

CONTRIBUIÇÃO AO ESTUDO DO
FRACIONAMENTO DE SORO DE QUEIJO
POR ULTRAFILTRAÇÃO

Por ROBERTO HERMINIO MORETTI

Orientador:

Dr. Yong Kum Park

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

1973

AGRADECIMENTOS

O autor agradece sinceramente ao Doutor Yong Kum Park pela orientação prestada a este trabalho e a COCA COLA EXPORT CORPORATION pelas condições físicas proporcionadas na elaboração do mesmo. Agradecimentos ao Professor Doutor André Tosello, Diretor da Faculdade de Tecnologia de Alimentos, Dr. Alex Malaspina e Dr. Roberto Resende pelo apoio e incentivo e aos Eng^{os} Antônio Guedes da S. Rosas Filho pelo auxílio na execução dos trabalhos experimentais e Sérgio R. Dall'Oca pelo auxílio na programação de computador.

Parte dos trabalhos experimentais foram feitos na Cooperativa Central dos Produtores de Leite e Coca-Cola Refrescos S.A. Os cálculos foram feitos no Instituto de Matemática, Estatística e Ciência da Computação da Universidade Estadual de Campinas.

ÍNDICE

Resumo	1
Summary	2
Introdução	3
Revisão de Literatura	7
Materiais e Metodos	10
Resultados	36
Discussão dos Resultados	62
Conclusões	74
Anexo I - Símbolos de Computação	77
Literatura Citada	79

RESUMO

Foi estudada a influência da configuração do sistema de ultrafiltração para processamento de soro de queijo não fermentado. Todo soro utilizado foi submetido a um tratamento prévio de peneiragem, centrifugação, desnate, pasteurização e filtração.

Utilizamos 4 configurações diferentes, que chamamos de EXPERIMENTOS 1, 2, 3 e 4. No experimento 1 fizemos 50 repetições, no Experimento 2, 40 repetições, no Experimento 3, 19 repetições e no Experimento 4, 38 repetições.

Verificou-se que, quanto menor a pressão de alimentação do soro, menor é o rendimento em proteína recuperada, porém a relação sólidos totais/proteína obtida no produto final é bem menor.

A injeção de água ao soro, tanto no início do processo, quanto entre um estágio e outro do ultrafiltro, contribue para obtenção de um produto final com teor maior de proteína. O uso de menor número de módulos em série e maior número de estágios com bombas intermediárias, permite obter um produto final com relação sólidos totais/proteína menor. Neste sistema, a adição de água deveria ser feita entre os estágios e em proporções crescentes dos primeiros para os últimos, a fim de manter uma viscosidade baixa e uniforme. A limpeza e sanitização de um sistema com séries mais curtas, são mais fáceis, eficientes e tomam menor tempo.

SUMMARY

The influence of the ultrafiltration system configuration on the fractionation of sweet whey was studied.

All the whey to be processed was previously treated by , screening, casein separation, defatting, pasteurization and filtration.

Four different configurations were used, which were called EXPERIMENT 1, 2, 3 and 4. In the first experiment, 50 repetitions were made; in the second 40 repetitions; in the third, 19 repetitions and in the fourth, 38 repetitions.

It was observed that, lower the feeding pressure results in a lower yield of protein recovered, but, on the other hand, the total solids/Protein ratio of the final product is much smaller.

The water injection in the whey before ultrafiltration, or in between stages, contribute to a higher protein content in the final product.

By using shorter series and more stages with booster pumps in between, the final product will be higher in protein content. In this proposed system the water injection should be made in between stages and increasing the percentage from the first to the last one, in order to keep a lower and uniform viscosity. The cleaning and sanitation procedure for this kind of configuration are easier, more efficient and can be accomplished in shorter time.

INTRODUÇÃO

Atualmente o problema da eliminação de efluentes industriais tem-se agravado significativamente, devido ao crescimento do nosso parque industrial.

Nos Estados Unidos da America do Norte o volume de soro de queijo eliminado anualmente é da ordem de 200.000.000 de litros o que poderia fornecer 1 200 toneladas de proteína de alto valor biológico. Como sabemos tais proteínas são lactoalbuminas e lactoglobulinas, cujo "PER" é citado como sendo maior que 3,6 (Mueller, 1947), portanto o desperdício desta fonte proteica valiosa é lastimável.

A razão desta perda é a falta de tecnologia adequada e econômica para seu aproveitamento na alimentação humana.

Fizemos um levantamento da quantidade de soro produzido diariamente no Brasil, em algumas bacias leiteiras. A região do Sul de Minas Gerais e Zona da Mata do mesmo estado, que é a mais importante, produz aproximadamente 400 000 litros diários, dos quais nem 20% chegam a ser industrializados.

O maior empecilho no aproveitamento do soro é o alto custo do transporte em relação a quantidade de proteína que encerra. O soro de queijo apresenta 0,6% de proteína e 5,% de lactose aproximadamente. Isto significa que para obtermos um kg de proteína, necessitamos 200 litros de soro, considerando-se perdas ocorridas no processo de recuperação.

Como no Brasil as fabricas de queijo são geralmente de pequeno porte, torna-se anti-economico o seu processamento no local. Assim sendo a necessidade do transporte para áreas maiores e centralizadas, encarece o soro. Para que as industrias de laticinios possam explorá-lo positivamente, torna-se indispensavel o desenvolvimento de um processo tecnologico que possibilite a recuperação de suas proteínas em pequena escala.

Dos processos tecnológicos conhecidos, o mais acessível para pequenas indústrias é o da ultrafiltração ou da osmose reversa.

O princípio de Osmose é usado para descrever a passagem espontânea de água de uma solução diluída, através de uma membrana, para uma solução concentrada.

O processo de Osmose é tão velho quanto a vida. Células vivas deixam passar fluidos para dentro e para fora através das paredes celulares por difusão, resultante em parte de diferenças em concentração. Alimentos e líquidos usados pelo corpo humano entram na circulação sanguínea por osmose. As plantas absorvem alimentos e umidade do solo por osmose.

Quando fluidos de concentrações diferentes são separados por uma membrana, a solução diluída fluirá através desta, para a solução concentrada. O nível da solução diluída baixará e o da solução concentrada se elevará até que um equilíbrio seja atingido. A diferença de pressão entre esses dois níveis é conhecida como "Pressão Osmótica".

Se uma pressão maior que a osmótica for aplicada à solução concentrada, o líquido fluirá em direção oposta, isto é da solução concentrada para a diluída. O resultado é conhecido por "Osmose reversa". (Ver figuras A, B e C).

O sistema chamado de ultrafiltração, usa uma pressão um pouco menor que a pressão osmótica e o tamanho dos poros da membrana de ultrafiltração é um pouco maior que no caso da membrana osmótica. Estes poros variam de diâmetro.

A distinção entre os processos de Osmose Reversa e ultrafiltração é a seguinte:

Osmose reversa é o processo pelo qual todas as substâncias solúveis excepto água são rejeitadas pela membrana. A pressão osmótica do líquido processado desta forma é geralmente muito alta e portanto para se conseguir permeações satisfatórias através das membranas, vem-se usar pressões hidrostáticas maiores que 40 kg/cm^2 .

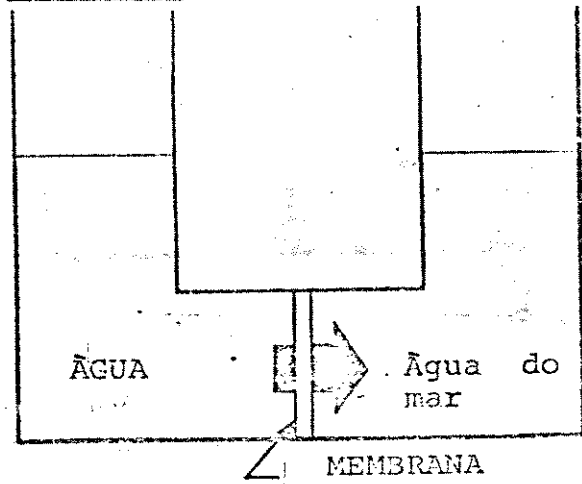
Ultrafiltração é o processo de separação por membranas que são permeáveis a Solutos e Solventes de peso molecular relativamente baixos, mas impermeáveis a moléculas de peso molecular elevado. O tamanho limite de seletividade de cada membrana, pode ser modificado durante seu processo de fabricação.

Como os trabalhos publicados sobre a utilização do processo de ultrafiltração no fracionamento do soro, docc, são escas - sos, e além disto tratam-se de trabalhos de laboratórios e cuja operação do sistema nunca é prolongada, achamos por bem oferecer esta nossa pequena contribuição, que trata o assunto sob um prisma mais de aplicação para a indústrias.

OSMOSE

Quando líquidos de diferentes concentrações, são separados por uma membrana em um mesmo vaso, a solução mais diluída migrará através da mesma para a solução mais concentrada.

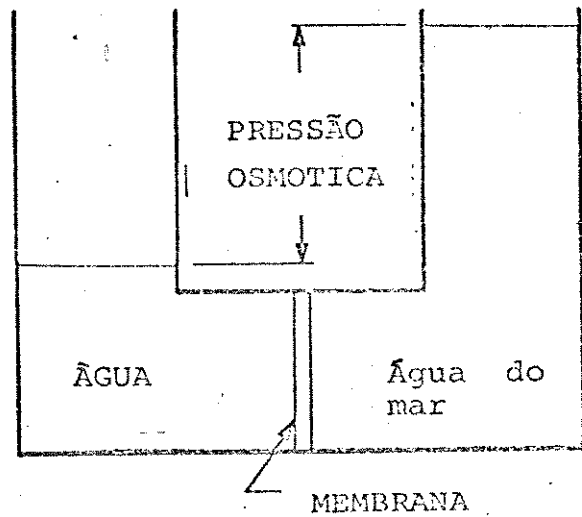
FIGURA A



PRESSÃO OSMOTICA

O nível da solução diluída cai e o nível da solução concentrada se eleva até que um equilíbrio seja atingido. A diferença de pressão entre esses dois níveis é a "PRESSÃO OSMOTICA".

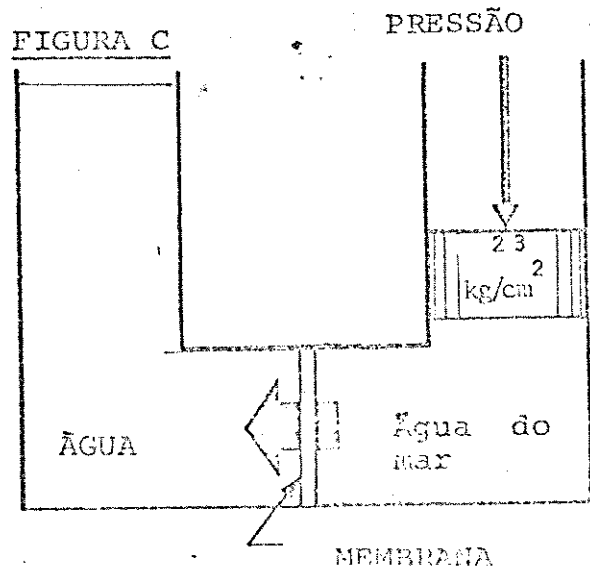
FIGURA B



OSMOSE REVERSA

Se uma pressão maior que a pressão osmótica for aplicada sobre a solução concentrada, o fluxo é revertido da solução concentrada para a solução diluída. Isto é "Osmose reversa".

