980	1,46	1499,17					50
7	41,785	1,57	1492,32					50
8	46,945	1,69	1467,03					50
9	52,330	1,84	1453,61					50
10	56,960	1,99	1424,00	4,3	0	1,0	0,5	50
11	61,770	2,17	1403,87					50
12	66,520	2,38	1385,83					50
13	71,150	2,63	1368,27					50
14	75,505	2,92	1348,31					50
15	79,970	3,30	1332,83					50
16	84,395	3,78	1318,67					50
17	87,945	4,28	1293,31					50
18	92,220	5,10	1280,83					50
19	95,660	6,02	1258,68					50
20	99,130	7,35	1239,13					50
21	103,500	10,22	1232,14					50
21,63	104,760	11,51	1214,81	4,3	0	1,0	0,5	50

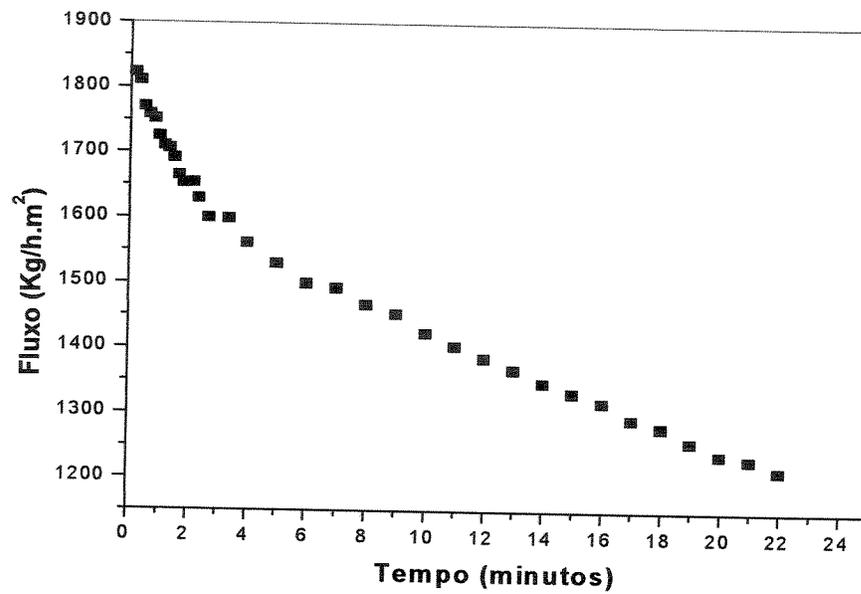


Figura A1.4. Curva de fluxo de permeado para Soro de Queijo Minas Frescal, microfiltrado a uma vazão de $4,28 \text{ m}^3 / \text{h}$, pressão transmembrana de $0,5 \text{ bar}$ (Experimento 4).

Tabela A1.5. Experimento 5 : Dados coletados durante a etapa de microfiltração

Experimento Nº 5 - Microfiltração

Matéria Prima		Condições de Operação do processamento			Membrana de Microfiltração			
Soro de Queijo Minas Frescal								
Volume inicial (Kg)	pH	T (°C)	Vazão (m³/h)	ΔP (bar)	TIPO	Ap (m²)	Diâmetro médio de poro	FABRICANTE
107	6,4	50	4,3	0,5	Cerâmica Alumina	0,24	1,4 μm	Membralox SCT
Tempo (min)	Permeado (Kg)	FC	Fluxo (Kg/h.m²)	Vazão (m³/h)	Pressão 1 (bar)	Pressão 2 (bar)	ΔP (bar)	Temperatura (°C)
0								
10s	1,230	1,01	1844,85	4,3	0	1,0	0,5	50
20s	2,456	1,02	1841,85					50
30s	3,680	1,04	1840,07					50
40s	4,890	1,05	1833,77					50
50s	5,980	1,06	1793,99					50
1 min	7,150	1,07	1787,46					50
1'10	8,250	1,08	1767,90					50
1'20	9,210	1,09	1726,89					50
1'30	10,360	1,11	1726,67					50
1'40	11,510	1,12	1713,38					50
1'50	12,565	1,13	1690,64					50
2 min	13,525	1,14	1688,14	4,3	0	1,0	0,5	50
2'20	15,756	1,17	1644,39					50
2'40	17,540	1,20	1612,15					50
3 min	19,350	1,22	1573,74					50
4	25,180	1,31	1527,01					50
5	30,540	1,40	1468,75					50
6	35,250	1,49	1433,21					50
7	40,130	1,60	1402,19					50
8	44,870	1,72	1368,33					50
9	49,260	1,85	1328,00					50
10	53,120	1,99	1302,73	4,3	0	1,0	0,5	50
11	57,320	2,15	1281,67					50
12	61,520	2,35	1258,65					50
13	65,450	2,58	1228,22					50
14	68,780	2,80	1214,83					50
15	72,890	3,14	1189,06					50
16	76,100	3,46	1171,32					50
17	79,650	3,91	1138,19					50
18	81,950	4,27	1121,58					50
19	85,240	4,92	1108,13					50
20	88,650	5,83	1087,50					50
21	91,350	6,84	1069,89					50
22	94,150	8,33	1054,89					50
23	97,050	10,75	1044,27					50
23,24	97,700	11,51	1050,99	4,3	0	1,0	0,5	50

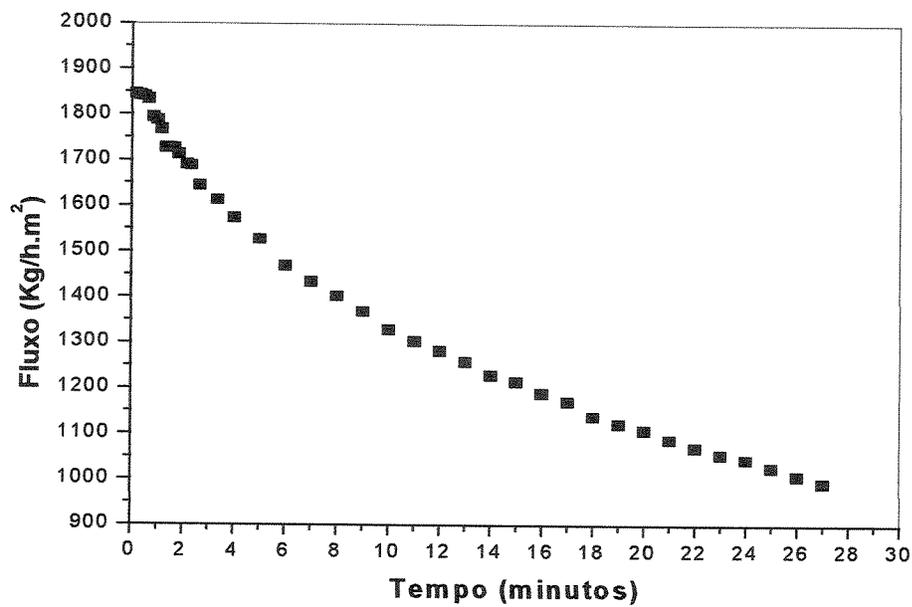


Figura AI.5. Curva de fluxo de permeado para Soro de Queijo Minas Frescal, microfiltrado a uma vazão de $4,28 \text{ m}^3 / \text{h}$, pressão transmembrana de $0,5 \text{ bar}$ (Experimento 5).

Tabela A1.6. Experimento 6 : Dados coletados durante a etapa de microfiltração

Experimento N° 6 - Microfiltração

Matéria Prima		Condições de Operação do processamento			Membrana de Microfiltração			
Soro de Queijo Minas Frescal								
Volume inicial (Kg)	pH	T (°C)	Vazão (m³/h)	ΔP (bar)	TIPO	Ap (m²)	Diâmetro médio de poro	FABRICANTE
117,5	6,4	50	4,3	0,5	Cerâmica Alumina	0,24	1,4 μm	Membralox SCT

Tempo (min)	Permeado (Kg)	FC	Fluxo (Kg/h.m²)	Vazão (m³/h)	Pressão 1 (bar)	Pressão 2 (bar)	ΔP (bar)	Temperatura (°C)
0								
10s	1,150	1,01	1724,86	4,3	0	1,0	0,5	50
20s	2,250	1,02	1687,37					50
30s	3,280	1,03	1640,07					50
40s	4,360	1,04	1635,02					50
50s	5,435	1,05	1630,49					50
1 min	6,450	1,06	1612,47					50
1'10	7,500	1,07	1607,18					50
1'20	8,415	1,08	1577,83					50
1'30	9,360	1,09	1560,00					50
1'40	10,400	1,10	1559,99					50
1'50	11,350	1,11	1547,70					50
2 min	12,250	1,12	1531,27	4,3	0	1,0	0,5	50
2'20	14,210	1,14	1522,50					50
2'40	16,220	1,16	1520,64					50
3 min	17,865	1,18	1488,75					50
4	23,650	1,25	1478,12					50
5	29,440	1,33	1472,01					50
6	34,560	1,42	1440,00					50
7	40,214	1,52	1436,21					50
8	45,325	1,63	1416,41					50
9	49,850	1,74	1384,72					50
10	54,850	1,88	1371,25	4,3	0	1,0	0,5	50
11	60,250	2,05	1369,32					50
12	65,240	2,25	1359,17					50
13	68,760	2,41	1322,31					50
14	74,010	2,70	1321,61					50
15	78,350	3,00	1305,83					50
16	82,980	3,40	1296,56					50
17	87,850	3,96	1291,91					50
18	92,125	4,63	1279,51					50
19	95,980	5,46	1262,89					50
20	100,650	6,97	1258,13					50
21	104,654	9,15	1245,88					50
21,80	107,410	11,65	1231,25	4,3	0	1,0	0,5	50

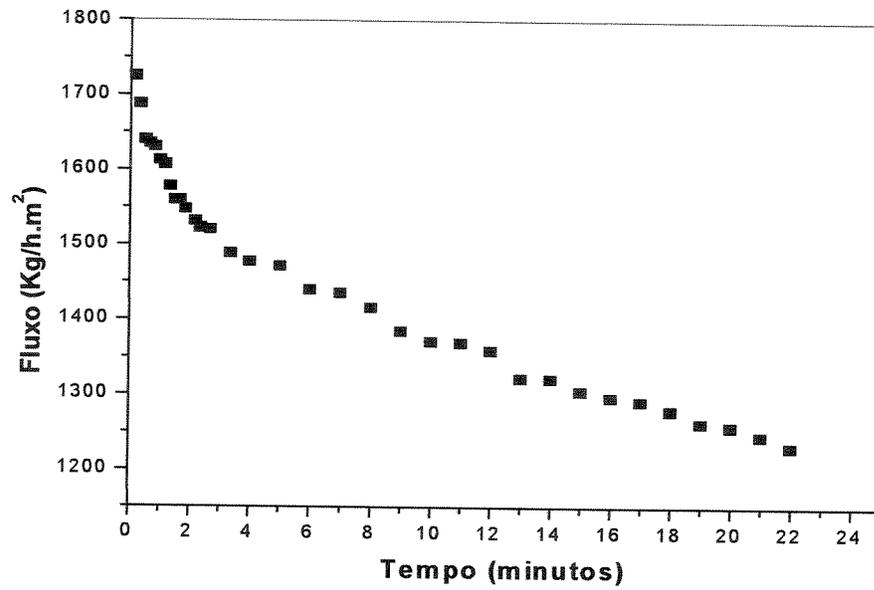


Figura AI.6. Curva de fluxo de permeado para Soro de Queijo Minas Frescal, microfiltrado a uma vazão de $4,28 \text{ m}^3/\text{h}$, pressão transmembrana de $0,5 \text{ bar}$ (Experimento 6).

Tabela A1.7. Experimento 7 : Dados coletados durante a etapa de microfiltração

Experimento N° 7 - Microfiltração

Matéria Prima		Condições de Operação do processamento			Membrana de Microfiltração			
Soro de Queijo Minas Frescal								
Volume inicial (Kg)	pH	T (°C)	Vazão (m³/h)	ΔP (bar)	TIPO	Ap (m²)	Diâmetro médio de poro	FABRICANTE
115,32	6,4	50	4,3	0,5	Cerâmica Alumina	0,24	1,4 μm	Membralox SCT
Tempo (min)	Permeado (Kg)	FC	Fluxo (Kg/h.m²)	Vazão (m³/h)	Pressão 1 (bar)	Pressão 2 (bar)	ΔP (bar)	Temperatura (°C)
0								
10s	1,240	1,01	1859,85	4,3	0	1,0	0,5	50
20s	2,430	1,02	1822,35					50
30s	3,610	1,03	1805,07					50
40s	4,770	1,04	1788,77					50
50s	5,910	1,05	1772,99					50
1 min	6,980	1,06	1744,97					50
1'10	8,090	1,08	1733,61					50
1'20	9,120	1,09	1710,02					50
1'30	10,130	1,10	1688,33					50
1'40	10,990	1,11	1648,49					50
1'50	12,050	1,12	1643,16					50
2 min	12,980	1,13	1622,52	4,3	0	1,0	0,5	50
2'20	14,950	1,15	1601,79					50
2'40	16,940	1,17	1588,14					50
3 min	18,750	1,19	1562,50					50
4	24,680	1,27	1542,49					50
5	30,500	1,36	1525,01					50
6	36,000	1,45	1500,00					50
7	41,260	1,56	1473,57					50
8	46,120	1,67	1441,25					50
9	51,320	1,80	1425,56					50
10	55,920	1,94	1398,00	4,3	0	1,0	0,5	50
11	60,650	2,11	1378,41					50
12	65,020	2,29	1354,58					50
13	69,980	2,54	1345,77					50
14	74,510	2,83	1330,54					50
15	78,456	3,13	1307,60					50
16	82,365	3,50	1286,95					50
17	86,150	3,95	1266,91					50
18	90,250	4,60	1253,47					50
19	94,350	5,50	1241,45					50
20	97,650	6,53	1220,63					50
21	100,450	7,76	1195,83					50
22	103,750	9,97	1178,98					50
23	105,310	11,52	1144,67	4,3	0	1,0	0,5	50

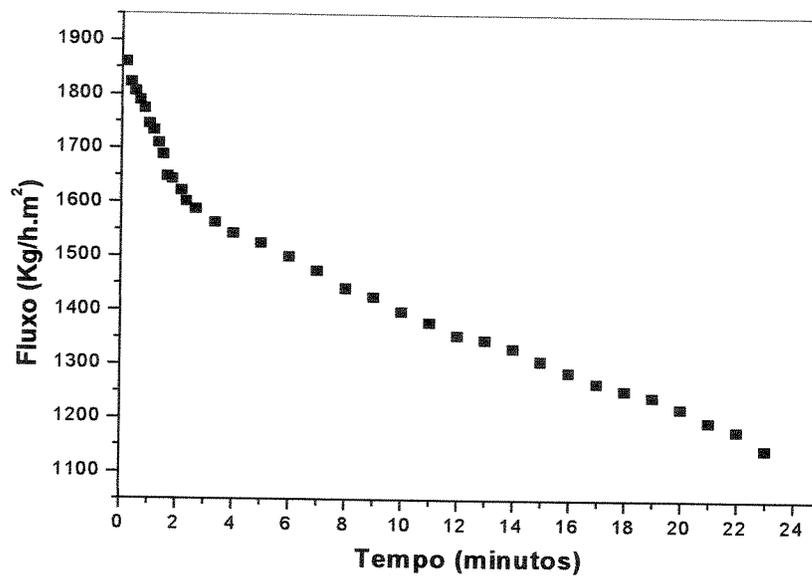


Figura AI.7. Curva de fluxo de permeado para Soro de Queijo Minas Frescal, microfiltrado a uma vazão de $4,28 \text{ m}^3 / \text{h}$, pressão transmembrana de $0,5 \text{ bar}$ (Experimento 7).