FIGURA C



REVISÃO DE LITERATURA

O valor biológico das lactoalbuminas já é reconhecido a mais de 50 anos (Osborne, 1924). Entre todas as proteínas encontradas na natureza, lactoalbumina é uma das que possuem maior valor biológico. Considera-se que chega a ter um "PER" de até 1,5 vezes o da caseína (Mueller, 1947). No entanto esta proteína vem sendo perdida em grandes quantidades por não haver um processo tecnológico econômico que torne possível a sua recuperação, além da grande perecibilidade deste produto (Mc Donough, 1971).

A uma década passada desenvolveu-se uma membrana capaz de permear os solutos verdadeiros com água e reter os colóides, (Loeb, 1963). No início, este tipo de membrana foi usado no processo de dessalinização de água do mar e águas salobras (Merten, 1966). Em 1965 apareceram as primeiras pesquisas no uso dessas membranas na concentração de alimentos (Morgan, et al 1965) e mais tarde em 1967, iniciou-se o uso da osmose reversa na concentração de soro de queijo (Merson, et al., 1968 - Marshall, 1968).

Como vemos, o uso da ultrafiltração no fracionamento de soro de queijo é muito recente e pelos trabalhos que vem sendo publicados nos últimos anos (Peri, 1968 - Peri, 1971 - Mc Donough, 1971 - Mc Donough et al., 1971 - Lim, 1971 - Forbes, 1972 - Fenton May, 1971 - Morrison, 1970) nota-se que o interesse pela recuperação das lactoalbuminas por osmose reversa ou ultrafiltração, vem crescendo de maneira notável e já podemos contar com uma tecnologia que parece ser econômica para essa finalidade (Morrison, 1970 - Abcor, 1969 - Mc Donough, 1971).

Ao que parece, a limitação do processo é somente a vida útil das membranas e a parte de engenharia, no que diz respeito a construção sanitária (Merson, 1971).

A contração a vácuo, pura e simples, é muito cara devido a

a baixa concentração de sólidos do soro, e além do mais, o uso desse produto tem suas limitações, pois encerra grandes proporções de lactose, sais, ácido lático, que podem ser indesejáveis em certos alimentos (Marshall, 1968 - Patente Argentina 1972, Patente Alemanha, 1973 - Patente Belgica, 1973 - Alesch, 1958).

O soro de queijo mais comumente produzido é o soro ácido, que apresenta pH em torno de 4,6 a 5,4 (Mc Donough, 1968) e ainda existe tipo de queijos que produzem um soro com pH em torno de 6,0 (Forbes, 1972). O pK das lactoalbuminas é em torno de 5,2 e trabalhando-se com o soro em torno desse pH, a quantidade de proteína que pode precipitar sobre as membranas é maior. A permeação por unidade de área cai drasticamente quando se procede a ultrafiltração de soros ácidos (Forbes, 1972).

Encontramos na literatura os mais variados valores para permeação, no fracionamento de soro: 35 LPH/m^2 (Mc Donough, 1970), 16 a 80 LPH/m^2 (Chian, 1969).

A variação na permeação, tem sido reportada como sendo devida ao acumulo de material sobre a membrana, aumento da concentração sobre a superfície da mesma, compactação da membrana (Marshall, 1968 - Mc Donough, 1970 - Peri, 1968 - Peri, 1971). Entre as recomendações para diminuir esta queda de permeação incluem-se: aumento de turbulencia sobre a membrana, aumentando-se a velocidade do liquido ou adição de promotores de turbulencia, a certo das pressões de trabalho a um nível ótimo, de acordo com o sistema que se vai usar, desenvolvimento de métodos adequados de limpeza, ou usar recirculação (Marshall, 1968 - Mc Donough, 1970 - Peri, 1968 - Peri, 1971).

A pasteurização do soro de queijo, provoca a desnaturação de parte das proteínas. Essa desnaturação é maior no caso dos soros ácidos (Cuy, 1967), portanto ao se utilizar soro doce, a temperatura e tempo usados nesse tratamento podem ser mais se-

veros, destruindo desta forma maior numero de microorganismos e podendo trabalhar maior numero de horas no ultrafiltro sem problema microbiológico. Entretanto o pH do soro doce e a quantidade de micronutrientes nele existentes, tornam-o mais susceptível ao desenvolvimento de bacterias laticas. Isto exige que as condições de trabalho para o processamento de soro doce devam ser mais higienicas.

Poucas referencias são feitas quanto as condições necessarias para o fracionamento de soro doce, ou seja, soro proveniente da fabricação do queijo tipo Minas e outros, que apresentam um pH de 6,3 a 6,6.

Procuramos nesse trabalho, verificar o comportamento do sistema de ultrafiltração no fracionamento do soro desse tipo de queijo, variando-se a configuração da unidade ultrafiltrante, a injeção de água ao soro, as diferenças de pressões entre entrada e saída do liquido no ultrafiltro, velocidade do soro no interior dos tubos ultrafiltrante.

MATERIAIS E MÉTODOS

O material usado foi o soro de queijo tipo Minas, doce, esgotado diretamente do tanque, após o corte da massa coagulada pela renina, contendo um inóculo de 5% sobre o volume inicial de leite pasteurizado, de *Streptococcus lactis*.

O pH desse soro variou de 6,4 a 6,6. O esgotamento da ordem de 60 - 70% do volume inicial de leite e efetuado antes da adição de sal à massa.

O soro foi drenado por gravidade, passando através de duas peneiras em série. A primeira de malha 50 e a segunda de malha 200, onde foram separados os grânulos de caseína coagulada, que saíram junto com o soro. A temperatura do soro drenado foi de 36°C aproximadamente e recebido num tanque de 4.000 litros de capacidade, em forma de paralelepípedo, com agitador.

Logo após o recebimento de cada lote de 2.500 litros, adicionou-se H_2O_2 na concentração de 20% para dar um teor de 0,003 % no soro. Após 5 minutos de agitação efetuou-se uma pasteurização do lote, da seguinte maneira:

Servindo-se de uma bomba centrífuga bombeou-se o soro através de um intercambiador de placas, onde foi aquecido a uma temperatura de 70°C, a uma vazão de 2.000 litros por hora. Após o aquecimento, foi encaminhado para uma centrífuga clarificadora e em seguida para uma centrífuga desnatadeira, a fim de eliminar todos os sólidos em suspensão e gordura. O tempo de estadia do soro a 70°C nessa linha constituída pelas tubulações, clarificadora e desnatadeira foi de 1 minuto e logo em seguida resfriado a 2-3°C por intermédio de um intercambiador de placas resfriado por água gelada.

O soro pasteurizado, gelado, foi armazenado em tanques fechados de 2.500 litros de capacidade, isotérmicos, em lotes separados.

Nesses tanques isotérmicos foi feita a adição de terra diatomácea (1) numa concentração de 50 gramas para cada 100 litros de soro.

Os lotes foram então filtrados individualmente por um filtro de 1 m² de área filtrante, com pré-capa constituída de diatomácea Fibra-Flo (2).

A temperatura de filtragem foi de 3-4°C e a vazão de 1.000 a 1.400 litros por hora.

O soro filtrado foi recolhido num tanque isotérmico de 500 litros de capacidade, que funcionou como tampão ou "Tanque de Equilíbrio".

Este soro, pasteurizado, clarificado, desnatado, gelado e filtrado, apresentou a seguinte composição:

pH	6.40 - 6.60
Acidez	16º Dornic - 19º Dornic
Brix refratométrico	6.0º a 7.0º Brix
Gordura	0.02 - 0.05 %
Contagem microbiológica	10 ⁴ (inibidas por ± 15 horas)
H ₂ O ₂ residual	<8 ppm
Aspecto visual	quase límpido

(1) - Hyflo Supercel - Dicalite.

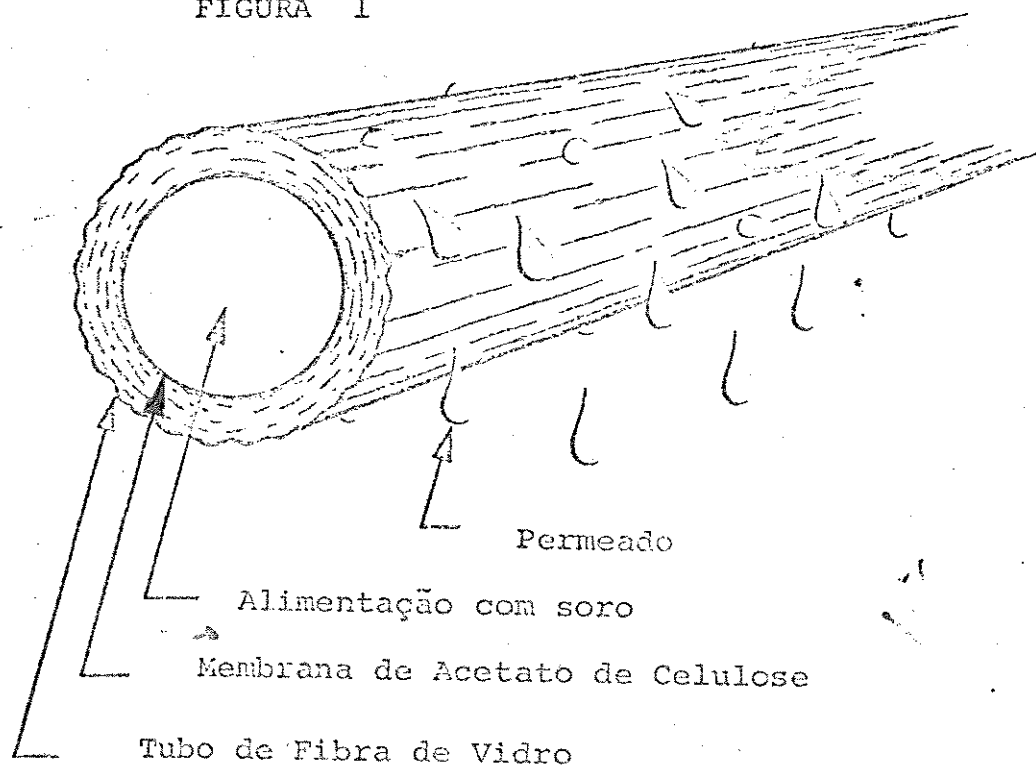
(2) - Fibra-Flo - Dicalite c/7% de Amianto.

Este soro foi a matéria prima que alimentou a unidade de ultrafiltração, após ser aquecido, através de um intercambiador de placas, a 38°C, sendo água quente a 90°C o agente fornecedor de calor.

O sistema de ultrafiltração usado foi o sistema tubular com membrana interna de acetato de celulose, polimerizada sobre a face interna de um tubo poroso de fibra de vidro e resina epoxi. Este sistema foi idealizado pelo Dr. Havens e construído pela firma Havens International, em San Diego, Califórnia, USA.

É um processo pelo qual o soro é bombeado sob pressão, através desses tubos porosos de fibra de vidro, revestidos internamente e integralmente por uma membrana osmótica de acetato de celulose.

FIGURA 1



ÍTEMDESCRIÇÃO

1	Capa Plástica
2	Flange da Cabeça da Capa Plástica
3	Conecção do Final do Módulo-Branca (Baixa Pressão)
3A	Conecção do Final do Módulo-Preta (Alta Pressão)
4	Singleton
5	"U" de Plástico
5A	Plugue
6	Manga de Borracha
7	Varão de aço 1/2"
8	Plugue tipo "Star"
9	Tubo de Fibra de Vidro com Membrana
10	Junta Cônica de Conecção
11	Tubo Conector
12	Selo Tipo Anel "O"
13	Selo Tipo Anel "O"
14	Arruela Chata
15	Porca Hexagonal
16	Parafuso
17	Porca Hexagonal
18	Arruela Chata
19	Arruela Tipo Estrêla
20	Tubo Poli-Flo

* * *

Esses tubos são colocados em feixes de 18, dentro de um tubo hexagonal, conforme figura 1, em série e são interligados por meio de ligações plásticas em forma de "U", conforme figuras 1, 2 e 3, formando um módulo com as seguintes características :

Comprimento	239	cm
Diâmetro	8,9	cm
Capacidade dos tubos	5,10	l
Capacidade externa (tubo hexagonal)	1,33	l
Peso (cheio c/líquido)	11,35	kg

Estes módulos podem ser conectados em paralelo ou em série. Cada módulo dá um comprimento total de tubos de 40 metros .

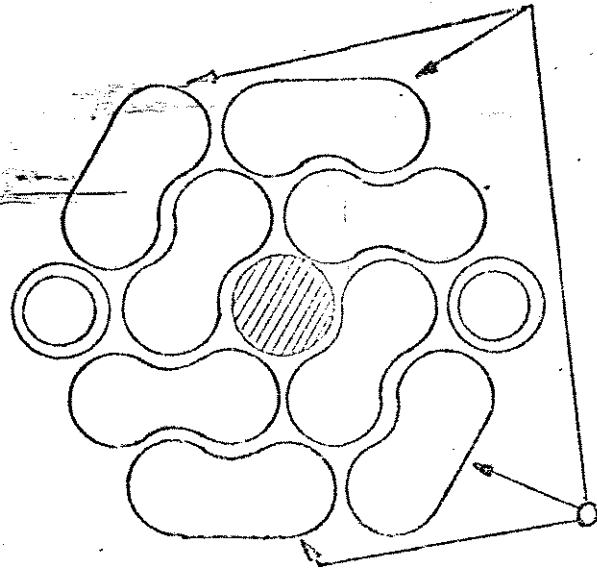
Os tubos são conectados pelas ligações em "U", que por sua vez são fixadas por intermédio de uma capa de alta pressão - (preta) e outra de baixa pressão (branca), de cada lado do tubo hexagonal. Um eixo de meia polegada, colocado no meio do tubo hexagonal, por meio de porcas colocadas em cada extremidade, mantém o módulo montado em posição de trabalho. Ver figuras 2, 3 e 4.

Nos sistemas por nós usados, os módulos eram colocados em séries com 5 a 13 módulos e em bancos paralelos em número de 1 a 7.

O sistema foi dividido em dois estágios e cada estágio alimentado por uma bomba de deslocamento positivo, tipo Moyno, Modelo 9S3 , com vazões que variavam de 200.0 LPH a 1850 LPH.

O concentrado do primeiro estágio constituía-se na alimentação do segundo estágio, que poderia ser adicionado de uma injeção direta e contínua de água na bomba do segundo estágio (Tipo Moyno - Modelo 9S2). O sistema foi composto por módulos J681800-215, providos de "VDR" (3).

LADO DE CIMA DO MÓDULO

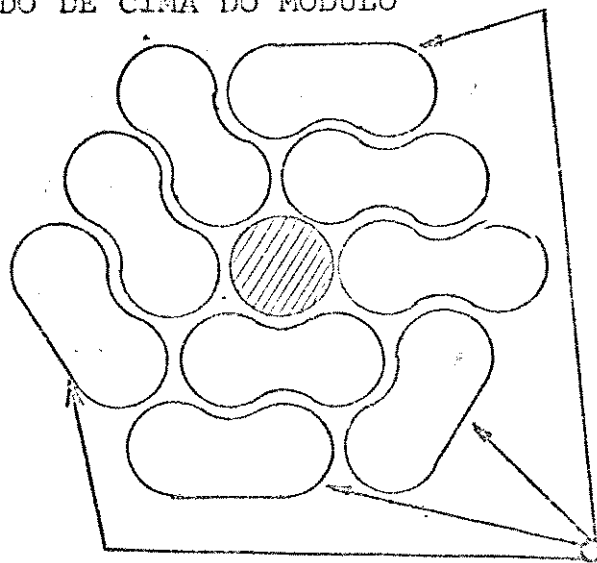


CABEÇA PRETA DO MÓDULO

POSIÇÕES
PERIFÉRICAS

Fig. 3

LADO DE CIMA DO MÓDULO



CABEÇA BRANCA DO MÓDULO

POSIÇÕES
PERIFÉRICAS

Fig. 4

O concentrado do primeiro estágio foi coletado em um tanque plástico cilíndrico, com capacidade de 60 litros, provido de um sistema eletrônico para controlar o nível do líquido automaticamente, ligando ou desligando a bomba do segundo estágio.

As velocidades das bombas do primeiro e segundo estágios podiam ser variadas, através de um variador de velocidade de polia "Reeves" (90 series vari-speed Motor Pulley)

Dois manômetros de 4 1/2" indicavam a pressão de entrada e de saída de cada estágio do sistema.

O sistema também era provido de interruptores automáticos de alta e baixa pressão, para cada estágio, que desligavam automaticamente a bomba correspondente se a pressão elevava-se demasiadamente ou se faltava líquido de alimentação.

Os dois estágios eram providos de válvulas de contra pressão reguláveis "Marotta", que regulavam a pressão de saída de cada estágio e por conseguinte também a pressão de entrada. Ver fotos 1, 2, 3 e 4.

Para controlar a vazão de alimentação de cada estágio, instalamos dois velocímetros da "D.F.V.", usados em automóveis, com seus cabos acoplados diretamente aos eixos das bombas "Moyno". Inicialmente calibramos os velocímetros, relacionando suas velocidades com as vazões correspondentes das bombas e traçamos desta maneira as duas curvas anexas 1 e 2, que em suas abcissas aparecem as vazões em litros por minuto, litros por hora e galões por minuto; e nas coordenadas aparecem as velocidades marcadas pelos "DFV".

- (3) Tubos Plásticos c/ 1/4" de diâmetro, colocados dentro dos tubos de ultrafiltração com a finalidade de deslocar parte do volume interno desses tubos.