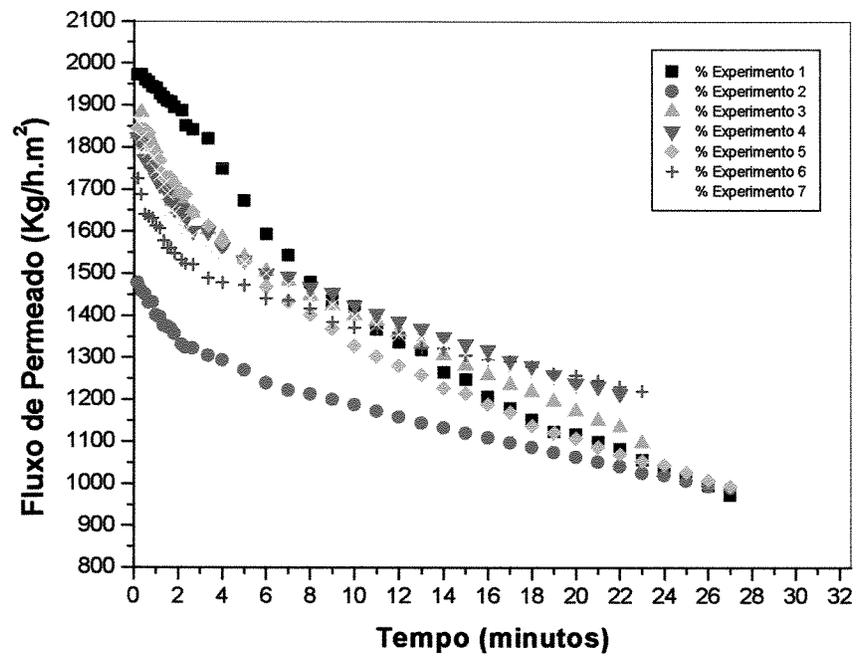


Figura AI.8. Curvas de fluxo de permeado de Soro de Queijo Minas Frescal, em função do tempo durante a microfiltração, até FC igual a 11,5, à temperatura de 50° C para uma vazão de 4,3 m³ / h, pressão transmembrana de 0,5 bar

ANEXO II. PARTE EXPERIMENTAL ULTRAFILTRAÇÃO

Tabela AII.1. Experimento 1 : Dados coletados durante a etapa de ultrafiltração

Experimento N° 1 - Ultrafiltração

Matéria Prima		Condições de Operação do processamento			Membrana de Ultrafiltração			
Permeado de Microfiltração		T (°C)	Vazão (m ³ /h)	ΔP (bar)	TIPO	Ap (m ²)	MWCO (Daltons)	FABRICANTE
Volume inicial (Kg)	pH				Hollow Fiber Polissulfona	1,3	10000	Koch Francês
104,96	7,3	50	3,6	0,7				
Tempo (min)	Permeado (Kg)	FC	Fluxo (Kg/h.m ²)	Vazão (m ³ /h)	Pressão 1 (bar)	Pressão 2 (bar)	ΔP (bar)	Temperatura (°C)
0								
1	1,33	1,01	61,38	1,8	2,2	1,8	2	49
2	2,38	1,03	54,81					49
3	3,40	1,04	52,23					49
4	4,39	1,05	50,65					49
5	5,31	1,06	49,01					49
6	6,22	1,07	47,86					49
7	7,13	1,08	47,00					49
8	8,01	1,09	46,18					50
9	8,85	1,10	45,38					50
10	9,70	1,11	44,75					50
11	10,53	1,12	44,16					50
12	11,34	1,13	43,62					50
13	12,16	1,14	43,15					50
14	12,97	1,15	42,71	1,8	2,2	1,8	2	50
15	13,79	1,16	42,29					50
16	14,57	1,17	41,67					50
17	15,35	1,18	41,00					50
18	16,14	1,19	40,60					50
19	16,92	1,20	40,18					50
20	17,71	1,26	39,91					50
25	21,68	1,32	39,11					50
30	25,45	1,38	38,94					50
35	29,03	1,45	38,27					50
40	32,68	1,53	37,71					50
45	36,26	1,61	37,18					50
50	39,78	1,70	36,72					50
55	43,32	1,80	36,35					50
60	46,65	1,91	35,88					50
65	50,01	2,03	35,51	1,8	2,2	1,8	2	50
70	53,30	2,17	35,14					50
75	56,55	2,32	34,80					50
80	59,74	2,49	34,46					50
85	62,85	2,69	34,13					50
90	65,90	2,91	33,79					50
95	68,86	3,16	33,45					50
100	71,71	3,44	33,10					50
105	74,42	3,76	32,71					50
110	77,02	4,11	32,31					50
115	79,44	4,51	31,88					50
120	81,70	5,04	31,42					50
125	84,12	5,75	31,06					50
130	86,72	5,75	30,79					50
135	89,31	6,71	30,53					50
140	91,89	8,03	30,29					50

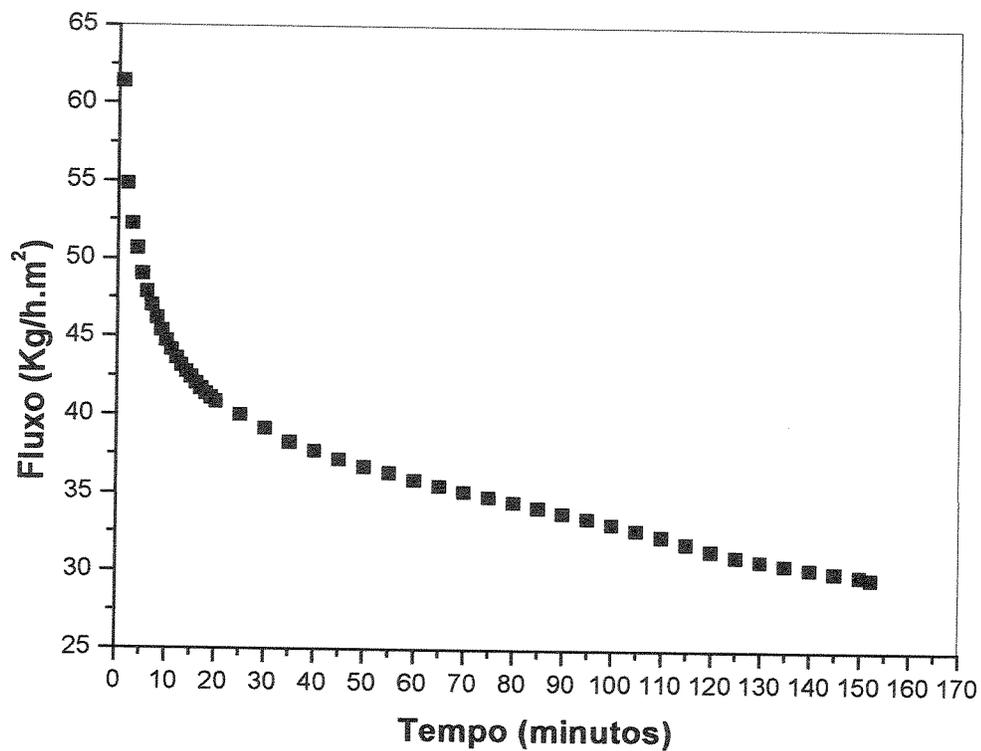


Figura AII.1. Experimento 1 : Curva de fluxo de permeado de Soro de Queijo Minas Frescal após pré-tratamentos (ajuste de pH a 7,3, tratamento térmico a 55°C por 15 min e microfiltração), em função do tempo durante a ultrafiltração , até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 3,6 m³ / h, e pressão transmembrana de 0,7 bar.

Tabela AII.2. Experimento 2 : Dados coletados durante a etapa de ultrafiltração

Experimento N° 2 - Ultrafiltração

Matéria Prima		Condições de Operação do processamento			Membrana de Ultrafiltração			
Permeado de Microfiltração		T (°C)	Vazão (m ³ /h)	ΔP (bar)	TIPO	Ap (m ²)	MWCO (Daltons)	FABRICANTE
Volume inicial (Kg)	pH							
105	7,25	50	1,8	0,70	Hollow Fiber Polissulfona	1,3	10000	Koch Francês
Tempo (min)	Permeado (Kg)	FC	Fluxo (Kg/h.m ²)	Vazão (m ³ /h)	Pressão 1 (bar)	Pressão 2 (bar)	ΔP (bar)	Temperatura (°C)
0								
1	1,010	1,01	46,62	1,8	1,0	0,4	0,7	50
2	1,854	1,02	42,78					50
3	2,615	1,03	40,23					50
4	3,355	1,03	38,71					50
5	4,045	1,04	37,34					50
6	4,700	1,05	36,15					50
7	5,360	1,05	35,34					50
8	6,000	1,06	34,62					50
9	6,630	1,07	34,00					50
10	7,275	1,07	33,58					50
11	7,850	1,08	32,94					50
12	8,450	1,09	32,50	1,8	1,0	0,4	0,7	50
13	9,100	1,09	32,31					50
14	9,620	1,10	31,71					50
15	10,395	1,11	31,98					50
16	10,880	1,12	31,38					50
17	11,620	1,12	31,55					50
18	12,200	1,13	31,28					50
19	12,750	1,14	30,97					50
20	13,475	1,15	31,10	1,8	1,0	0,4	0,7	50
25	16,530	1,19	30,52					50
30	19,505	1,23	30,01					50
35	22,455	1,27	29,61					50
40	25,390	1,32	29,30					50
45	28,275	1,37	29,00					50
50	31,185	1,42	28,79					50
55	34,060	1,48	28,58					50
60	36,920	1,54	28,40					50
65	39,755	1,61	28,23					50
70	42,665	1,68	28,13	1,8	1,0	0,4	0,7	50
75	45,550	1,77	28,03					50
80	48,405	1,86	27,93					50
85	51,290	1,95	27,85					50
90	54,050	2,06	27,72					50
95	56,845	2,18	27,62					50
100	59,640	2,31	27,53					50
105	62,400	2,46	27,43					50
110	65,110	2,63	27,32					50
115	67,855	2,83	27,23					50
120	70,480	3,04	27,11	1,8	1,0	0,4	0,7	50
125	73,125	3,29	27,00					50
130	75,125	3,51	26,89					50
135	75,745	3,59	26,91					50
140	78,705	3,99	26,71					50
145	81,010	4,38	26,63					50
150	83,665	4,92	26,54					50

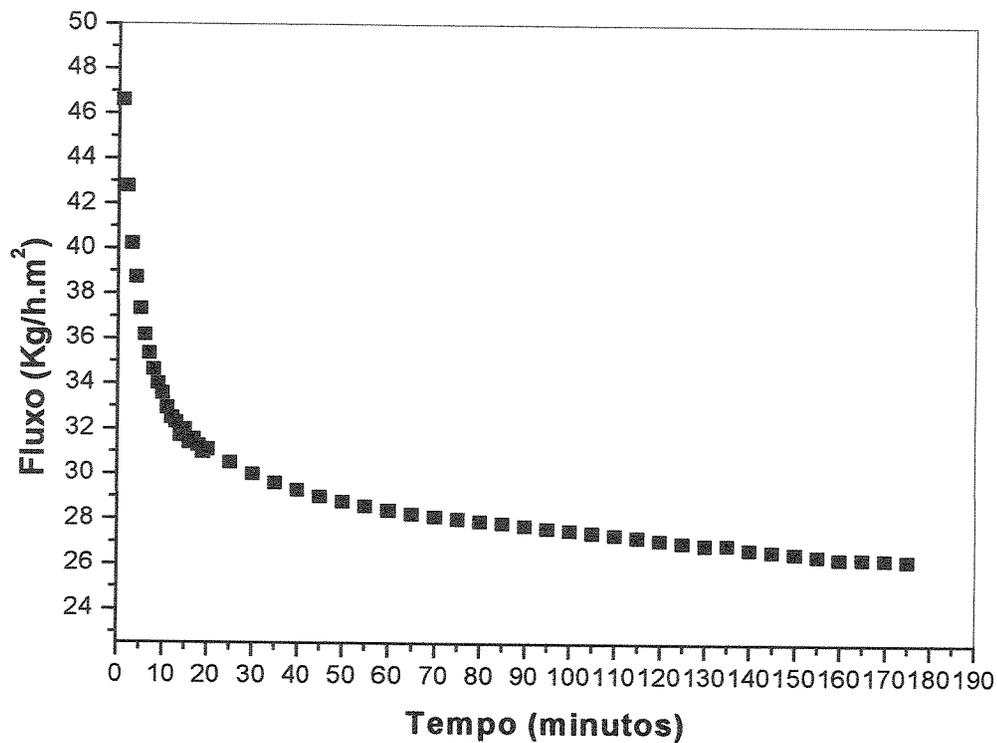


Figura AII.2. Experimento 2 : Curva de fluxo de permeado de Soro de Queijo Minas Frescal após pré-tratamentos (ajuste de pH a 7,3, tratamento térmico a 55°C por 15 min e microfiltração), em função do tempo durante a ultrafiltração , até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 1,8 m³ / h, e pressão transmembrana de 0,7 bar.

Tabela AII.3. Experimento 3 : Dados coletados durante a etapa de ultrafiltração

Experimento Nº 3 - Ultrafiltração

Matéria Prima		Condições de Operação do processamento			Membrana de Ultrafiltração			
Permeado de Microfiltração								
Volume inicial (Kg)	pH	T (°C)	Vazão (m³/h)	ΔP (bar)	TIPO	Ap (m²)	MWCO (Daltons)	FABRICANTE
100,975	7,3	50	3,6	2	Hollow Fiber Polissulfona	1,3	10000	Koch Francês

Tempo (min)	Permeado (Kg)	FC	Fluxo (Kg/h.m²)	Vazão (m³/h)	Pressão 1 (bar)	Pressão 2 (bar)	ΔP (bar)	Temperatura (°C)
0								
1	1,840	1,02	84,92	3,6	2,4	1,6	2	50
2	3,450	1,04	79,62					50
3	4,820	1,05	74,15					50
4	6,260	1,07	72,23					50
5	7,655	1,08	70,66					50
6	9,020	1,10	69,38					50
7	10,385	1,11	68,47					50
8	11,720	1,13	67,62					50
9	13,065	1,15	67,00					50
10	14,380	1,17	66,37					50
11	15,720	1,18	65,96					50
12	16,980	1,20	65,31					50
13	18,280	1,22	64,90					50
14	19,525	1,24	64,37					50
15	20,805	1,26	64,02					50
16	22,050	1,28	63,61					50
17	23,310	1,30	63,29					50
18	24,630	1,32	63,15					50
19	25,770	1,34	62,60					50
20	27,000	1,36	62,31					50
25	33,045	1,49	61,01	3,6	2,4	1,6	2	50
30	38,835	1,62	59,75					50
35	44,470	1,79	58,64					50
40	50,100	1,98	57,81					50
45	55,725	2,23	57,15					50
50	61,120	2,53	56,42					50
55	66,625	2,94	55,91					50
60	72,113	3,50	55,47					50
65	77,480	4,30	55,02					50
70	83,060	5,64	54,76					50
75	88,280	7,95	54,33					50
80	93,314	13,18	53,84					50
81	94,270	15,06	53,77	3,6	2,4	1,6	2	50

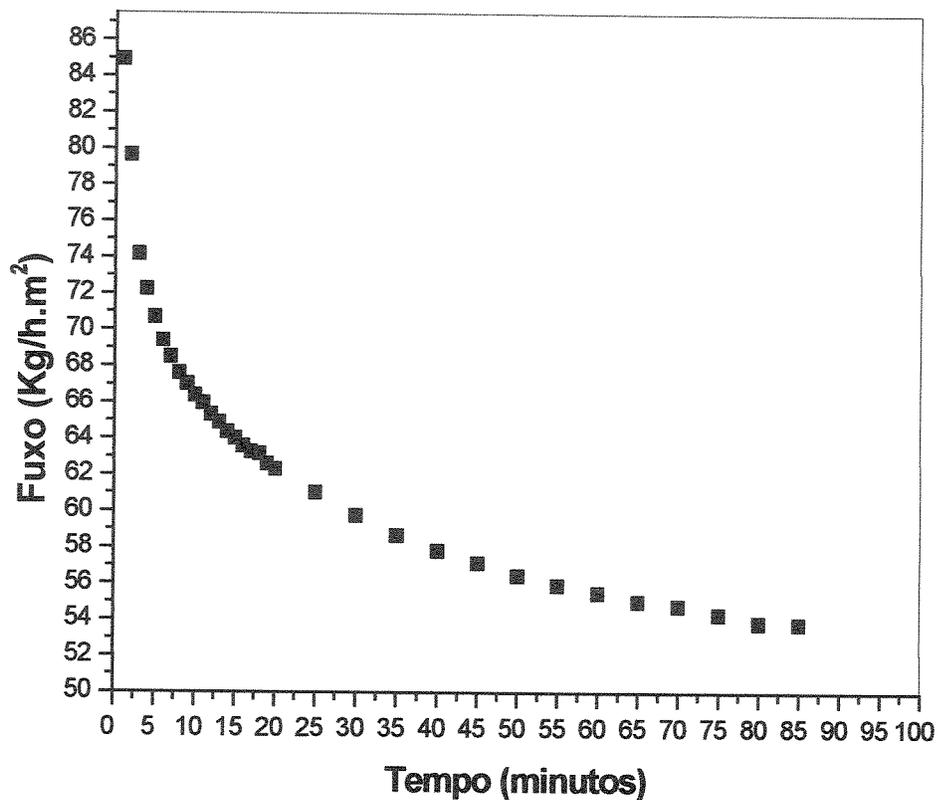


Figura AII.3. Experimento 3 : Curva de fluxo de permeado de Soro de Queijo Minas Frescal após pré-tratamentos (ajuste de pH a 7,3, tratamento térmico a 55°C por 15 min e microfiltração), em função do tempo durante a ultrafiltração , até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 3,6 m³ / h, e pressão transmembrana de 2,0 bar.

Tabela Al.4. Experimento 4 : Dados coletados durante a etapa de ultrafiltração

Experimento N° 4 - Ultrafiltração

Matéria Prima		Condições de Operação do processamento			Membrana de Microfiltração			
Permeado de Microfiltração		T (°C)	Vazão (m³/h)	ΔP (bar)	TIPO	Ap (m²)	MWCO (Daltons)	FABRICANTE
Volume inicial (Kg)	pH							
104,76	7,35	50	1,8	2	Hollow Fiber Polissulfona	1,3	10000	Koch Francês
Tempo (min)	Permeado (Kg)	FC	Fluxo (Kg/h.m²)	Vazão (m³/h)	Pressão 1 (bar)	Pressão 2 (bar)	ΔP (bar)	Temperatura (°C)
0								
1	1,580	1,02	72,92	1,8	2,2	1,8	2	50
2	2,965	1,03	68,42					50
3	4,330	1,04	66,62					50
4	5,645	1,06	65,13					50
5	6,875	1,07	63,46					50
6	8,140	1,08	62,62					50
7	9,410	1,10	62,04					50
8	10,680	1,11	61,62					50
9	11,905	1,13	61,05					50
10	13,130	1,14	60,60					50
11	14,345	1,16	60,19					50
12	15,575	1,17	59,90	1,8	2,2	1,8	2	50
13	16,760	1,19	59,50					50
14	17,930	1,21	59,11					50
15	19,120	1,22	58,83					50
16	20,260	1,24	58,44					50
17	21,425	1,26	58,17					50
18	22,580	1,27	57,90					50
19	23,730	1,29	57,64					50
20	24,875	1,31	57,40					50
25	30,470	1,41	56,25					50
30	35,925	1,52	55,27	1,8	2,2	1,8	2	50
35	41,450	1,65	54,66					50
40	46,780	1,81	53,98					50
45	52,210	1,99	53,55					50
50	57,350	2,21	52,94					50
55	62,750	2,49	52,66					50
60	67,850	2,84	52,19					50
65	72,980	3,30	51,82					50
70	77,980	3,91	51,42					50
75	83,150	4,85	51,17					50
80	88,080	6,28	50,82					50
85	93,120	9,00	50,56					50
90	97,110	13,69	49,80					50
91,58	97,776	15,00	49,28	1,8	2,2	1,8	2	50

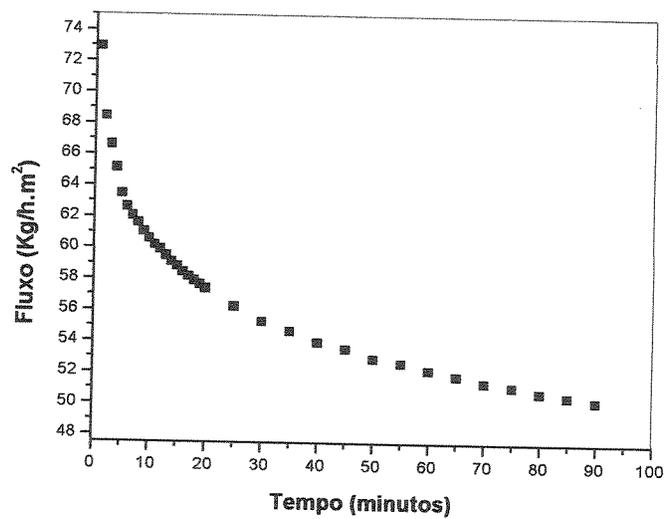


Figura AII.4. Experimento 4 : Curva de fluxo de permeado de Soro de Queijo Minas Frescal após pré-tratamentos (ajuste de pH a 7,3, tratamento térmico a 55°C por 15 min e microfiltração), em função do tempo durante a ultrafiltração , até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 1,8 m³ / h, e pressão transmembrana de 2,0 bar.

Tabela AII.5. Experimento 5 : Dados coletados durante a etapa de ultrafiltração

Experimento N° 5 - Ultrafiltração

Matéria Prima		Condições de Operação do processamento			Membrana de Ultrafiltração			
Permeado de Microfiltração		T (°C)	Vazão (m³/h)	ΔP (bar)	TIPO	Ap (m²)	MWCO (Daltons)	FABRICANTE
Volume inicial (Kg)	pH							
97,7	7,3	50	2,7	1,4	Hollow Fiber Polissulfona	1,3	10000	Koch Francês
Tempo (min)	Permeado (Kg)	FC	Fluxo (Kg/h.m²)	Vazão (m³/h)	Pressão 1 (bar)	Pressão 2 (bar)	ΔP (bar)	Temperatura (°C)
0								
1	1,610	1,02	74,31	2,7	1,6	1,2	1,4	50
2	3,000	1,03	69,23					50
3	4,380	1,05	67,38					50
4	5,480	1,06	63,23					50
5	6,550	1,07	60,46					50
6	7,620	1,08	58,62					50
7	8,650	1,10	57,03					50
8	9,670	1,11	55,79					50
9	10,790	1,12	55,33					50
10	11,750	1,14	54,23					50
11	12,780	1,15	53,62					50
12	13,640	1,16	52,46	2,7	1,6	1,2	1,4	50
13	14,540	1,17	51,62					50
14	15,640	1,19	51,56					50
15	16,540	1,20	50,89					50
16	17,580	1,22	50,71					50
17	18,440	1,23	50,06					50
18	19,460	1,25	49,90					50
19	20,390	1,26	49,53					50
20	21,190	1,28	48,90					50
25	25,780	1,36	47,59					50
30	30,120	1,45	46,34	2,7	1,6	1,2	1,4	50
35	34,450	1,54	45,43					50
40	38,600	1,65	44,54					50
45	43,010	1,79	44,11					50
50	47,100	1,93	43,48					50
55	51,000	2,09	42,80					50
60	55,090	2,29	42,38					50
65	58,800	2,51	41,75					50
70	62,410	2,77	41,15					50
75	66,190	3,10	40,73					50
80	70,250	3,56	40,53					50
85	73,660	4,06	40,00					50
90	77,140	4,75	39,56					50
95	81,210	5,92	39,45					50
100	84,620	7,47	39,06					50
105	88,250	10,34	38,79					50
109,78	91,180	14,98	38,58	2,7	1,6	1,2	1,4	50

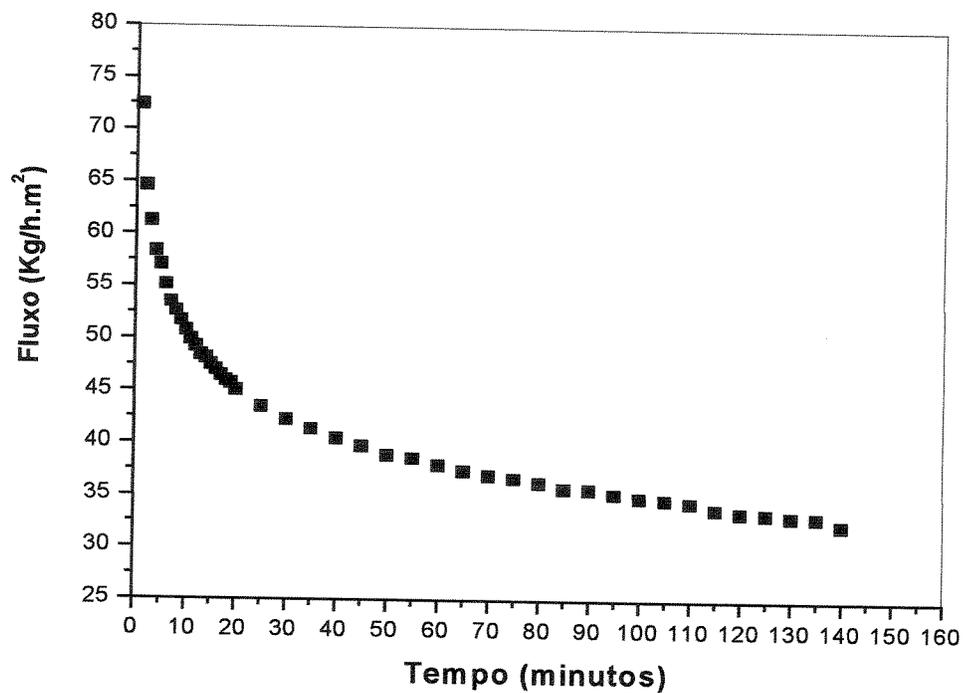


Figura AII.5. Experimento 5 : Curva de fluxo de permeado de Soro de Queijo Minas Frescal após pré-tratamentos (ajuste de pH a 7,3, tratamento térmico a 55°C por 15 min e microfiltração), em função do tempo durante a ultrafiltração , até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 2,7 m³ / h, e pressão transmembrana de 1,4 bar.