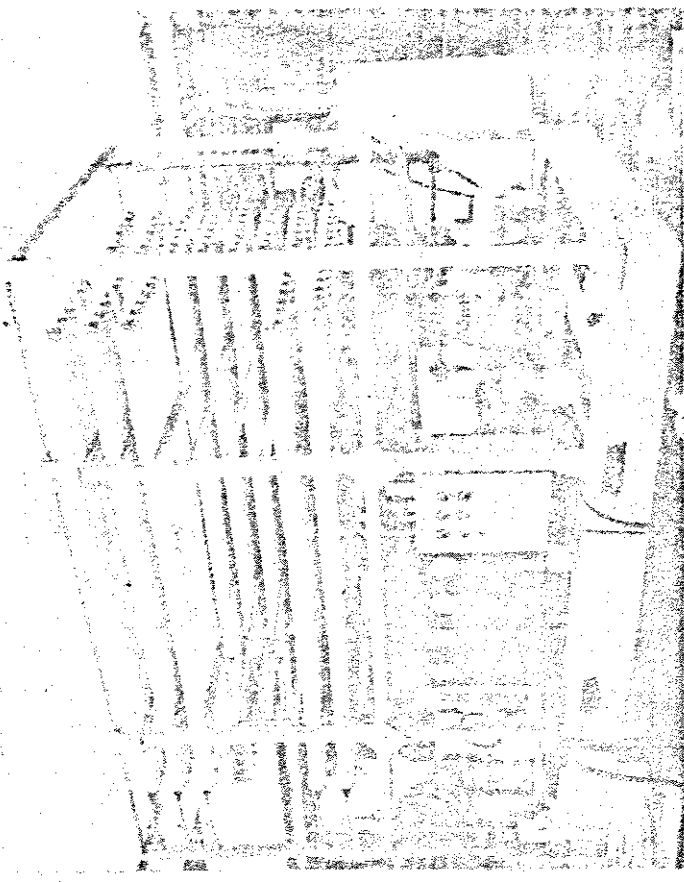


FOTO 4

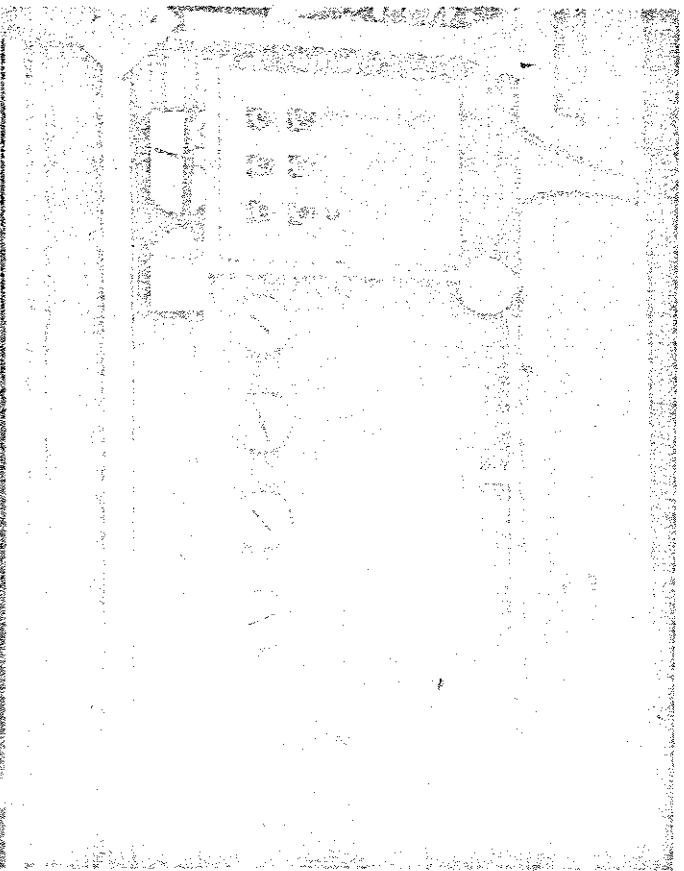
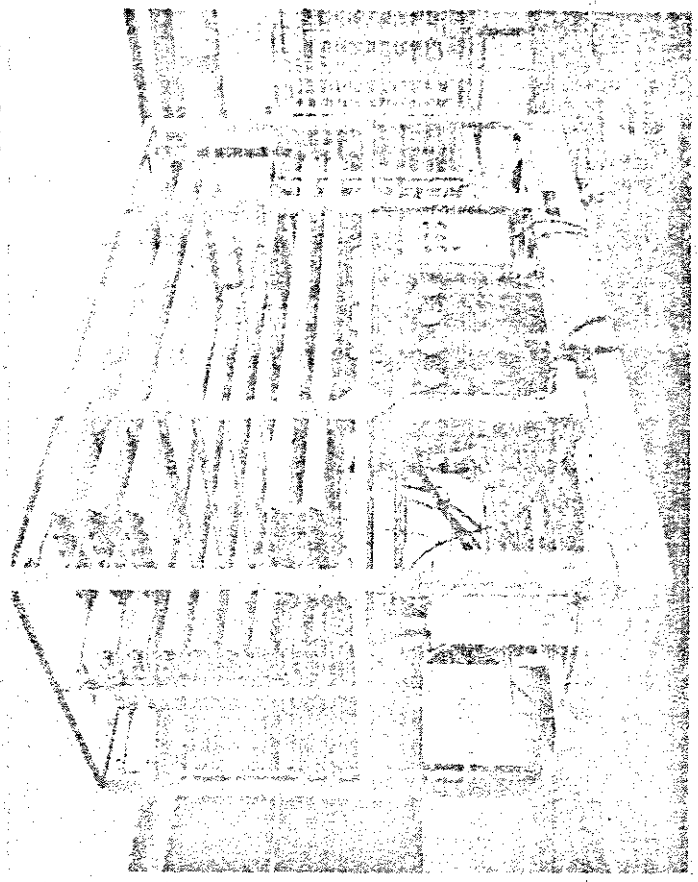
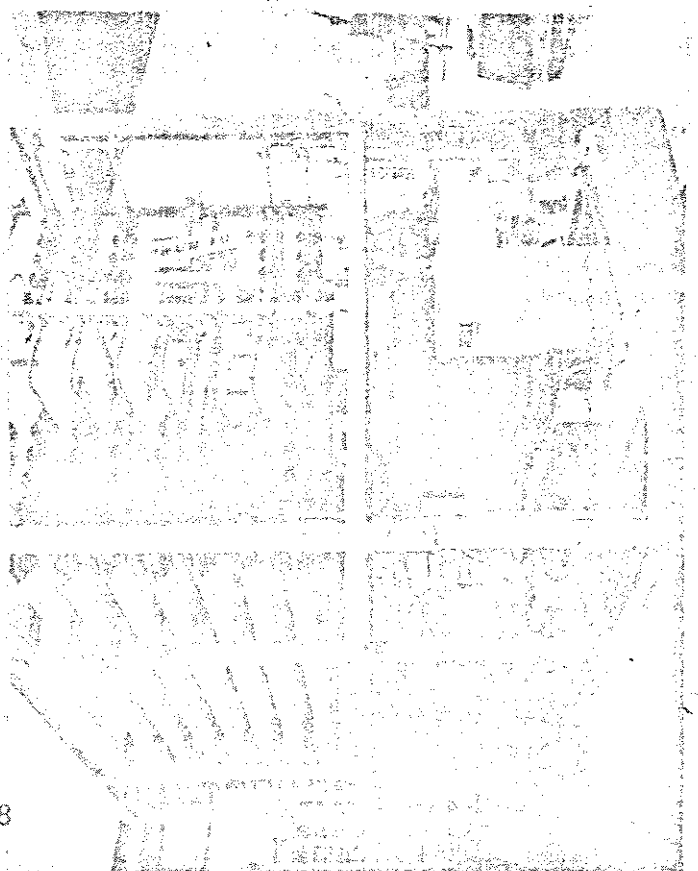


FOTO 3



111
120
110
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10



CURVA 1 ESTAGIO 1

$$IPH = 14,11765 (x - 15) + 600$$

X = km/hr

115
1200
1500
1800
2100
235
2100
IPH

3/RE

120

110

100

90

80

70

60

50

40

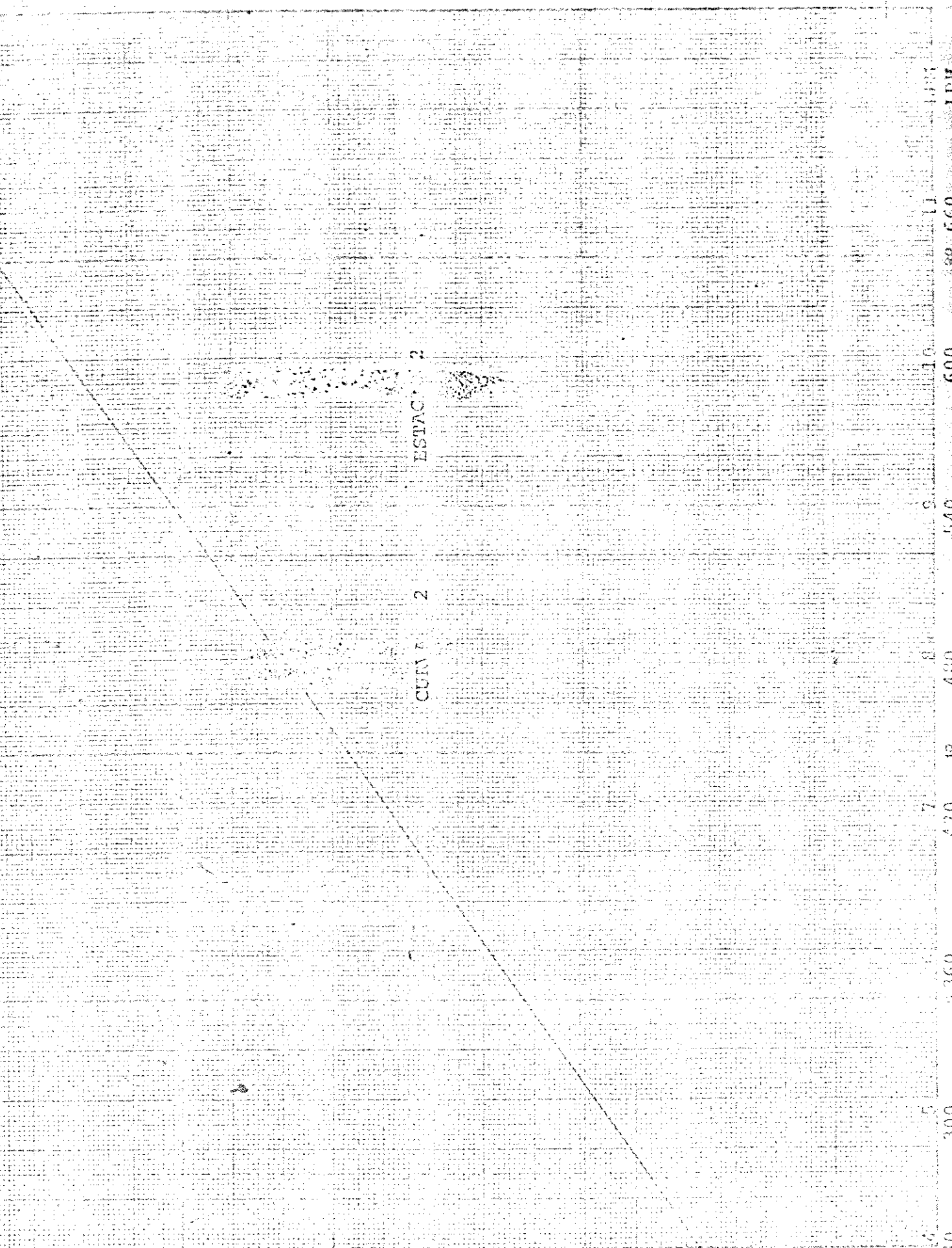
30

20

10

0

CUM 7 2 ESTAC 2



300 360 420 480 540 600 660 720 780 840 900 960 1020 1080 1140 1200

A Curva 1 corresponde à Bomba do primeiro estágio e a Curva 2 à Bomba do segundo estágio (9S3 e 9S2).

O sistema apresentava ainda medidores de vazão nas seguintes posições: (Dwyer Flowmeter - Séries RM - Policarbonato).

- 1 - Saída do Concentrado do primeiro Estágio
- 2 - Saída do Concentrado do segundo Estágio
- 3 - Injeção de água na bomba no segundo Estágio.

Estes medidores de vazão com o auxílio dos dois velocímetros instalados nas bombas de alimentação dos dois estágios, nos permitiu fazer um balanço dos líquidos que entravam em cada estágio, dos concentrados que saíam em cada estágio e por diferença, sabíamos a quantidade de líquido permeado através das membranas de cada estágio.

Durante todo o processo medimos o Brix dos permeados, concentrados e pH do concentrado. Medimos ainda as pressões de entrada e saída de cada estágio.

O concentrado que saía do segundo estágio, a uma pressão sempre superior a 25 psi era encaminhado através de tubo inox de 1/2" para um intercambiador de placas onde era resfriado a 2°C, pelo uso de água gelada como meio refrigerante. O concentrado gelado seguia para um tanque de 1.500 litros com camisa refrigerada e agitador.

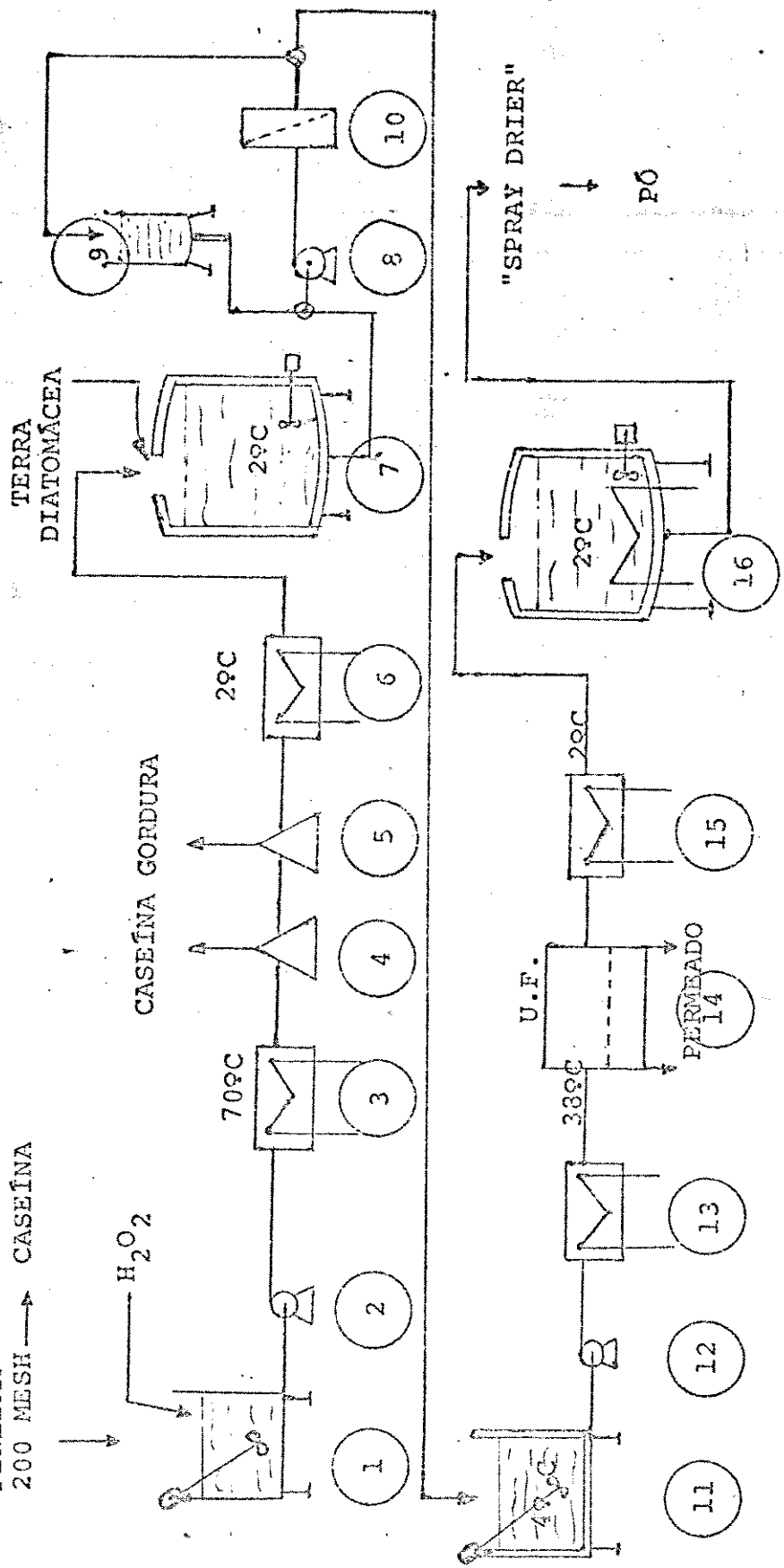
No final de uma produção diária, esse concentrado era analisado quanto ao seu teor de proteína, sólidos totais, pH e estabilidade. Caso o lote produzido estivesse normal, ele era transferido para um outro tanque refrigerado, munido de agitadores, que servia como tanque de estoque de todas as produções diárias.

Quando o tanque de estocagem das produções diárias estava

"FLOW SHEET" DO PROCESSAMENTO PARA RECUPERAÇÃO DE LACTOALBUMINA DE SORO DE QUEIJO, DOCE.

FABRICAÇÃO DE QUEIJO

SORO
 PENEIRA 50 MESH → CASEÍNA
 PENEIRA 200 MESH → CASEÍNA



'FLOW SHEET' DO SISTEMA PARA RECUPERAÇÃO

DE LACTOALBUMINA DE SORO DE QUEIJO

1. TANQUE DE RECEPÇÃO DO SORO
2. BOMBA CENTRÍFUGA
3. INTERCAMBIADOR DE CALOR DE PLACAS - AQUECIMENTO POR VAPOR
4. CLARIFICADORA
5. DESNATADEIRA
6. INTERCAMBIADOR DE CALOR DE PLACAS - RESFRIAMENTO POR ÁGUA GELADA
7. TANQUE ISOTÉRMICO COM AGITADOR
8. BOMBA CENTRÍFUGA
9. TANQUE PARA "PRÉ CAPA" DO FILTRO
10. FILTRO
11. TANQUE ISOTÉRMICO C/ AGITADOR
12. BOMBA CENTRÍFUGA
13. INTERCAMBIADOR DE CALOR DE PLACAS - AQUECIMENTO POR ÁGUA QUENTE
14. UNIDADE DE ULTRAFILTRAÇÃO "HAVENS"
15. INTERCAMBIADOR DE CALOR DE PLACAS - RESFRIAMENTO POR ÁGUA GELADA
16. TANQUE ISOTÉRMICO COM RESFRIAMENTO POR ÁGUA GELADA.

* * *

cheio, o concentrado era transportado refrigerado para outro local onde se encontrava o "Spraydrier".

A secagem do produto era feita pela pulverização direta do concentrado no atomizador do "Spray".

A secagem era feita com ar quente entrando a 180°C e saindo a 80°C. A densidade relativa do pó obtido foi em torno de 0.13 - 0.15. Ver Linha de Processamento nas Páginas 22 e 23.

Amostras eram coletadas, do tanque de estocagem antes do transporte e do pó após completada a secagem. Estas amostras eram analisadas quanto a:

- Nitrogênio Total em proteína
- Nitrogênio não proteico em proteína
- Sólidos Totais
- Cinzas
- Lactose
- Gordura
- Umidade
- Estabilidade, Microbiologia

Os métodos usados nas análises acima foram os seguintes :

Nitrogênio Total em Soro de Leite

O Nitrogênio total foi determinado usando-se o aparelho Micro Kjeldahl modificado. (Analytical Chemistry, 1951).

Procedimento:

O laboratório deve estar isento de vapores de amônia quando este processo está em andamento.

1. Prensar um disco de papel num copinho de pesagem, usando o bastão de vidro adequado para a finalidade. Pesar precisamente no copinho de papel, formado no copo de vidro, a amostra requerida. As determinações devem ser feitas em duplicata.

Para resultados mais precisos, usar uma quantidade de amostra que consumiria 10 ml de ácido clorídrico 0,0200 N e baseado num fator de 6,38 (fator de conversão para proteínas de leite), A quantidade pode ser calculada como segue:

$$\text{gramas amostra} = \frac{1,79}{\% \text{ proteína estimada}}$$

Por exemplo, usar 0,85 - 0,90 g de amostra contendo 2% proteína.

2. Remover o disco de papel contendo a amostra, do copo de vidro e jogá-lo num frasco Kjeldahl limpo. O material deve ser transferido sem perda ou contaminação no pescoço do frasco.

3. Adicionar dois grânulos selenizados e 1 - 1,5 g de sulfato de potássio em pó. Medir no frasco 3,0 ml de H_2SO_4 concentrado e girar cuidadosamente o frasco Kjeldahl para misturá-lo. Colocar o frasco no digestor sobre uma chama baixa, aproximadamente 15 minutos. Durante esse tempo, o conteúdo do frasco deve estar levemente espumante. Em 15 minutos a espuma deverá ter terminado e o aquecimento é levado ao máximo.

4. A digestão da amostra nunca pode ser interrompida, isto é, o frasco não deve ser removido do calor e esfriado ligeiramente, e novamente colocado no calor. As seguintes características mostram o final da digestão:

a) A solução tem uma coloração maçã esverdeada ou ligeiramente amarelo esverdeado.

b) O condensado que escorre pelas paredes do frasco Kjeldahl

é claro e transparente.

- c) e existe apenas uma ligeira neblina sôbre a superfície do líquido no bulbo do Kjeldahl.

A digestão se completará em duas horas, de outra forma haverá perda de nitrogênio.

5. Quando a amostra estiver completamente digerida, o frasco é colocado numa cesta de arame para esfriar, por 2 minutos. Então adiciona-se cuidadosamente 15-20 ml de água destilada, enquanto o frasco é levemente girado. Adiciona-se os primeiros mililitros em gotas pela parede do frasco, para prevenir que espirre. Lavar as paredes do frasco, misturar levemente e deixar esfriar à temperatura ambiente.

6. Deixar água correndo pelo condensador A do aparelho de destilação Kjeldahl e água suficiente no frasco C, para evitar que toda água se evapore.

7. Passar o conteúdo do frasco Kjeldahl para o aparelho de destilação, lavando as paredes com água destilada e passando-a também para o destilador. Não deixar o grânulo cair no aparelho.

Colocar 15 ml de NaOH em duas vezes (50% p/p). Deixar a água do frasco C entrar em leve ebulição e iniciar o arraste pelo vapor. Coletar o destilado num Erlenmeyer contendo 20,0 ml de solução de Ácido Bórico, encostando a solução no tubo de saída do condensador. Destilar durante sete minutos ou 4, a partir do tempo em que a primeira gota de condensado escorra para o Erlenmeyer.

Retirar o Erlenmeyer e prosseguir com a titulação.

8. A solução de Ácido Bórico com o destilado é titulada com ácido clorídrico 0,02N até o ponto de viragem violeta, que ocorre no pH 4,8.

9. Cálculo

$$\% \text{ Proteína} = \frac{\text{ml HCl consumido} \times \text{N do HCl} \times 0,00028016 \times 6,38 \times 100}{\text{peso da amostra} \times 0,0200}$$

$$\% \text{ Proteína} = \frac{\text{ml HCl consumido} \times \text{N do HCl} \times 8,937}{\text{peso da amostra}}$$

6,38 é o fator usado para proteínas de leite.

Soluções usadas:

1. Ácido Sulfúrico Concentrado (protegido contra vapores de amônia)
2. Sulfato de Potássio em pó (livre de Nitrogênio)
3. Grânulos de Hengar, selenizados; Scientific Glass, Catálogo Nº N-4830.
4. NaOH, 50% (p/p)
5. Indicador Violeta de Metilo; Fleisher Chemical Co., Benjamin Franklin Station, Washington, DC. 20044.
6. Solução de Ácido Bórico com indicador;
Com auxílio de calor dissolver 100 g de ácido bórico em 1.900 l de água destilada, esfriar, adicionar 10 ml de indicador Violeta de Metilo e diluir para 2 litros.
7. HCL; 0,02 N
Diluir 1,7 ml HCl concentrado em 1 litro e padronizar até a quarta casa decimal para se ter uma normalidade exata.

Nitrogênio Não Proteico

Para a determinação do Nitrogênio não proteico, "NPN", foi usado o mesmo processo descrito para determinação de Nitrogênio Total, antecedido de um prévio tratamento da amostra a ser analisada.

A amostra de soro de leite foi tratada com solução a 50% de ácido Tricloroacético "TCA" para dar uma concentração final de 20% de "TCA". Com este tratamento, todo o nitrogênio proteico é preci-

pitado com as proteínas. A amostra assim tratada é centrifugada a 10.000 gravidades por 15 minutos.

Toma-se a amostra para determinação do "NPN" do centrifugado e procede-se como anteriormente descrito para determinação de Nitrogênio Total.

Tanto para o caso de Nitrogênio Total como para o caso de "NPN", multiplicamos o valor encontrado por 6,38, a fim de transformarmos todos os resultados em proteína e podermos desta forma comparar os valores.

Determinação de Proteína em Soro de Leite pelo Método de Amido Black

Reagentes:

Solução de Amido Black: Dissolver 0,600 g de amido black e 72 g de ácido cítrico em água. Acertar o volume para 1 litro. Acertar a concentração de amido black de tal maneira que quando diluído 1 : 100 a densidade ótica da solução num Espectrofotômetro Beckman, usando célula de 1 cm e comprimento de onda 615 mμ seja 0,440.

Procedimento:

Colocar 0,2 ml da amostra do soro em um tubo de centrifuga e mais 2 ml de água. Adicionar 8 ml da solução de amido Black, tampar o tubo e agitar vigorosamente. Deixar o tubo repousar por 5 minutos e centrifugar a 2.000 rpm por 5 minutos. Usar a célula de vazão contínua com espessura de 0,36 mm, e ler a densidade ótica da solução de corante residual a 615 mμ.

Cálculo:

Através da curva de regressão correlacionando densidades óticas com porcentagens de proteína analisadas pelo método de Kjeldahl, calcular a porcentagem de proteína na amostra.

Sólidos Totais

Pesam-se 20,000 gramas da amostra em uma cápsula de porcelana e leva-se ao banho-maria a 97°C até a secagem quase completa.

Em seguida transfere-se a cápsula para estufa a 100°C e após 2 horas de secagem faz-se pesagens intermitentes até obtenção de peso constante.

As análises sempre são feitas em duplicatas. O resultado final é expresso em porcentagem, peso/peso.

Cinzas

As amostras resultantes da determinação de sólidos totais, são usadas para a determinação de cinzas.

Após pesagem dos sólidos totais, as cápsulas são levadas a uma mufla a 200°C e são aquecidas lentamente para haver uma carbonização uniforme. Quando todo o material foi carbonizado, eleva-se a temperatura da mufla para 550°C.

As cápsulas com o material incinerado são levadas a um dessecador e quando chegam à temperatura ambiente, são pesadas e desta forma obtêm-se a porcentagem de cinzas na amostra original.