Tabela AII.6. Experimento 6 : Dados coletados durante a etapa de ultrafiltração

Experimento N° 6 - Ultrafiltração

Matéria Prima		Condições de Operação do processamento			Membrana Ultrafiltração			
Permeado de Microfiltração		T (°C)	Vazão (m³/h)	ΔP (bar)	TIPO	Ap (m²)	MWCO (Daltons)	FABRICANTE
Volume Inicial (Kg)	pH							
104,76	7,25	50	2,7	1,4	Hollow Fiber Polissulfona	1,3	10000	Koch Francês
Tempo (min)	Permeado (Kg)	FC	Fluxo (Kg/h.m²)	Vazão (m³/h)	Pressão 1 (bar)	Pressão 2 (bar)	ΔP (bar)	Temperatura (°C)
0								
1	1,57	1,02	72,46	2,7	1,6	1,2	1,4	50
2	2,95	1,03	68,08					50
3	4,23	1,04	65,08					50
4	5,38	1,05	62,08					50
5	6,52	1,07	60,22					50
6	7,68	1,08	59,08					50
7	8,70	1,09	57,36					50
8	9,70	1,10	55,96					50
9	10,79	1,11	55,33					50
10	11,90	1,13	54,92					50
11	12,91	1,14	54,17					50
12	13,85	1,15	53,27					50
13	14,89	1,17	52,86					50
14	15,82	1,18	52,15					50
15	16,86	1,19	51,88					50
16	17,75	1,20	51,20					50
17	18,79	1,22	51,01					50
18	19,75	1,23	50,64					50
19	20,68	1,25	50,23					50
20	21,65	1,26	49,96	2,7	1,6	1,2	1,4	50
25	26,41	1,34	48,76					50
30	30,94	1,42	47,59					50
35	35,33	1,51	46,59					50
40	39,72	1,61	45,83					50
45	44,06	1,73	45,18					50
50	48,31	1,86	44,59					50
55	52,49	2,00	44,05					50
60	56,72	2,18	43,63					50
65	60,75	2,38	43,14					50
70	64,65	2,61	42,62	2,7	1,6	1,2	1,4	50
75	68,58	2,90	42,20					50
80	72,42	3,24	41,78					50
85	76,21	3,67	41,38					50
90	79,99	4,23	41,02					50
95	83,78	4,99	40,70					50
100	87,53	6,08	40,40					50
105	91,48	7,89	40,21					50
110	95,29	11,06	39,98					50
114	97,59	14,61	39,50					50
114,33	97,79	15,03	39,48	2,7	1,6	1,2	1,4	50

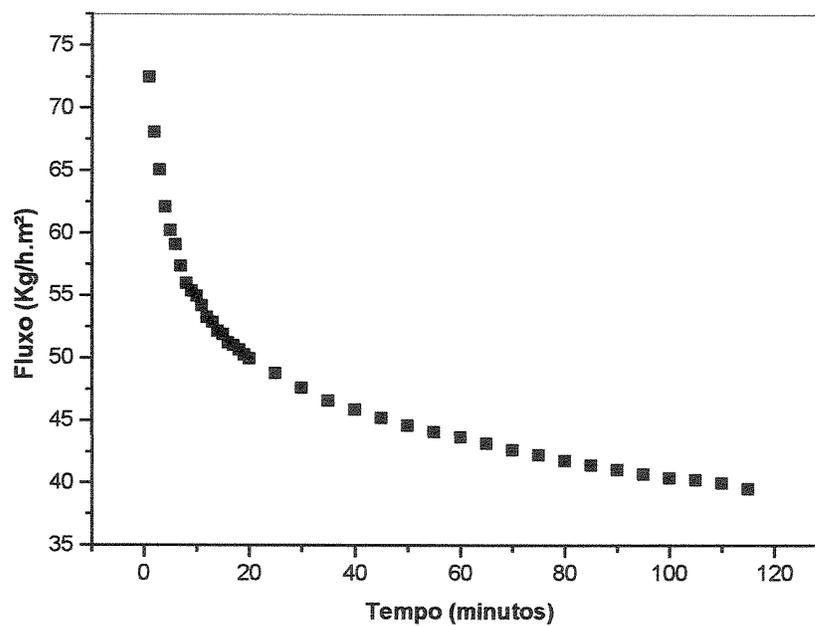


Figura AII.6. Experimento 6 : Curva de fluxo de permeado de Soro de Queijo Minas Frescal após pré-tratamentos (ajuste de pH a 7,3, tratamento térmico a 55°C por 15 min e microfiltração), em função do tempo durante a ultrafiltração , até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 2,7 m³ / h, e pressão transmembrana de 1,4 bar.

Tabela AII.7. Experimento 7 : Dados coletados durante a etapa de ultrafiltração

Experimento N° 7 - Ultrafiltração

Matéria Prima		Condições de Operação do processamento			Membrana de Ultrafiltração			
Permeado de Microfiltração								
Volume inicial (Kg)	pH	T (°C)	Vazão (m³/h)	ΔP (bar)	TIPO	Ap (m²)	MWCO (Daltons)	FABRICANTE
105	7,3	50	2,7	1,4	Hollow Polissulfona	1,3	10000	Koch Francês

Tempo (min)	Permeado (Kg)	FC	Fluxo (Kg/h.m²)	Vazão (m³/h)	Pressão 1 (bar)	Pressão 2 (bar)	ΔP (bar)	Temperatura (°C)
0								
1	1,59	1,02	73,38					50
2	2,98	1,03	68,77					50
3	4,19	1,04	64,46					50
4	5,36	1,05	61,85					50
5	6,51	1,07	60,09					50
6	7,68	1,08	59,08					50
7	8,76	1,09	57,76					50
8	9,87	1,10	56,94					50
9	10,92	1,12	56,00					50
10	12,01	1,13	55,43					50
11	13,11	1,14	55,01					50
12	14,11	1,16	54,27	2,7	1,6	1,2	1,4	50
13	15,15	1,17	53,79					50
14	16,15	1,18	53,24					50
15	17,14	1,20	52,74					50
16	18,24	1,21	52,62					50
17	19,12	1,22	51,91					50
18	20,15	1,24	51,67					50
19	21,17	1,25	51,43					50
20	22,18	1,27	51,18					50
25	27,08	1,35	49,99					50
30	31,75	1,43	48,85	2,7	1,6	1,2	1,4	50
35	36,21	1,53	47,75					50
40	40,84	1,64	47,12					50
45	45,1	1,75	46,26					50
50	49,52	1,89	45,71					50
55	53,98	2,06	45,30					50
60	58,35	2,25	44,88					50
65	62,69	2,48	44,51					50
70	66,88	2,75	44,10					50
75	70,79	3,07	43,56					50
80	74,26	3,42	42,84					50
85	78,45	3,95	42,60					50
90	82,35	4,64	42,23					50
95	85,72	5,45	41,65					50
100	89,9	6,95	41,49					50
105	94,11	9,64	41,37					50
110,2	98,01	15,02	41,11					50

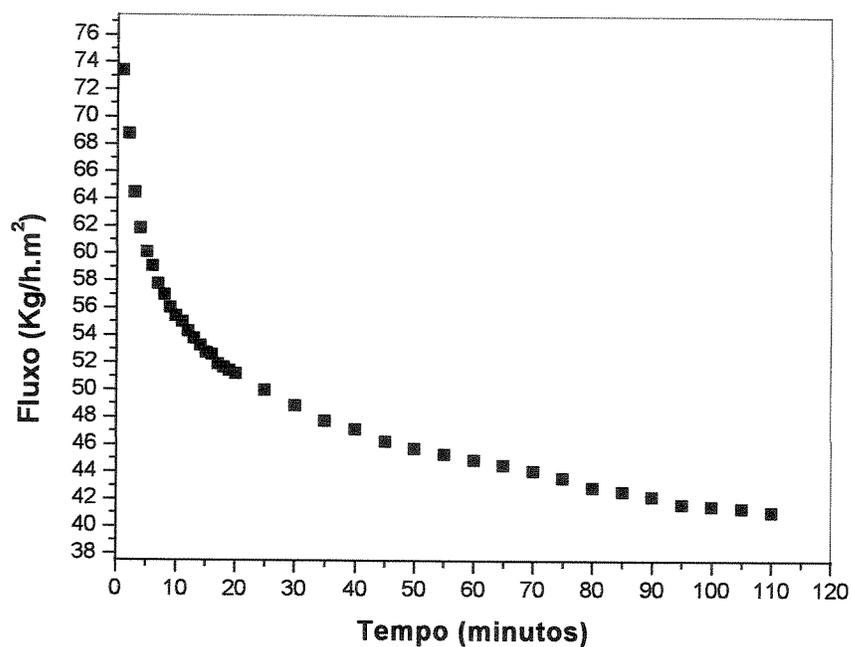


Figura AII.7. Experimento 7 : Curva de fluxo de permeado de Soro de Queijo Minas Frescal após pré-tratamentos (ajuste de pH a 7,3, tratamento térmico a 55°C por 15 min e microfiltração), em função do tempo durante a ultrafiltração , até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 2,7 m³ / h, e pressão transmembrana de 1,4 bar.

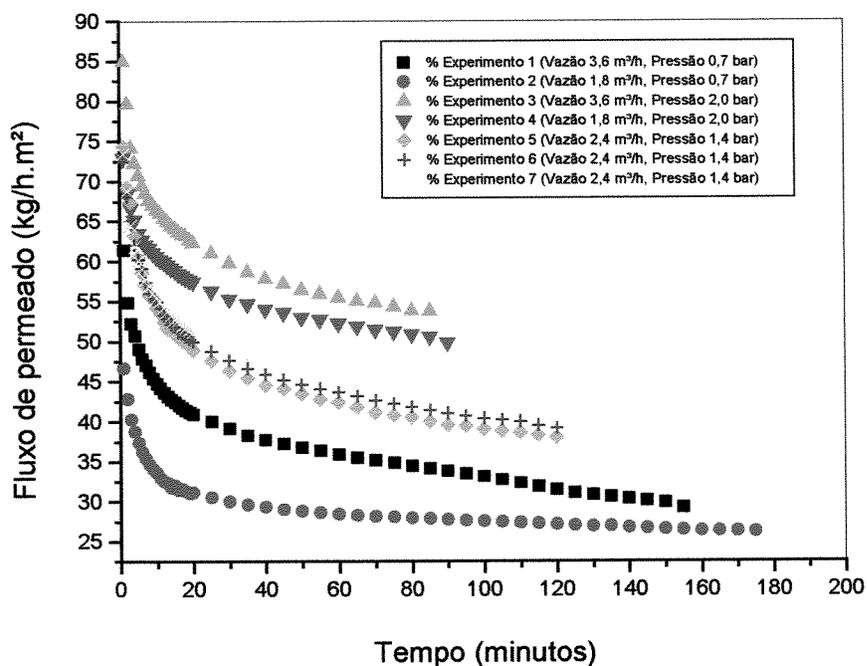


Figura AII.7. Curvas de fluxo de permeado de Soro de Queijo Minas Frescal após pré-tratamentos (ajuste de pH a 7,3, tratamento térmico a 55°C por 15 min e microfiltração), em função do tempo durante a ultrafiltração, até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para às condições do planejamento experimental.

ANEXO III. Composição química de alimentação, permeado e retentado em base seca para MF e UF .

Tabela AIII.1. Composição, em base seca, da alimentação, permeado e retentado após a microfiltração realizada até Fc igual a 11,5, à temperatura de 50° C, vazão volumétrica de 4,3 m³/h e pressão transmembrana de 0,5 bar.

Exp.	Corrente	NNP (%)	Proteína Total (%)	Gordura (%)	Cinzas (%)	Lactose (%)
Exp. 1	Aliment.	0,654	11,062	10,345	9,052	68,886
	Permeado	0,729	9,538	1,004	9,147	79,583
	Retentado	0,372	12,266	79,626	5,019	2,717
Exp. 2	Aliment.	0,914	10,189	10,989	7,883	70,025
	Permeado	0,950	8,514	1,158	8,526	80,852
	Retentado	0,453	12,685	79,361	4,752	2,750
Exp. 3	Aliment.	0,565	11,432	9,755	7,360	70,888
	Permeado	0,652	11,410	0,983	7,492	79,462
	Retentado	0,348	10,820	80,300	5,635	2,897
Exp. 4	Aliment.	0,688	10,347	9,703	9,640	69,621
	Permeado	0,692	9,885	0,979	9,979	78,465
	Retentado	0,550	10,342	78,374	7,803	2,931
Exp. 5	Aliment.	0,613	11,144	10,675	10,013	67,555
	Permeado	0,636	11,507	1,216	10,706	75,935
	Retentado	0,505	10,624	80,345	6,440	2,086
Exp. 6	Aliment.	0,625	11,291	10,871	10,091	67,122
	Permeado	0,649	11,557	1,050	10,495	76,250
	Retentado	0,426	10,266	79,602	7,197	2,509
Exp. 7	Aliment.	0,634	11,699	10,726	10,411	66,530
	Permeado	0,641	11,834	1,041	10,075	76,409
	Retentado	0,522	11,756	79,533	6,102	2,087

Tabela AIII.2. Composição química, em base seca, da alimentação, permeado e retentado após a ultrafiltração realizada até Fc igual a 15, à temperatura de 50 °C, para as condições do planejamento experimental

Exp.	Vazão (m ³ /h)	Pressão (bar)	Fluxo	NNP (%)	Proteína Total (%)	Gordura (%)	Cinzas (%)	Lactose (%)
1	3,6	0,7	Aliment.	0,729	9,538	1,004	9,147	79,583
			Permeado	0,426	0,953	0,000	9,359	89,262
			Retentado	1,240	61,854	5,793	8,888	22,226
2	1,8	0,7	Aliment.	0,950	8,514	1,106	8,526	80,904
			Permeado	0,757	1,042	0,000	9,003	89,198
			Retentado	1,164	58,080	6,108	9,473	25,175
3	3,6	2	Aliment.	0,652	11,410	0,983	7,492	79,462
			Permeado	0,552	0,214	0,000	8,489	90,745
			Retentado	1,244	70,207	5,631	9,743	13,175
4	1,8	2	Aliment.	0,692	9,885	0,979	9,979	78,465
			Permeado	0,667	0,245	0,000	11,335	87,753
			Retentado	0,854	67,096	5,647	7,873	18,529
5	2,7	1,4	Aliment.	0,636	11,507	1,216	10,575	76,067
			Permeado	0,564	0,539	0,000	11,399	87,497
			Retentado	1,129	63,568	5,699	10,776	18,829
6	2,7	1,4	Aliment.	0,649	11,557	1,050	10,495	76,250
			Permeado	0,589	0,580	0,000	11,893	86,938
			Retentado	1,055	62,439	6,463	10,375	19,668
7	2,7	1,4	Aliment.	0,641	11,834	1,041	10,498	75,986
			Permeado	0,600	0,890	0,000	11,365	87,146
			Retentado	1,093	65,001	5,814	9,150	18,942

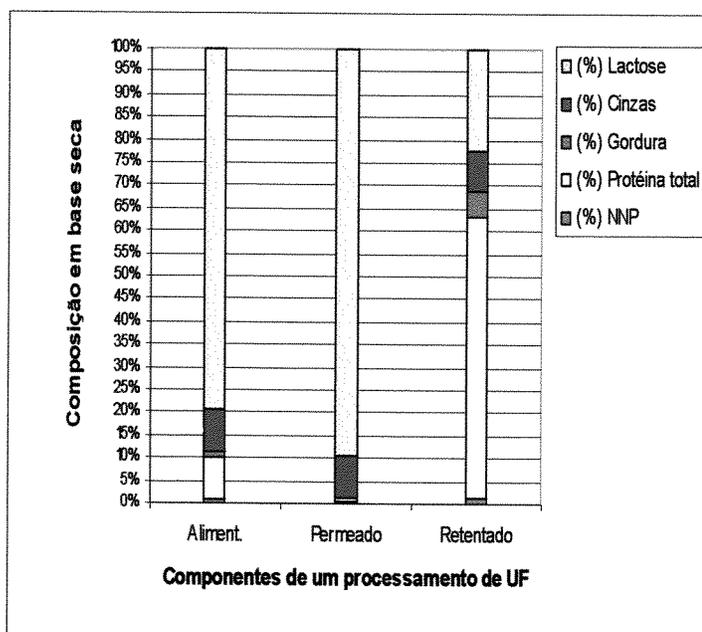


Figura AIII.1. Composição em base seca de alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 3,6 m³ / h, e pressão transmembrana de 0,7 bar