Determinação de Lactose em Soro de Leite

Precipitação da Proteína

Pipetar 20 ml do soro em um balão volumétrico de 100 ml e adicionar cerca de 30 ml de água, 5 ml de uma solução a 10% (p/v) de acetato de chumbo, agitar e adicionar ainda 18 ml de uma solução saturada de fluoreto de sódio e agitar novamente. Acertar o volume com água, tampar e agitar vigorosamente. Deixar descansar por 20 - 30 minutos e filtrar através de Whatman Nº 42.

Soluções

A - Dissolver 34.64 g de Sulfato de Cobre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) em água e acertar o volume para 1 litro em balão volumétrico.

B - Dissolver 346 g de Sal de Rochelle (Tartarato de Sódio e Potássio) e 100 g de hidróxido de sódio em água e acertar o volume para 1 litro em balão volumétrico.

C - Solução aquosa de azul de metileno a 1%.

D - Solução padrão de Lactose a 0,5%.

Pesar precisamente 2,500 g de monohidrato de Lactose p.a. em água num balão volumétrico de 500 ml e acertar o volume com água. Guardar esta solução em refrigerador e levar a temperatura ambiente antes do uso. Não guardar esta solução por mais de uma semana.

Dosagem

Pipetar 25 ml da Solução A em um Erlenmeyer, adicionar 12,5 ml da Solução B (cilindro graduado).

Pipetar a quantidade requerida do filtrado (20 a 25 ml) no frasco. Adicionar água de tal maneira que o volume do filtrado usado mais a água seja de 30 ml. Levar a mistura à ebulição, sobre chama, em aproximadamente dois minutos. Ferver moderadamente por dois minutos e então adicionar cinco gotas da Solução C e quando ainda em ebulição adicionar a solução de 0,5% de lactose por meio de bureta, até que a cor azul desapareça completamente e torne-se vermelho tijolo.

Essa titulação deverá ser repetida até que a diferença entre uma quantidade e outra seja inferior a 0,2 ml, com três repetições.

Cálculo

$$\text{Lactose \%} = 0,5 \times \frac{S - T}{F} \times \frac{100}{W}$$

onde S = Titulação padrão (aproximadamente 34,0 ml)

T = ml solução de Lactose 0,5% requerida para o teste.

F = ml do filtrado, tomados.

W = Pêso da amostra tomada para a precipitação da proteína.

Determinação de Gordura em Soro de Leite

Soluções:

A) Mistura de 1:1 de Éter sulfúrico e Éter de petróleo.

B) Laranja de Metilo a 1%

C) NaCl - sal p.a.

D) Na₂SO₄ Anidro

E) HCl Diluído

Determinação:

Em um funil de separação coloca-se 100 ml da amostra, mais 2 gotas da Solução B e HCl até viragem do indicador. Adiciona-se 100 ml da mistura A e um pouco de Na Cl p.a. Fechar o funil e agitar. Deixar que haja separação e em seguida esgotar a fase aquosa em outro funil de separação.

Adiciona-se ao segundo funil mais 100 ml da mistura A, fechar e agitar. Deixar em repouso até haver a separação e eliminar a fase aquosa.

A fase etérea é incorporada ao primeiro funil de separação, juntamente com o primeiro extrato etéreo. Deixar que haja

nova separação e eliminar o restante da fase aquosa, caso haja se-
parado.

Adiciona-se um pouco de sulfato de sódio anidro e agita-se
se levemente, para haver uma desidratação.

Filtra-se o conteúdo do funil de separação através de um
papel de filtro contendo sulfato de sódio anidro, a fim de elimi-
nar toda a água e coleta-se o filtrado em um balão de fundo cha-
to.

Evapora-se a fase etérea em banho-maria, à temperatura
máxima de 70°C.

O restante da fase etérea é eliminado em estufa a vácuo,
a 60°C. Em intervalos de 15 minutos efetua-se pesagens, até ob-
tenção de peso constante. Geralmente em 2 ou 3 pesagens, obtém-
se o peso constante.

O valor encontrado na pesagem é a quantidade de gordura
em 100 ml de soro.

Umidade

A determinação de umidade foi feita também em duplicata.

A amostra do pó final, após secagem no "Spray-dryer" foi
pesada em cápsulas de porcelana e levadas à estufa a 110°C até
obtenção de peso constante. Quando este foi atingido, as cápsu-
las foram transferidas para dessecador onde permaneceram até a
cançarem a temperatura ambiente, quando então, novamente pesadas
e a porcentagem de umidade calculada.

Teste de Estabilidade de Proteínas

Tomar 10 ml de concentrado de proteína com 6 a 8% de N x
6.38 e dissolver com água destilada até 200 ml. Ajustar o pH

com NaOH até 7.3 - 7.5.

Agitar bem e centrifugar 25 ml em cada tubo de centrifuga a 10.000 x g por 15 minutos.

Descartar o sobrenadante e redissolver o precipitado com água a pH-7.3 - 7.5. Centrifugar novamente como acima.

Descartar o sobrenadante e ressuspender o precipitado a 5 ml com água a pH 7.3 - 7.5.

Ler a densidade ótica em Spectronic "20" com um comprimento de onda de 600 mu.

Se a D.O. é menor que 0.1 a proteína é estável. Se a D.O. for maior que 0.15 ela é instável (desnaturada).

Para testar estabilidade do pó, dissolve-se o mesmo para dar uma concentração de proteína entre 6 - 8% e procede-se como acima.

Microbiologia

Para controle microbiológico dos experimentos, utilizamos a Contagem Total de Microorganismos. O soro concentrado e armazenado no tanque refrigerado, após cada produção diária, foi analisado, bem como o pó que saía do "Spray-drier".

Análise do Concentrado: Retirava-se assepticamente do tanque de estocagem uma amostra de 100 ml que era colocada em uma garrafa de vidro previamente esterelizada. Esta amostra era mantida a 2 - 4°C até o momento de ser analisada.

Faziam-se diluições 10^{-1} e 10^{-2} em duplicata.

Usamos placas de Petri e como meio de cultura "Orange Serum Agar". A temperatura de incubação foi de 35°C e a contagem

das colônias foi feita com auxílio de contador de Quebec, após 48 e 72 horas de incubação.

Na execução deste trabalho utilizamos quatro configurações diferentes para a unidade de ultrafiltração. Os esquemas 1, 2, 3 e 4 mostram as quatro configurações usadas.

1. Durante os meses de março, abril e maio de 1971, trabalhamos no experimento 1. Neste experimento demos ao sistema de ultrafiltração a configuração do esquema 1. Esta configuração consistia de sessenta e dois módulos, que foram dispostos em seis bancos de cinco módulos cada, na primeira parte do primeiro estágio e dois bancos de seis módulos cada na segunda parte do primeiro estágio. O soro concentrado nos seis bancos de cinco módulos era enviado em série aos dois bancos de seis módulos, que no seu final era dirigido por um tubo até uma válvula de contra pressão, que possibilitava a regulação da pressão de saída do concentrado e indiretamente a pressão de entrada do mesmo estágio. Da válvula de contra pressão o concentrado do primeiro estágio era coletado em um tanque plástico de 60 litros com controle automático de nível de enchimento. Do tanque intermediário, o concentrado era bombeado pela segunda bomba "Moyno" ao segundo estágio, onde existia uma entrada para injeção de água. O concentrado mais a água injetada entravam na primeira parte do segundo estágio, que era constituída de 2 bancos de sete módulos cada ligados em série à segunda parte do segundo estágio, que era constituída por apenas um banco de seis módulos. Na saída do segundo estágio existia uma válvula de contra pressão com a mesma finalidade da do primeiro estágio. As vazões das bombas eram controladas por dois velocímetros "DFV" e reguladas por dois variadores de velocidade de polia tipo "Reeves".

2. Durante os meses de julho, agosto e setembro de 1971, trabalhamos no experimento 2. Neste experimento usamos a configuração do esquema 2. Nesta configuração de 74 módulos dispomos o sistema

da mesma forma que anteriormente, porém mudando a primeira parte do primeiro estágio por seis bancos de seis módulos cada e a segunda parte do primeiro estágio por três bancos de seis módulos cada. No segundo estágio usamos a mesma configuração anterior.

3. Durante o mês de outubro de 1971, usamos outra configuração, para execução do experimento 3. A modificação foi efetuada somente na primeira parte do primeiro estágio, onde colocamos sete bancos de cinco módulos cada um. No restante mantivemos a configuração usada no experimento 2. Esta configuração está representada pelo esquema 3.

4. Durante os meses de junho, julho e novembro de 1971, mudamos a concepção e modificamos completamente a configuração do sistema de ultrafiltração. Neste experimento de número 4, decidimos usar uma concepção de recirculação do soro, adicionando toda a água a ser injetada no sistema, diretamente ao soro tratado que iria ser usado para ser concentrado.

A bomba Moyno do segundo estágio, quando ligada, bombeava o soro diluído para o sistema de ultrafiltração que consistia em um banco de cinco módulos em série. Na saída do banco o concentrado era conduzido de volta ao tanque inicial após ter passado pela válvula de contra pressão. Desta forma o soro era recirculado até que sua concentração atingisse uma porcentagem de proteína, na base seca, igual ou maior que 55%. Isto era determinado pelo processo rápido de determinação de nitrogênio proteico em soro de queijo, descrito na seção de análises.

À medida que o volume do soro diluído ia diminuindo devido à permeação, automaticamente novas quantidades de soro diluído iam completando o volume inicial até que no final da operação o soro contido no tanque de alimentação apresentava uma concentração em proteína de 55% ou mais na base seca.

RESULTADOS

Nos quadros 1, 2, 3 e 4 damos os resultados representativos dos experimentos 1, 2, 3 e 4. Nestes quadros apresentamos os resultados da operação de ultrafiltração dia por dia de trabalho, para cada experimento, com os seguintes dados:

Nº da repetição, pH do concentrado do 1º Estágio, Brix do concentrado do 1º Estágio, Brix do permeado do 1º Estágio, pressão de entrada do 1º Estágio, pressão de saída do 1º Estágio, Vazão de Alimentação do 1º Estágio, Vazão de Saída do 1º Estágio, pH do concentrado do 2º Estágio, Brix do concentrado do 2º Estágio, Brix do permeado do 2º Estágio, pressão de entrada do 2º Estágio, pressão de saída do 2º Estágio, Vazão de alimentação do 2º Estágio, Vazão de saída do 2º Estágio, injeção de água no segundo Estágio, % Proteína no concentrado final, sólidos totais no concentrado final e Relação Sólidos Totais/Proteínas.

Nos quadros 5, 6, 7 e 8, apresentamos as análises completas dos experimentos 1, 2, 3 e 4 nos concentrados antes de entrarem para o "Spray-drier" e no pó obtido após a secagem.

As análises efetuadas foram as seguintes:

No Concentrado final: % Proteína, % N não proteico x 6.38, Lactose, Cinzas, Gordura, Estabilidade das Proteínas, Sólidos Totais e Relação Sólidos Totais/Proteína.

No pó: % de Proteína, % de N não proteico x 6.38, Umidade, Lactose, Cinzas, Gordura e Estabilidade das Proteínas.

Os resultados de pressões de entrada e pressões de saída estão expressos em libras por polegada quadrada e com o auxílio de computador todos esses resultados foram transformados em quilos por centímetro quadrado, usando-se como fator de divisão a constante 14,223.

Os resultados de vazão de alimentação do primeiro estágio estão expressos em quilômetros por hora e com auxílio do computador todos êsses resultados foram transformados em litros por hora, usando-se a equação da reta representada pela Curva 1, que é a seguinte:

$$\text{Vazão Alimentação} = 14,11765 \times (x - 15) + 600$$

(LPH)

onde x é:

o valor expresso em Km/hora.

Os resultados de vazão de saída do primeiro estágio estão expressos em galões por minuto e com auxílio do computador todos êles foram transformados em litros por hora, usando-se como fator de multiplicação a constante 227,1.

Os resultados de permeação por hora, permeação por metro quadrado por hora, Velocidade de entrada por banco, Velocidade de saída por banco, diferença de pressão, Alimentação por banco e porcentagem de água injetada foram obtidos por cálculo usando-se as seguintes fórmulas:

$$\text{Permeação por Hora} = \text{Vazão de Entrada} - \text{Vazão de Saída}$$

$$\text{Permeação por m}^2 \text{ por hora} = \frac{\text{Permeação por hora}}{\text{Área ultrafiltrante}}$$

$$\text{Velocidade de Entrada por banco} = \frac{\text{Vazão de Alimentação}}{5,7 \times \text{n}^\circ \text{ de bancos}}$$

$$\text{Velocidade de Saída} = \frac{\text{Vazão de Saída}}{5,7 \times \text{número de bancos}}$$

O valor 5,7 foi obtido da seguinte forma:

A área da seção de um tubo ultrafiltrante é igual à área da seção do tubo de 0.5 polegada menos a área da seção do "VDR" de 0.25 polegadas.

O resultado é 0,095 cm².

Como os resultados de vazão são dados em litros por hora, devemos multiplicar a área da seção por 60 minutos e teremos o valor 5,7.

$$\text{Diferença de Pressão} = \text{Pressão de Entrada} - \text{Pressão de Saída.}$$

$$\text{Porcentagem de Água injetada} = \frac{\text{Água injetada} \times 100}{\text{Vazão de Alimentação do 1º Estágio}}$$

Para o caso do quarto experimento, onde a água já era diluída no soro, antes deste passar pelo ultrafiltro, a porcentagem de água injetada foi calculada pela fórmula.

$$\% \text{ de Água Injetada} = \frac{\text{Água Injetada} \times 100}{\text{Vazão de entrada} - \text{Água injetada}}$$

QUADRO 1

EXPERIMENTO 1

1º ESTÁGIO

REPETIÇÕES	pH CON- CENTRADO	BRUX CONC.	BRUX PERM.	PRESSÕES		VAZÕES	
				ENTR. 2 lb/pol 2	SAID. 2 lb/pol 2	ENTR. Km/hr	SAID GPM
1	6,50	10,50	5,0	275	90	65	1,25
2	6,45	10,00	5,2	260	50	68	1,60
3	6,35	10,10	5,3	260	50	65	1,45
4	6,35	10,20	5,8	280	55	65	1,45
5	6,40	10,00	5,4	265	45	65	1,60
6	6,45	10,00	5,7	260	40	65	1,50
7	6,40	9,80	5,0	265	65	60	1,50
8	6,40	10,00	5,0	260	50	60	1,50
9	6,30	10,00	5,0	260	50	60	1,45
10	6,30	9,80	5,0	265	50	55	1,60
11	6,40	9,80	5,0	260	50	55	1,50
12	6,35	10,0	5,4	265	50	55	1,60
13	6,45	10,0	5,0	230	50	40	1,35
14	6,40	9,6	5,0	265	65	45	1,45
15	6,45	9,8	5,0	250	75	40	1,35
16	6,40	9,8	5,0	230	80	35	1,30
17	6,40	10,0	5,4	245	70	50	1,35
18	6,35	10,0	5,4	255	60	60	1,35
19	6,50	10,0	5,2	240	50	45	1,25
20	6,40	9,8	5,4	255	80	50	1,40
21	6,45	10,0	5,0	245	52	40	1,25
22	6,30	9,8	5,5	210	75	40	1,25
23	6,50	9,7	5,2	260	50	40	1,30
24	6,55	9,4	5,0	235	65	40	1,45
25	6,65	10,0	5,0	230	65	40	1,15
26	6,55	10,0	5,0	220	75	40	1,25
27	6,60	10,0	5,6	220	70	40	1,30
28	6,60	10,0	5,2	200	50	40	1,20
29	6,50	10,2	5,4	215	50	40	1,25
30	6,50	10,0	6,0	205	55	40	1,15
31	6,50	9,8	5,4	225	55	40	1,20

EXPERIMENTO 1 - Cont.

1º ESTÁGIO

REPETIÇÕES	pH CON- CENTRADO	BRUX CONC.	BRUX PERM.	PRESSÕES		VAZÕES	
				ENTR. lb/pol ²	SAÍD. lb/pol ²	ENTR. Km/h	SAÍD. GPM
32	6,30	10,0	6,0	225	65	45	1,25
33	6,60	10,2	6,0	220	50	50	1,35
34	6,40	9,5	4,9	250	70	50	1,30
35	6,30	10,2	5,0	255	65	50	1,45
36	6,30	10,0	5,0	240	70	50	1,30
37	6,25	10,0	5,0	255	65	60	1,35
38	6,50	10,0	5,2	260	65	55	1,35
39	6,45	10,0	5,0	255	70	55	1,30
40	6,45	10,0	5,2	260	75	50	1,45
41	6,45	10,1	5,8	260	87	50	1,25
42	6,40	10,0	5,2	262	67	50	1,30
43	6,40	10,0	6,0	240	60	43	1,05
44	6,45	10,7	5,8	255	65	40	1,20
45	6,30	10,0	5,0	255	70	35	1,20
46	6,45	10,2	5,8	255	65	35	1,10
47	6,45	10,0	5,5	250	55	45	1,20
48	6,45	10,0	5,5	250	48	40	1,30
49	6,35	10,0	5,2	240	50	40	1,20
50	6,35	10,0	5,5	255	52	40	1,25

2º ESTÁGIO - Experimento 1

REPETIÇÕES	pH CONC.	BRUX CONC.	BRUX PERM.	PRESSÕES		VAZÕES		ÁGUA INJ. LPH	%PROT. Nx6,38	SÓL. S. TOT. POC	
				ENT. bl/pol ²	SAÍDA	ENT. Km/h	SAÍ. LPH				
1	6,45	21,0	4,6	120	45	90	85	147,6	9,38	15,52	1,6
2	6,40	18,5	5,0	100	25	100	80	147,6	9,29	15,70	1,6
3	6,30	19,0	5,2	120	40	100	86	147,6	7,58	12,58	1,6
4	6,30	18,0	5,2	115	30	100	78	147,6	9,26	15,45	1,6
5	6,40	17,2	5,0	105	25	100	90	147,6	8,84	14,58	1,6
6	6,45	17,0	5,0	100	25	100	90	147,6	8,00	13,75	1,7
7	6,35	17,0	4,6	115	40	97	76	147,6	8,25	13,43	1,6

2º Estágio - cont.

Experimento 1

REPE- TIÇÕES	pH CONC.	BRIX CONC.	BRIX PERM.	PRESSÕES		VAZÕES		ÁGUA INJ. LPH	%PROT. Nx6,38	SÓL. TOT.	SÓL. TOT. PROT.
				ENTR. lb/pol2	SAÍD.	ENTR. Km/h	SAÍD. LPH				
8	6,35	17,0	5,0	115	35	100	80	147,6	8,73	14,57	1,67
9	6,35	17,5	4,9	100	30	100	80	147,6	8,20	13,97	1,70
10	6,30	17,0	5,0	115	35	100	80	147,6	8,08	14,37	1,78
11	6,40	17,0	5,0	110	35	100	70	147,6	7,95	14,17	1,78
12	6,45	16,6	5,0	110	35	100	62	147,6	7,74	13,35	1,73
13	6,45	16,8	5,0	100	30	100	62	147,6	7,90	13,60	1,72
14	6,35	16,0	4,8	100	30	100	68	147,6	7,76	14,09	1,82
15	6,45	17,0	4,6	125	40	100	68	147,6	8,86	15,02	1,69
16	6,45	17,6	4,4	115	50	100	54	147,6	8,55	14,21	1,66
17	6,40	17,0	5,0	115	40	100	62	147,6	6,97	12,55	1,80
18	6,40	17,0	5,0	95	30	100	60	147,6	8,06	13,49	1,67
19	6,50	17,0	5,0	125	50	100	64	147,6	8,08	15,08	1,86
20	6,45	17,0	4,6	120	45	100	66	147,6	3,90	8,71	2,23
21	6,45	17,2	4,4	135	65	100	56	147,6	8,09	13,41	1,66
22	6,30	18,2	4,8	130	60	100	48	147,6	7,77	14,10	1,81
23	6,55	17,8	4,2	125	65	100	54	147,6	9,10	14,83	1,63
24	6,55	14,8	4,2	125	60	100	66	147,6	8,44	14,35	1,70
25	6,55	15,0	5,0	115	40	100	66	147,6	6,88	12,42	1,80
26	6,50	16,4	3,8	125	65	95	52	147,6	7,55	13,94	1,85
27	6,60	16,0	4,6	110	45	100	56	147,6	7,40	12,77	1,73
28	6,55	17,6	5,0	120	55	100	58	147,6	7,76	13,50	1,74
29	6,50	15,2	4,6	115	50	100	50	147,6	7,30	12,64	1,73
30	6,50	15,6	4,8	110	50	100	48	147,6	6,82	11,92	1,75
31	6,65	15,0	4,0	110	50	100	52	147,6	7,06	12,22	1,73
32	6,40	15,5	5,0	110	50	100	50	147,6	6,72	11,76	1,75
33	6,50	14,8	4,8	100	50	100	47	147,6	6,44	11,14	1,73
34	6,40	14,5	3,4	120	60	100	50	147,6	7,07	11,88	1,68
35	6,20	14,5	4,0	125	52	100	70	147,6	6,65	11,66	1,75
36	6,30	15,2	3,6	110	55	90	50	147,6	7,75	12,68	1,64
37	6,20	14,6	3,5	127	68	98	52	147,6	7,40	12,49	1,69
38	6,45	15,0	3,4	128	70	90	52	147,6	6,98	11,86	1,70
39	6,40	15,0	3,5	130	75	92	50	147,6	6,88	11,58	1,68
40	6,45	14,7	4,0	130	75	95	55	147,6	6,55	11,64	1,76

2º ESTÁGIO - CONT.