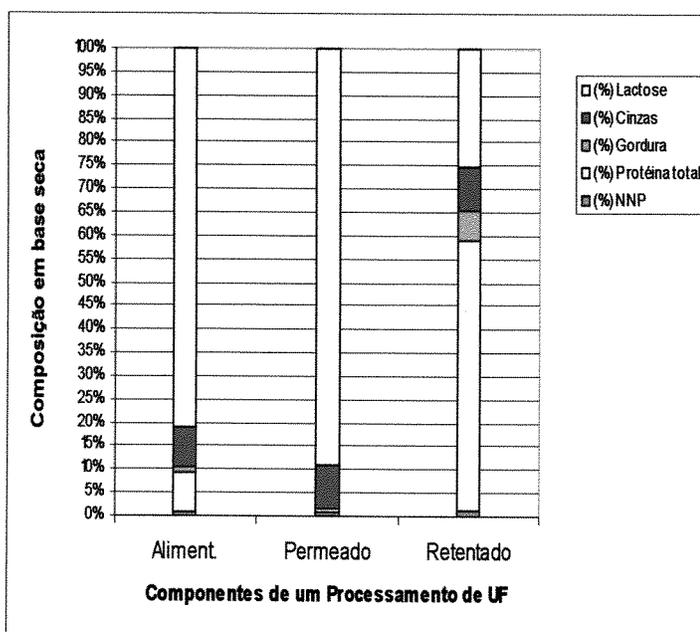


Figura AIII.2. Composição em base seca, de alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 1,8 m³ / h, e pressão transmembrana de 0,7 bar

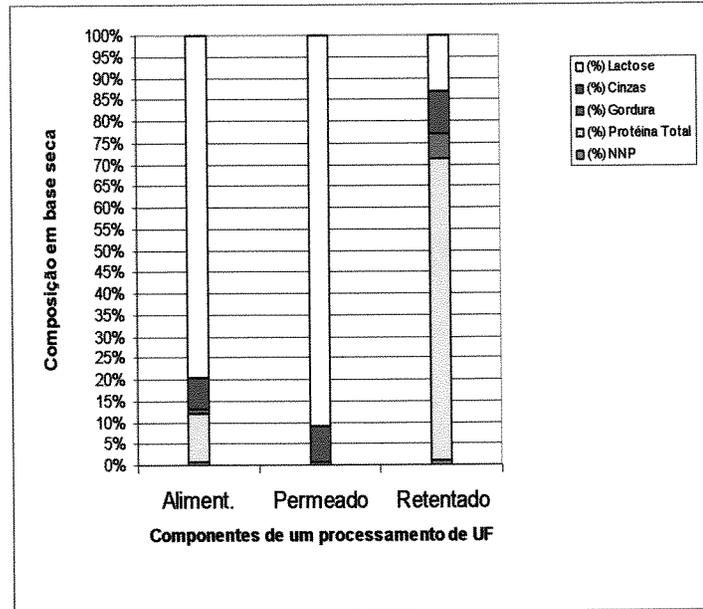


Figura AIII.3. Composição em base seca de alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 3,6 m³ / h, e pressão transmembrana de 2,0 bar

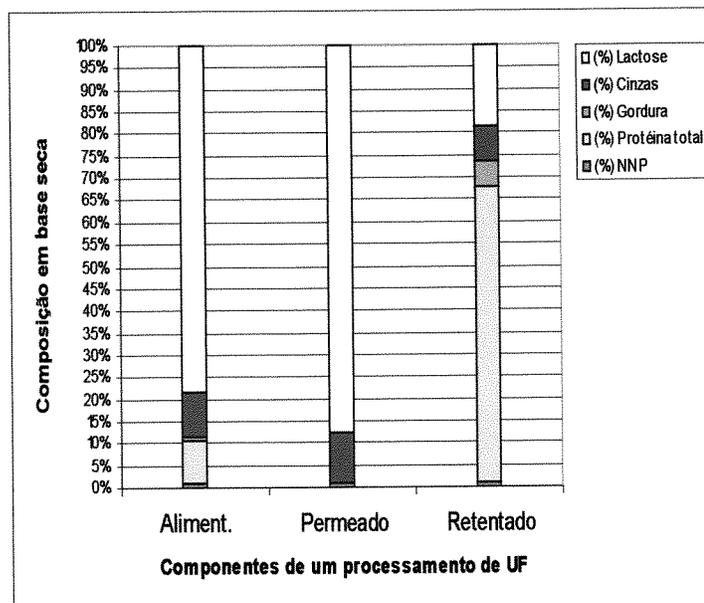


Figura AIII.4. Composição em base seca, de alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 1,8 m³ / h, e pressão transmembrana de 2,0 bar

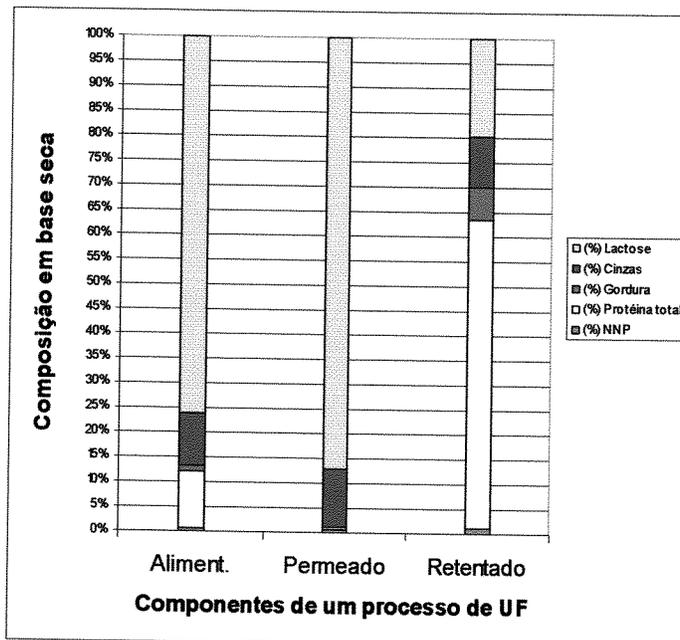


Figura AIII.5. Composição em base seca, de alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 2,7 m³ / h, e pressão transmembrana de 1,4 bar

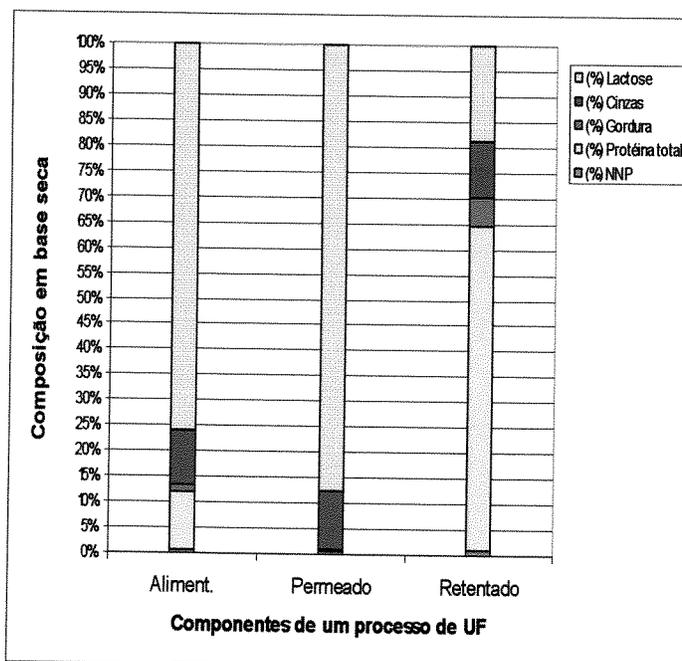


Figura AIII.6. Composição em base seca de alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 2,7 m³ / h, e pressão transmembrana de 1,4 bar

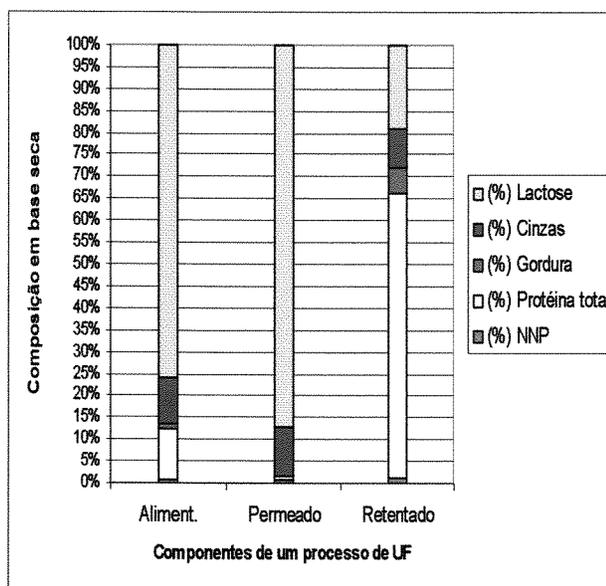


Figura AIII.7. Composição em base seca, da alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para uma vazão de 2,7 m³ / h, e pressão transmembrana de 1,4 bar

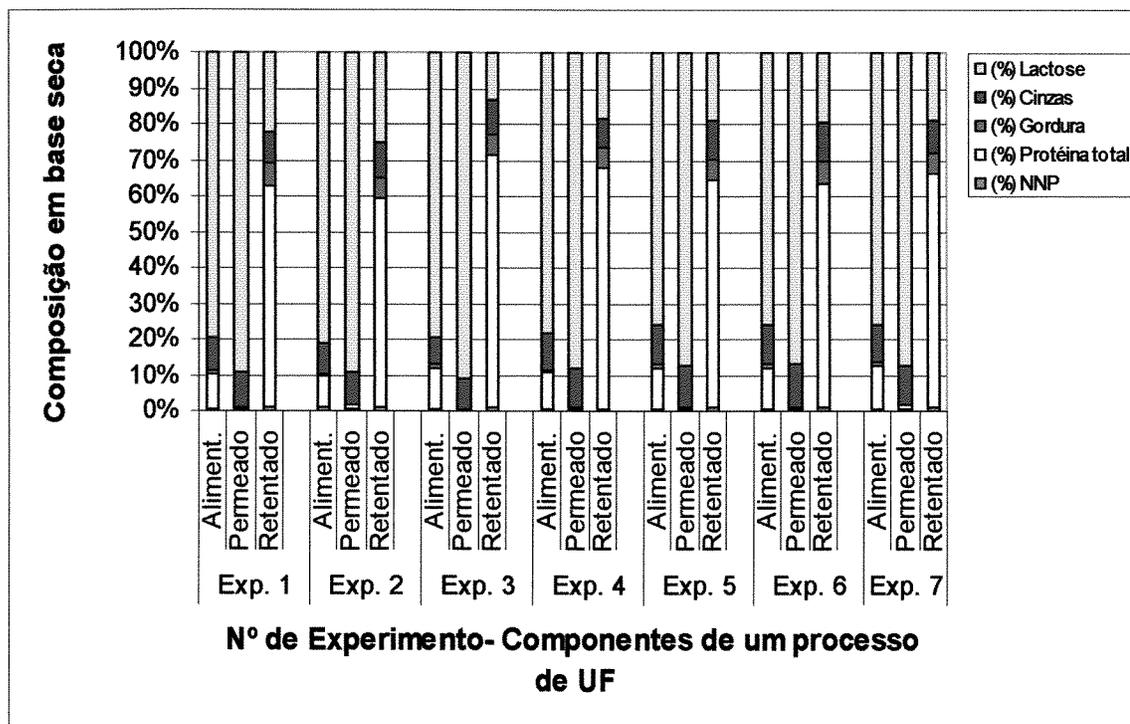


Figura AII.8. Composição em base seca, da alimentação, permeado e retentado durante a ultrafiltração, até FC igual a 15, à temperatura de 50° C para às condições de planejamento Experimental

ANEXO IV. Ajuste dos dados experimentais de concentração por UF aos modelos matemáticos de Kuo e Cheryan (1983) e Wu *et al.* (1991) e os respectivos gráficos dos resíduos.

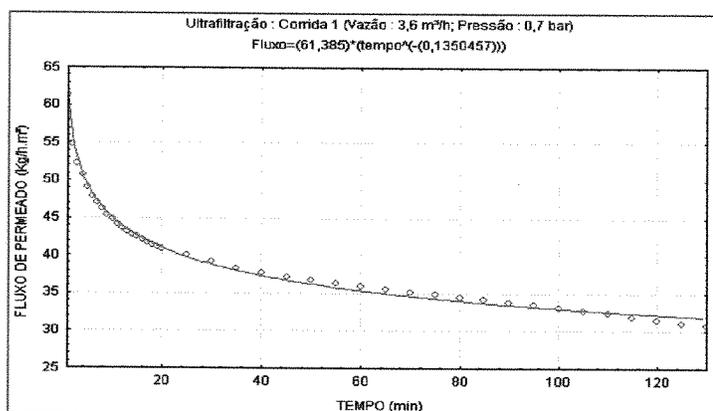


Figura AIV.1. Experimento 1 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (○) e calculado pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) (---) para as condições : vazão de $3.6 \text{ m}^3 / \text{h}$, e pressão transmembrana de $0,7 \text{ bar}$

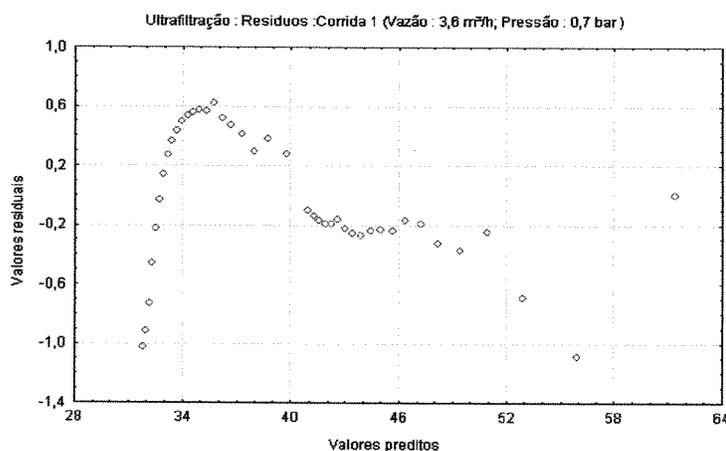


Figura AIV.2. Experimento 1 : Distribuição gráfica dos resíduos (○) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de $3.6 \text{ m}^3 / \text{h}$, e pressão transmembrana de $0,7 \text{ bar}$

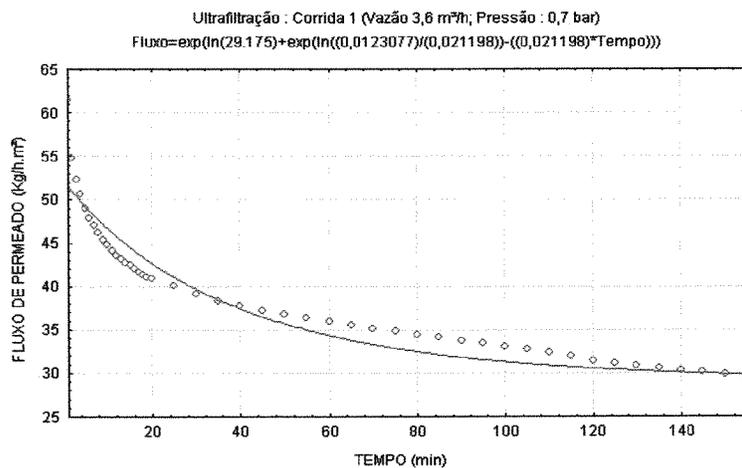


Figura AIV.3. Experimento 1 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (○) e calculado pelo modelo matemático de Wu et al.(1991) (—) para as condições : vazão de 3.6 m³ / h, e pressão transmembrana de 0,7 bar

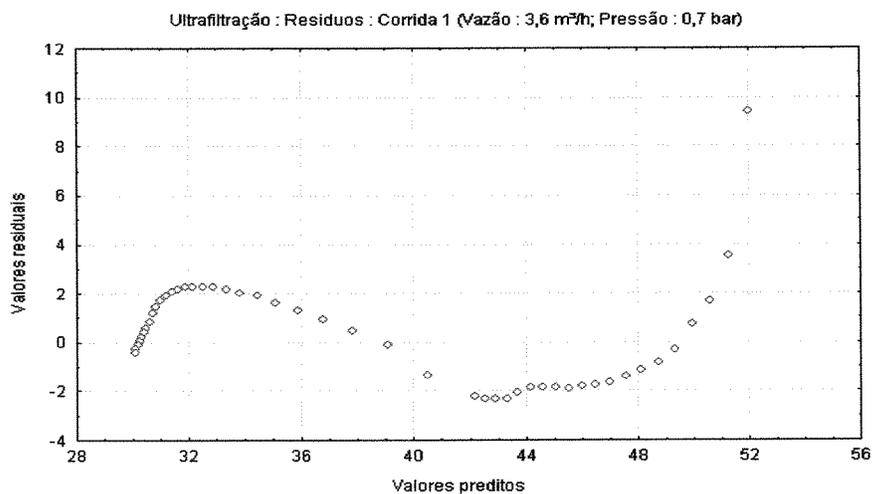


Figura AIV.4. Experimento 1 : Distribuição gráfica dos resíduos (○) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) para as condições : vazão de 3.6 m³ / h, e pressão transmembrana de 0,7 bar

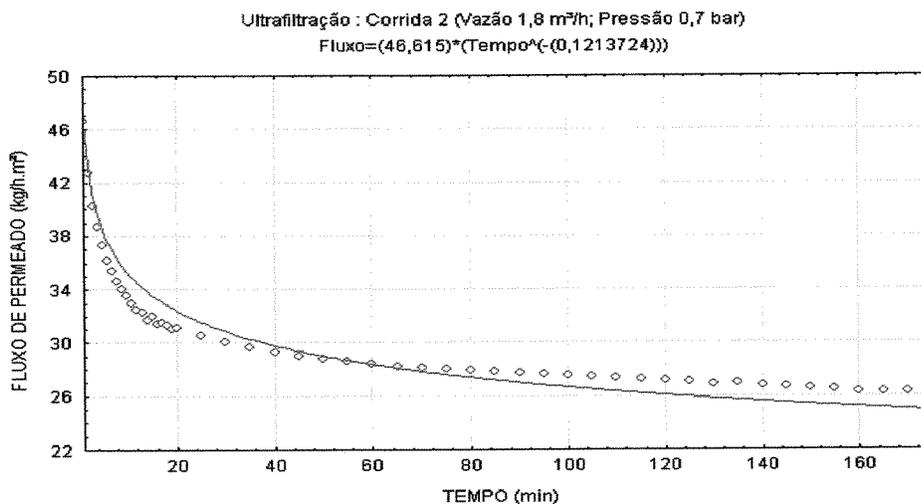


Figura AIV.5. Experimento 2 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (○) e calculado pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) (---) para as condições : vazão de 1,8 m³ / h, e pressão transmembrana de 0,7 bar

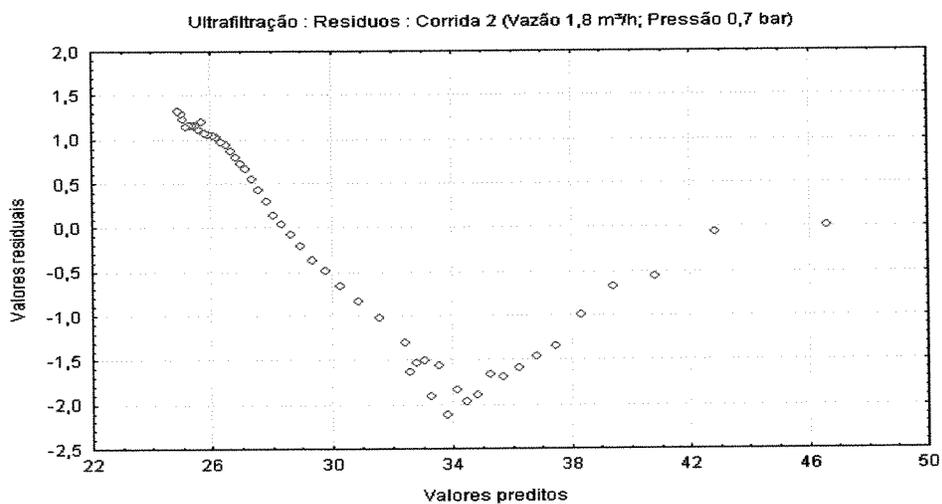


Figura AIV.6. Experimento 2 : Distribuição gráfica dos resíduos (○) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 1,8 m³ / h, e pressão transmembrana de 0,7 bar

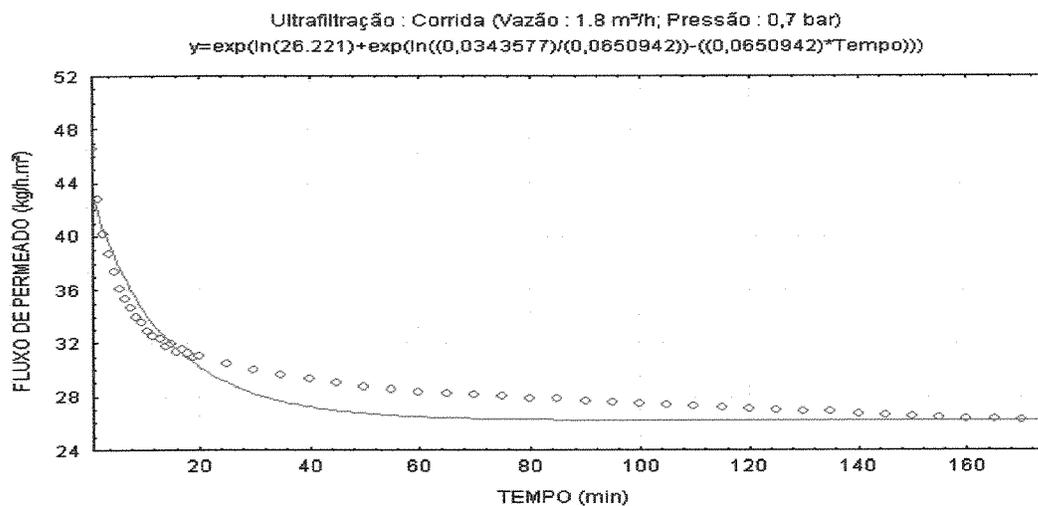


Figura AIV.7. Experimento 2 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (○) e calculado pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) (—) para as condições : vazão de 1,8 m³ / h, e pressão transmembrana de 0,7 bar

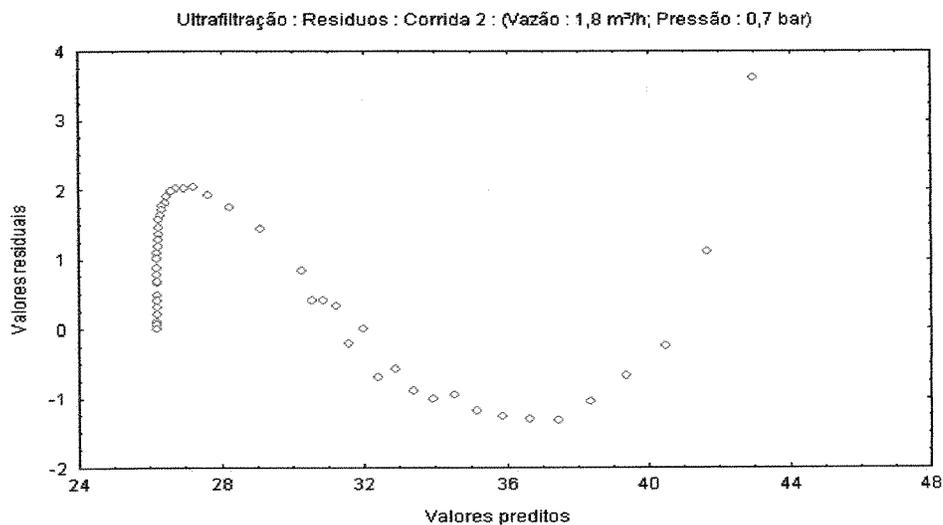


Figura AIV.8. Experimento 2 : Distribuição gráfica dos resíduos (○) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) para as condições : vazão de 1,8 m³ / h, e pressão transmembrana de 0,7 bar

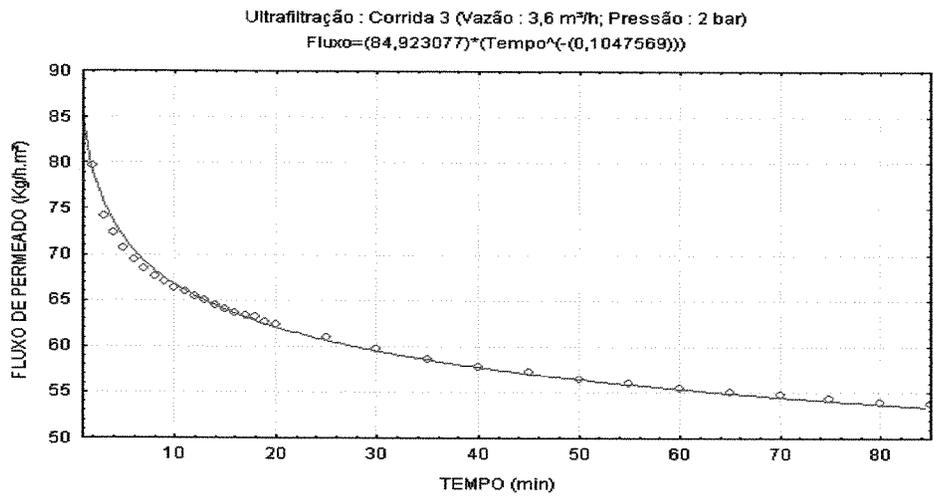


Figura AIV.9. Experimento 3 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (○) e calculado pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) (—) para as condições : vazão de 3,6 m³ / h, e pressão transmembrana de 2,0 bar

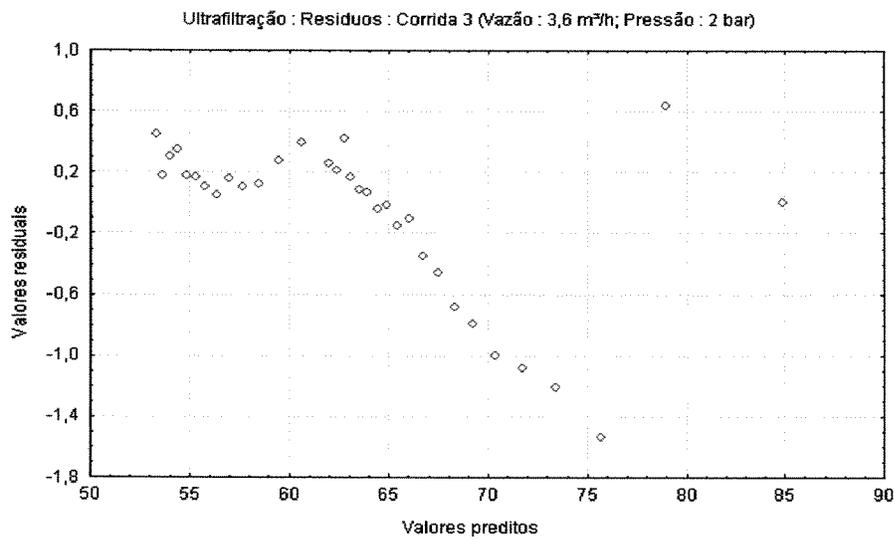


Figura AIV.10. Experimento 3 : Distribuição gráfica dos resíduos (○) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 3,6 m³/h, e pressão transmembrana de 2,0 bar

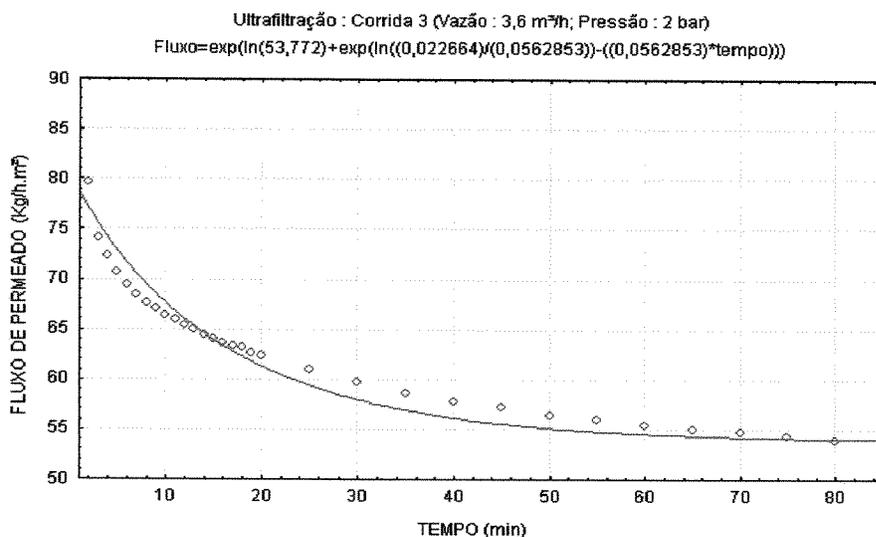


Figura AIV.11. Experimento 3 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) (---) para as condições : vazão de 3.6 m³ / h, e pressão transmembrana de 2,0 bar

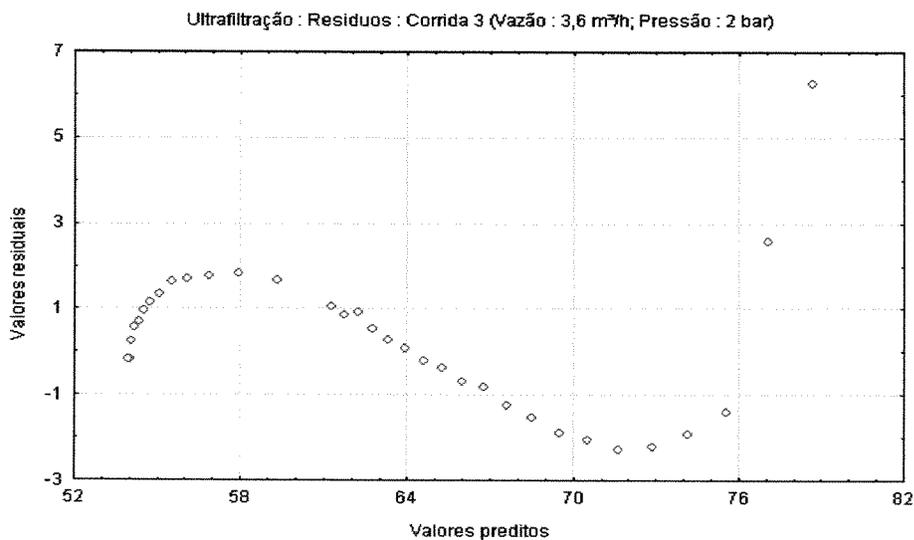


Figura AIV.12. Experimento 3 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) para as condições : vazão de 3.6 m³ / h, e pressão transmembrana de 2,0 bar

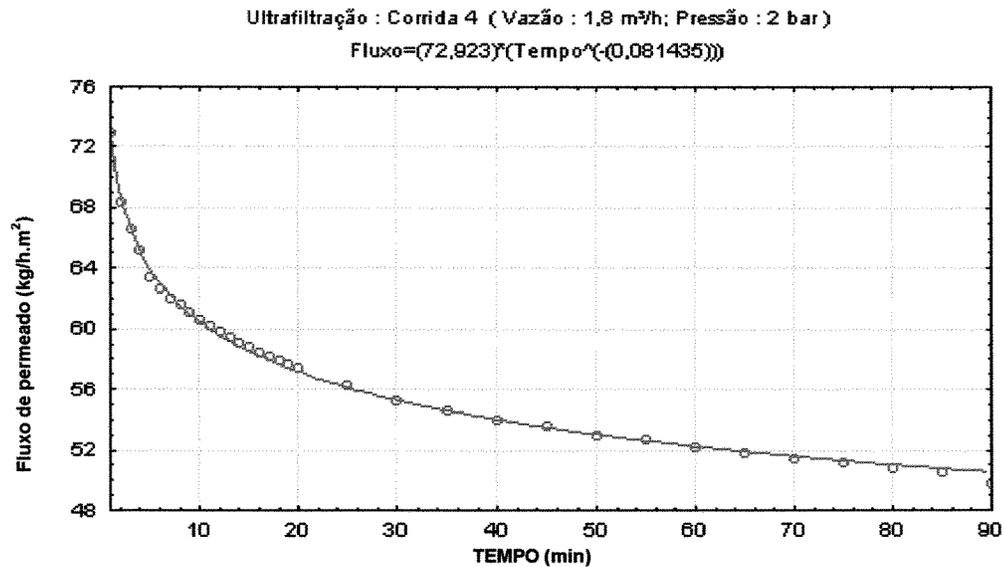


Figura AIV.13. Experimento 4 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (○) e calculado pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) (—) para as condições: vazão de 1,8 m³/h, e pressão transmembrana de 2,0 bar

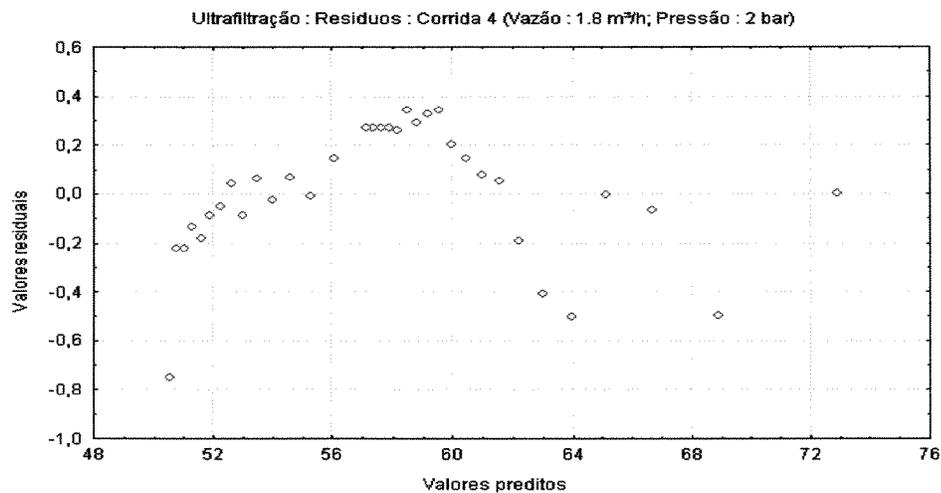


Figura AIV.14. Experimento 4 : Distribuição gráfica dos resíduos (○) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 1,8 m³/h, e pressão transmembrana de 2,0 bar

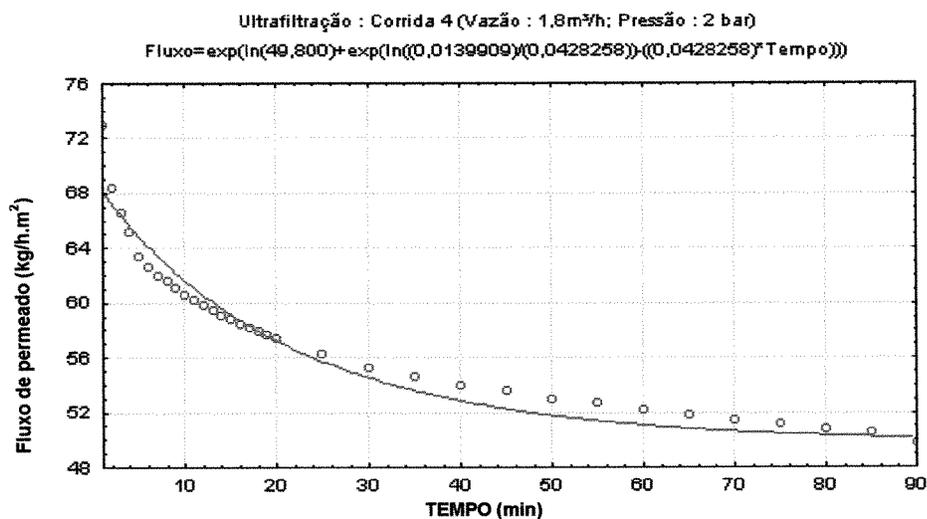


Figura AIV.15. Experimento 4 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (○) e calculado pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) (—) para as condições : vazão de 1,8 m³ / h, e pressão transmembrana de 2,0 bar

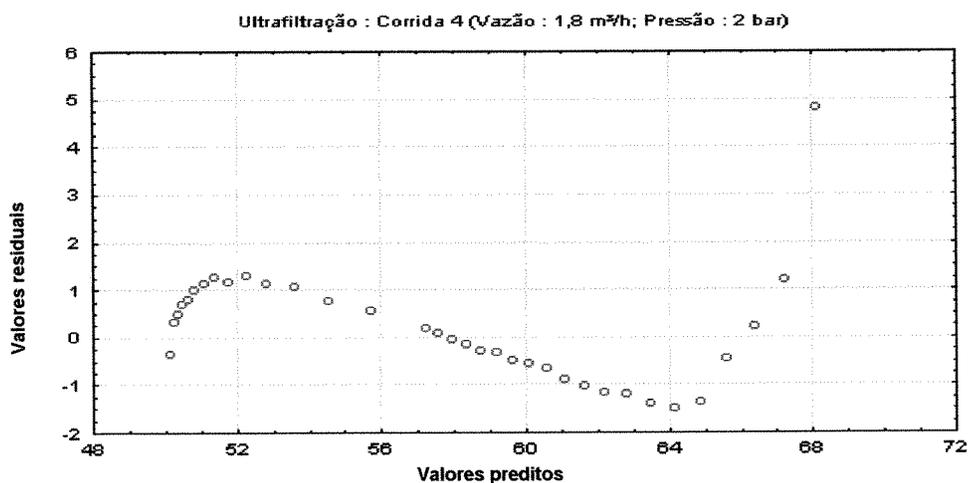


Figura AIV.16. Experimento 4 : Distribuição gráfica dos resíduos (○) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) para as condições : vazão de 1,8 m³ / h, e pressão transmembrana de 2,0 bar

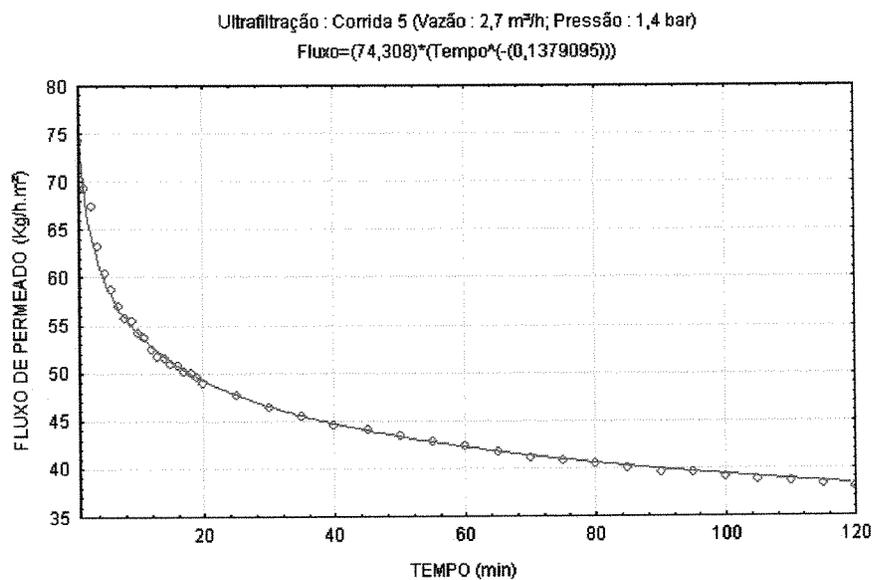


Figura AIV.17. Experimento 5 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) (—) para as condições : vazão de 2,7 m³/h, e pressão transmembrana de 1,4 bar

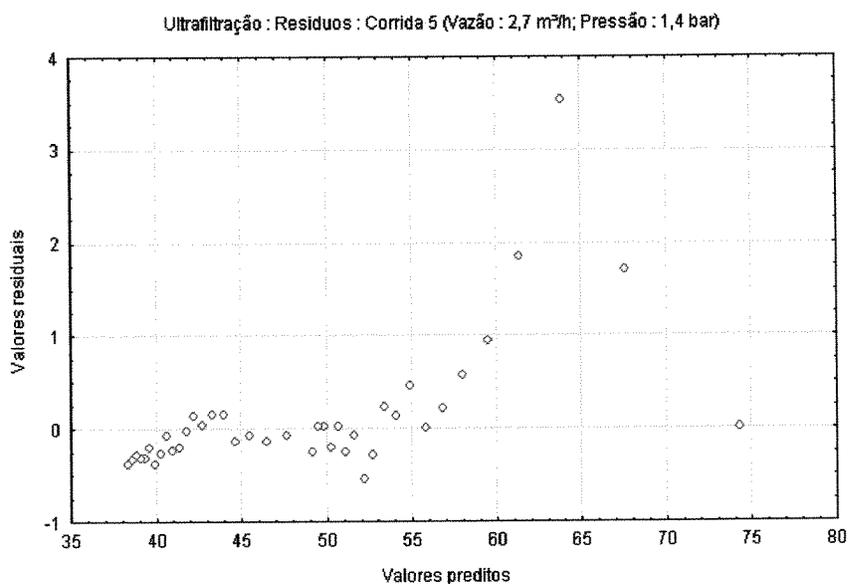


Figura AIV.18. Experimento 5 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 2,7 m³/h, e pressão transmembrana de 1,4 bar

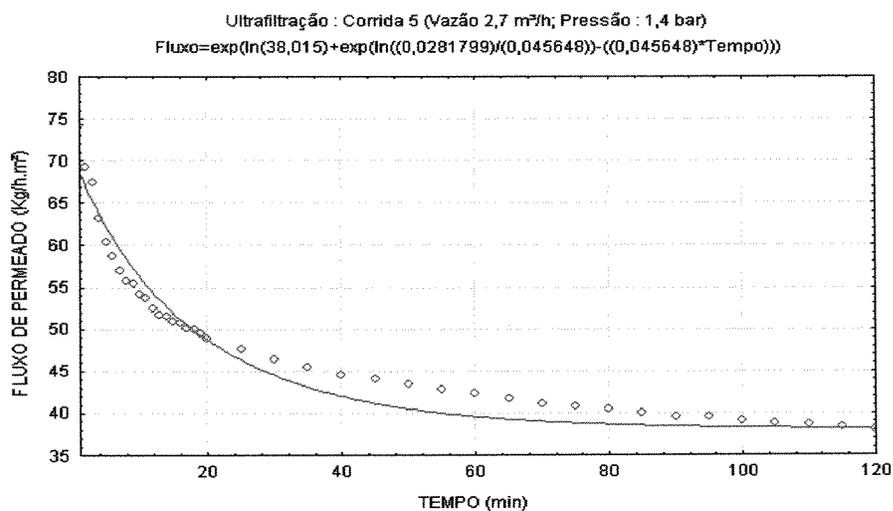


Figura AIV.19. Experimento 5 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) (—) para as condições : vazão de 2,7 m³/h, e pressão transmembrana de 1,4 bar

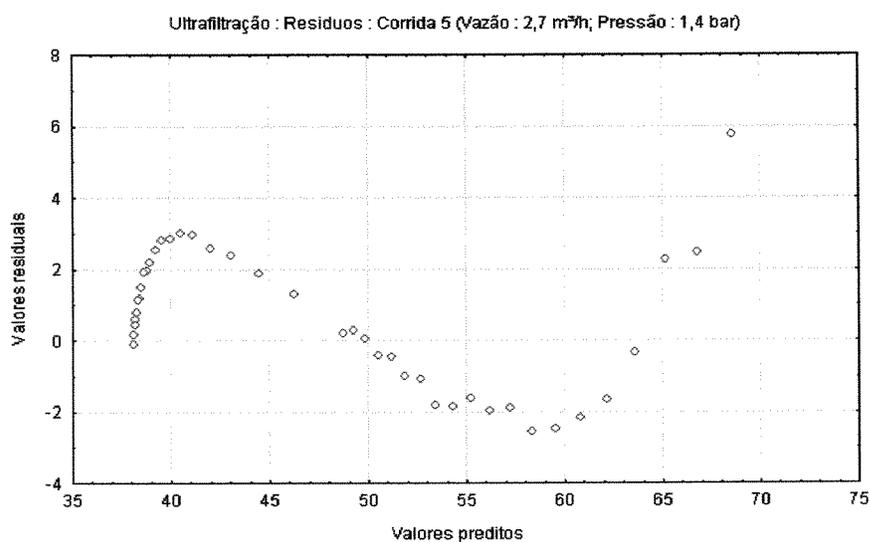


Figura AIV.20. Experimento 5 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) para as condições : vazão de 2,7 m³/h, e pressão transmembrana de 1,4 bar

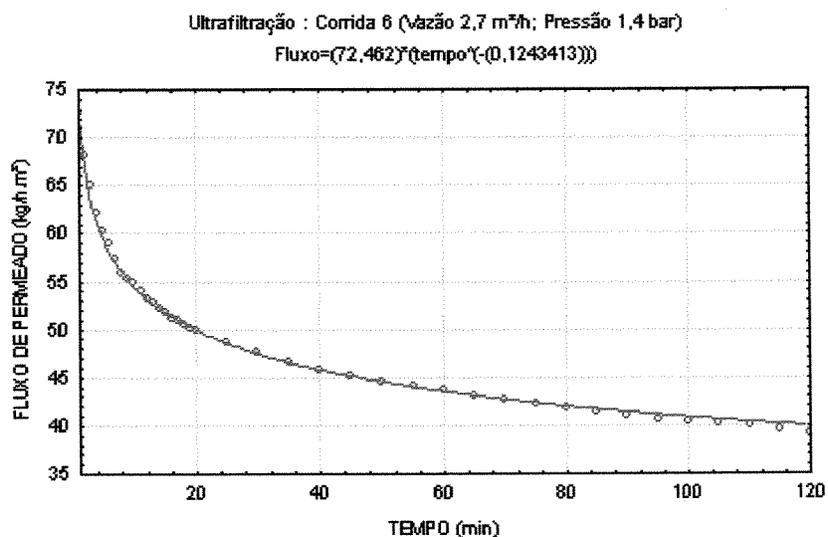


Figura AIV.21. Experimento 6 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) (---) para as condições : vazão de 2,7 m³/h, e pressão transmembrana de 1,4 bar

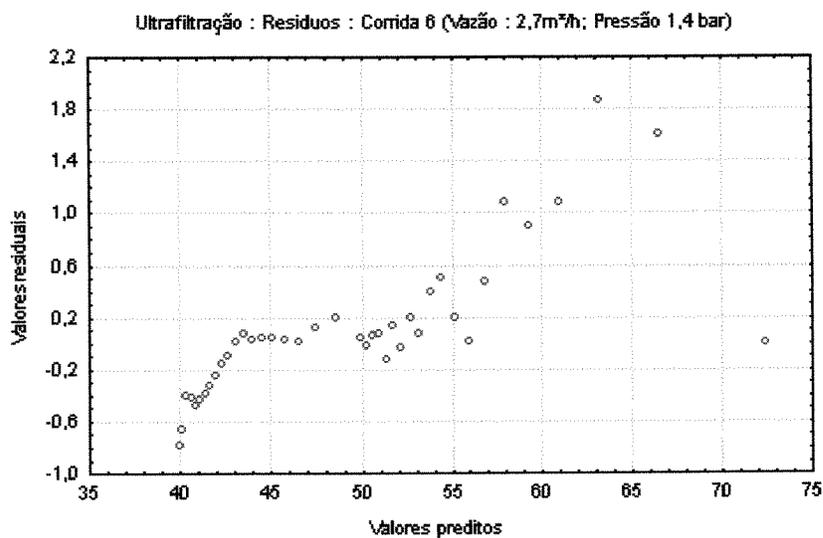


Figura AIV.22. Experimento 6 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 2,7 m³/h, e pressão transmembrana de 1,4 bar

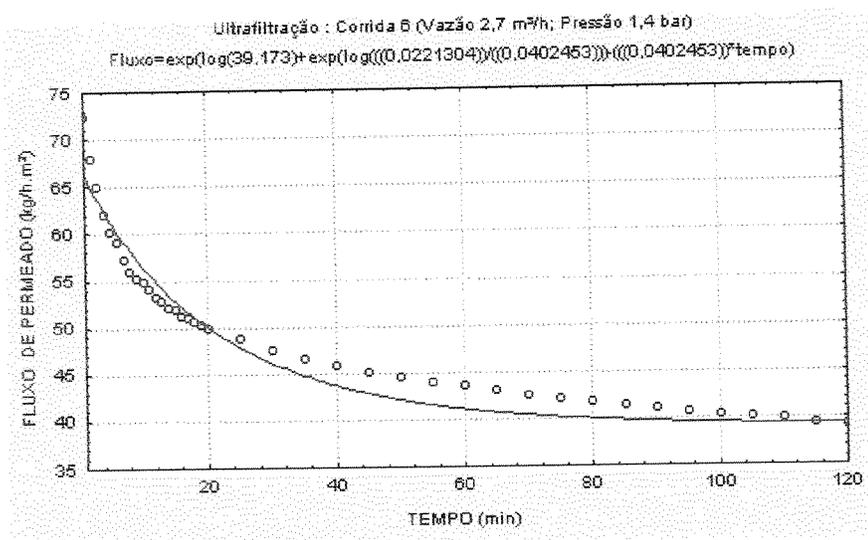


Figura AIV.23. Experimento 6 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (o) e calculado pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) para as condições : vazão de 2,7 m³/h, e pressão transmembrana de 1,4 bar

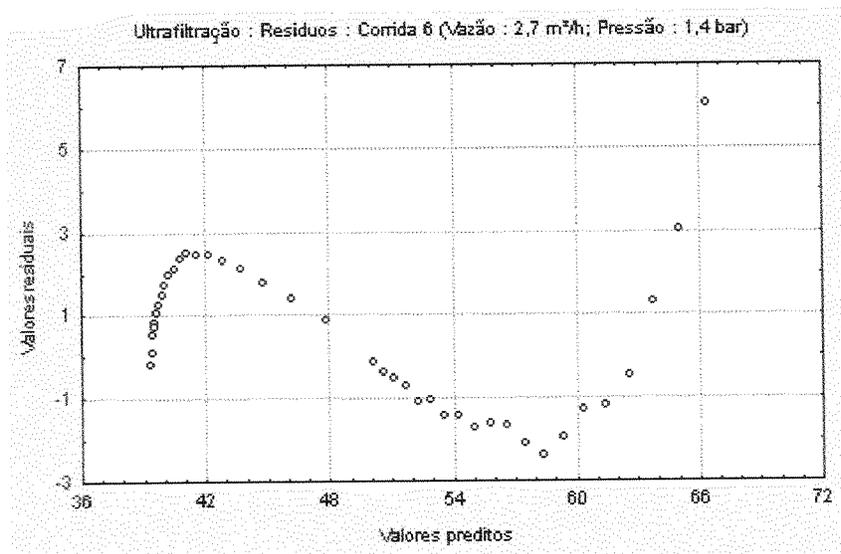


Figura AIV.24. Experimento 6 : Distribuição gráfica dos resíduos (o) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) para as condições : vazão de 2,7 m³/h, e pressão transmembrana de 1,4 bar

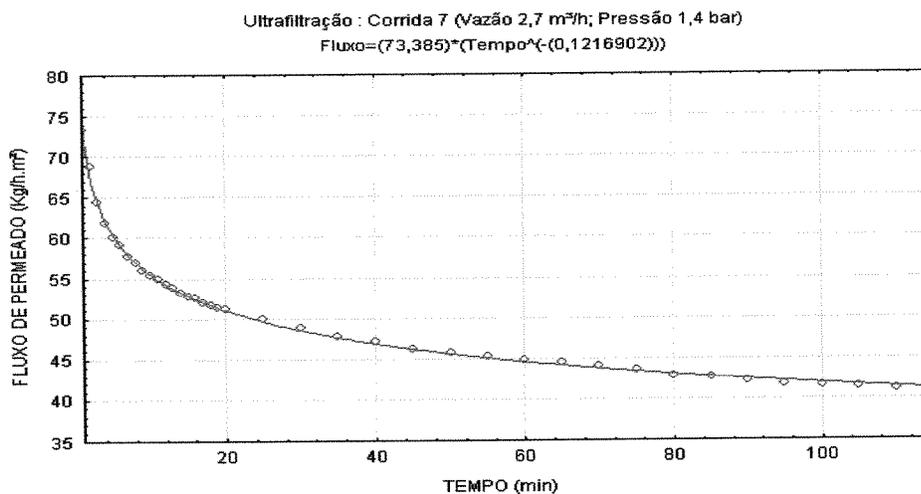


Figura AIV.25. Experimento 7 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (○) e calculado pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) (—) para as condições : vazão de 2,7 m³/h, e pressão transmembrana de 1,4 bar

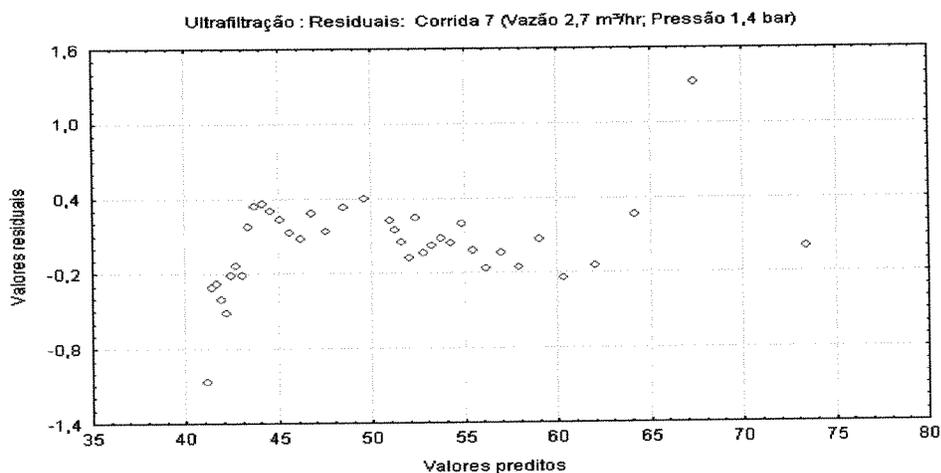


Figura AIV.26. Experimento 7 : Distribuição gráfica dos resíduos (○) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Kuo e Cheryan (1983) para as condições : vazão de 2,7 m³/h, e pressão transmembrana de 1,4 bar

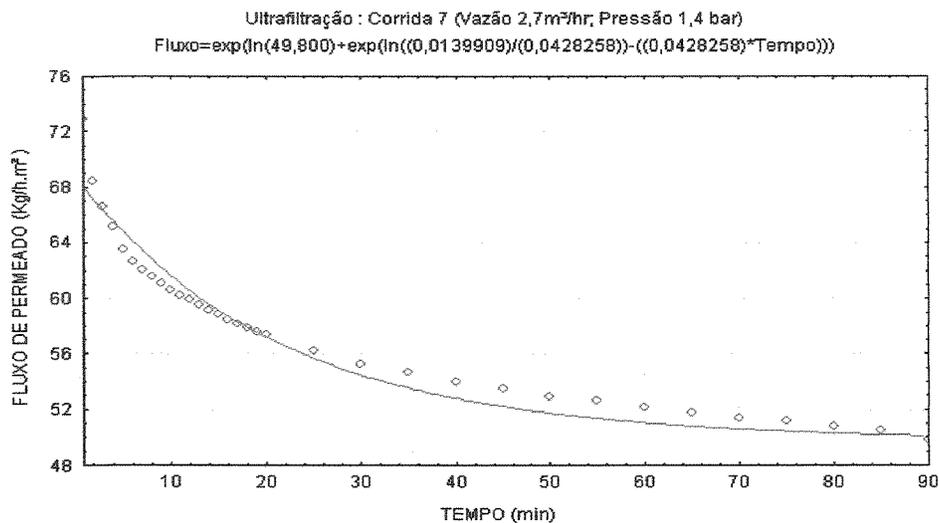


Figura AIV.27. Experimento 7 : Ajuste das curvas de fluxo de permeado experimental (○) e calculado pelo modelo matemático de Wu et.al.(1991) (---) para as condições : vazão de 2,7 m³/h, e pressão transmembrana de 1,4 bar

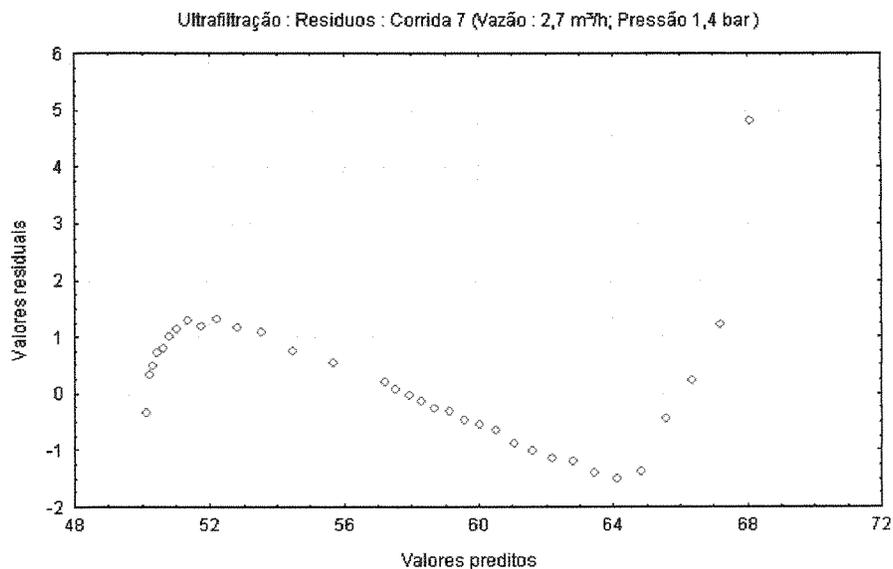


Figura AIV.28. Experimento 7 : Distribuição gráfica dos resíduos (○) em função dos valores preditos pelo modelo matemático de Wu et al.(1991) para as condições : vazão de 2,7 m³/h, e pressão transmembrana de 1,4 bar