REPE- TIÇÕES	pH CONC.	BRUX CONC.	BRUX PERM.	PRESSÕES		VAZÕES		ÁGUA INJ. LPH	%PROT. SÓL. Nx6,38	SÓL. TOT.	SOL. TOT. PROT.
				ENTR. lb/pol ²	SAÍD.	ENTR. Km/h	SAÍD. LPH				
41	6,40	15,20	5,0	120	70	95	50	147,6	6,31	11,48	1,82
42	6,35	14,5	3,5	125	72	90	50	147,6	6,15	11,30	1,84
43	6,35	14,5	4,2	120	60	90	58	147,6	6,22	11,40	1,83
44	6,35	15,0	3,8	130	75	100	55	147,6	6,85	12,00	1,75
45	6,25	14,5	4,0	127	70	90	55	147,6	6,21	11,40	1,84
46	6,40	14,8	3,4	125	80	90	38	147,6	6,60	11,74	1,78
47	6,35	13,4	3,5	130	75	90	46	147,6	6,02	11,00	1,83
48	6,40	13,0	4,2	135	70	100	58	147,6	5,33	10,00	1,88
49	6,30	13,2	3,2	135	65	100	60	147,6	6,58	10,79	1,64
50	6,30	13,2	3,2	135	70	100	64	147,6	6,21	12,39	1,99

QUADRO 2

EXPERIMENTO 2

1º ESTÁGIO

REPETIÇÕES	pH CONC.	BRUX CONC.	BRUX PERM.	PRESSÕES		VAZÕES	
				ENTR. lb/pol ²	SAÍD.	ENTR. Km/h	SAÍD. GPM
1	-	11,0	5,0	270	40	76,0	1,3
2	6,42	11,6	5,0	260	40	85	1,45
3	6,50	10,0	5,0	250	40	72	1,4
4	6,45	10,4	5,2	270	40	70	1,6
5	6,40	11,0	5,0	250	40	72	1,45
6	6,35	10,6	4,8	265	40	72	1,65
7	6,45	10,8	5,0	290	45	70	1,8
8	6,45	10,6	5,0	295	45	72	1,7
9	6,45	10,8	5,0	295	40	72	1,75
10	6,48	10,4	5,0	280	40	72	1,60
11	6,42	10,4	5,0	280	40	72	1,60
12	6,45	10,8	5,1	270	40	72	1,6
13	6,40	10,6	5,0	285	40	72	1,65

EXPERIMENTO 2 - 1º ESTÁGIO - CONT.

REPETIÇÕES	pH CONC.	BRIX CONC.	BRIX PERM.	PRESSÕES		VAZÕES	
				ENTR. lb/pol ²	SAÍD.	ENTR. Km/h	SAÍD. GPM
14	6,45	10,0	5,0	240	40	72	1,6
15	6,40	10,2	5,0	275	40	72	1,65
16	6,45	10,2	5,0	285	40	72	1,7
17	6,40	11,0	5,2	287	40	72	1,65
18	6,45	10,6	5,4	285	40	72	1,65
19	6,50	10,4	5,2	280	40	72	1,6
20	6,48	10,6	5,2	280	40	72	1,5
21	6,40	10,8	5,2	280	40	72	1,6
22	6,45	10,4	5,0	275	40	72	1,55
23	6,5	10,2	5,0	290	40	72	1,7
24	6,5	10,2	5,0	295	40	72	1,6
25	6,45	10,2	5,0	290	45	72	1,45
26	6,45	10,8	5,0	295	40	72	1,6
27	6,45	10,6	5,0	295	40	72	1,45
28	6,40	10,4	5,2	295	35	72	1,55
29	6,45	10,2	5,0	295	40	65	1,6
30	6,40	10,0	4,6	300	45	65	1,5
31	6,40	10,0	5,0	295	45	72	1,35
32	6,45	10,7	5,0	295	40	72	1,50
33	6,45	12,2	5,0	295	40	72	1,5
34	6,45	10,4	5,0	300	50	66	1,3
35	6,45	10,5	5,0	295	50	66	1,4
36	6,45	10,4	5,1	300	50	60	1,45
37	6,45	9,8	5,2	275	45	70	1,45
38	6,45	10,2	5,2	300	45	60	1,45
39	6,45	10,2	5,0	300	48	65	1,4
40	6,45	10,6	5,2	210	50	68	1,45

2º EXPERIMENTO

2º ESTÁGIO

REPETI ÇÕES	pH CONC.	BRUX CONC.	BRUX PERM.	PRESSÕES		VAZÕES		ÁGUA INJ LPH	3PROT. Nx6,38	SÓL. TOT.	SÓL. TOT. PROT.
				ENTR. Lb/pol ²	SAÍD. Lb/pol ²	ENTR. Km/h	SAÍD LPH				
1	-	16,0	3,4	255	40	145	82	113,6	6,32	12,47	1,97
2	6,50	16,0	3,2	260	40	150	87	113,6	6,05	12,40	2,05
3	6,55	13,6	3,0	270	42	145	90	113,6	5,95	12,03	2,02
4	6,45	15,4	4,0	260	40	145	94	113,6	6,22	13,17	2,12
5	6,35	15,0	4,2	250	45	140	92	113,6	6,32	13,06	2,07
6	6,20	14,0	4,0	260	45	140	94	113,6	6,04	12,84	2,12
7	6,35	14,4	4,0	260	45	135	100	124,9	5,54	14,34	2,59
8	6,45	15,0	4,2	280	45	145	100	113,6	5,63	12,93	2,30
9	6,35	15,0	4,2	270	45	145	100	159,0	5,66	12,99	2,30
10	6,40	14,6	4,0	280	45	145	100	181,7	5,73	12,34	2,15
11	6,35	14,2	4,0	280	45	145	104	170,3	5,75	12,59	2,19
12	6,45	16,0	4,0	290	40	135	90	136,3	5,92	13,76	2,32
13	6,40	15,0	4,0	290	40	135	100	136,3	5,73	13,10	2,28
14	6,40	14,8	3,8	300	40	135	100	136,3	5,84	13,30	2,28
15	6,40	15,8	4,0	300	40	135	115	136,3	5,70	13,50	2,37
16	6,44	14,2	4,0	290	42	135	104	124,9	5,03	12,80	2,54
17	6,40	16,2	4,4	295	40	135	105	124,9	6,80	14,83	2,18
18	6,42	14,6	4,2	300	40	135	105	124,9	5,20	12,89	2,48
19	6,55	14,0	3,8	295	40	85	104	124,9	5,10	12,84	2,52
20	6,45	15,4	4,4	295	40	85	100	124,9	5,73	15,34	2,68
21	6,45	14,5	4,2	290	40	85	100	124,9	5,67	13,23	2,34
22	6,50	14,8	4,2	295	40	85	106	136,3	5,30	13,10	2,47
23	6,60	15,0	4,4	295	45	98	82	124,9	5,67	13,60	2,40
24	6,45	15,0	4,4	300	45	85	100	136,3	5,30	13,24	2,50
25	6,50	16,0	4,4	295	40	94	88	136,3	5,65	13,30	2,35
26	6,5	15,2	4,4	295	40	95	102	136,3	5,48	13,02	2,37
27	6,45	14,8	4,2	295	40	86	88	124,9	5,40	13,04	2,41
28	6,45	16,8	4,8	295	40	95	100	124,9	5,02	12,90	2,57
29	6,5	13,8	4,0	300	40	80	118	124,9	4,60	11,74	2,55
30	6,4	13,4	4,2	300	40	80	116	136,3	4,60	11,65	2,53
31	6,55	16,6	4,4	300	45	95	100	124,9	5,25	13,44	2,56

2º EXPERIMENTO2º ESTÁGIO - CONT.

REPETI ÇÕES	pH CONC.	BRIX CONC.	BRIX PERM.	PRESSÕES		VAZÕES		ÁGUA INJ. LPH	%PROT. Nx6,38	SÓL. TOT.	SÓL. TOT. PROT.
				ENTR. lb/pol ²	SAÍD.	ENTR. Km/h	SAÍD. LPH				
32	6,55	16,0	4,6	300	40	94	106	136,3	5,44	12,95	2,38
33	6,55	14,8	4,2	300	45	92	106	124,9	5,05	12,55	2,48
34	6,45	13,8	4,0	300	45	80	120	136,3	4,24	13,13	3,10
35	6,45	13,4	4,2	300	45	82	114	136,3	4,60	11,59	2,52
36	6,45	14,2	4,2	300	45	80	110	136,3	4,07	11,07	2,72
37	6,45	12,0	4,2	300	45	90	125	124,9	3,65	10,00	2,74
38	6,40	11,4	4,2	295	45	98	130	136,3	4,00	10,34	2,59
39	6,45	13,2	4,2	300	45	75	107	136,3	4,19	10,70	2,55
40	6,48	12,8	4,2	295	50	85	110	124,9	4,41	10,90	2,47

QUADRO 3

EXPERIMENTO 31º ESTÁGIO

REPETIÇÕES	pH CONC.	BRIX CONC.	BRIX PERM.	PRESSÕES		VAZÕES	
				ENTR. lb/pol ²	SAÍD.	ENTR. Km/h	SAÍD. GPM
1	6,4	11,0	5,8	170	40	72	0,7
2	6,4	10,4	5,4	210	40	80	1,2
3	6,4	10,4	5,0	200	50	72	1,2
4	6,3	11,0	5,0	220	45	90	1,2
5	6,4	11,0	5,0	210	45	90	1,3
6	6,45	11,0	5,0	200	45	90	1,3
7	6,45	11,0	5,0	245	45	90	1,45
8	6,5	10,8	5,4	230	45	90	1,4
9	6,42	10,8	5,0	220	45	90	1,3
10	6,4	11,0	5,0	215	45	90	1,2
11	6,4	11,0	5,0	220	45	90	1,3
12	6,40	10,6	5,0	210	45	80	1,25
13	6,35	10,0	5,0	235	45	80	1,55

EXPERIMENTO 3

1º ESTÁGIO - CONT.

REPETIÇÕES	pH CONC.	BRIX CONC.	BRIX PERM.	PRESSÕES		VAZÕES	
				ENTR.	SAID.	ENTR.	SAID.
				lb/pol ²		Km/h	GPM
14	6,30	10,2	5,0	200	45	80	1,30
15	6,45	9,6	5,0	205	45	80	1,40
16	6,45	10,4	5,2	230	43	80	1,40
17	6,45	10,8	5,3	210	45	80	1,2
18	6,45	10,6	5,2	230	45	80	1,4
19	6,45	10,6	5,0	230	45	90	1,6

2º ESTÁGIO

REPETIÇÕES	pH CONC.	BRIX CONC.	BRIX PERM.	PRESSÕES		VAZÕES		ÁGUA INJ. LPH	PROT. N _x 6,38	SÓL. TOT.	SÓL. TOT. PROT.
				ENTR.	SAID.	ENTR.	SAID.				
				lb/pol ²		Km/h	LPH	LPH			
1	6,45	14,6	4,2	220	40	85	125	124,9	6,4	11,86	1,85
2	6,42	12,0	4,0	235	45	85	125	113,6	5,92	10,99	1,86
3	6,48	15,4	4,0	235	65	80	120	136,3	6,9	13,05	1,89
4	6,40	16,0	4,2	240	55	80	120	113,6	6,97	13,00	1,89
5	6,40	14,8	4,2	250	45	87	127	124,9	6,4	13,06	2,04
6	6,60	15,2	4,2	235	45	85	126	124,9	6,77	13,09	1,93
7	6,50	15,6	4,8	260	45	95	127	124,9	6,49	13,50	2,08
8	6,48	15,6	4,4	280	45	100	128	124,9	6,15	13,44	2,19
9	6,50	17,0	4,6	260	45	100	128	124,9	7,00	13,44	1,92
10	6,48	17,6	4,0	255	45	100	130	136,3	6,59	15,40	2,34
11	6,45	17,2	4,4	205	40	85	130	136,3	6,57	15,40	2,34
12	6,50	14,0	4,3	230	45	85	125	124,9	6,07	12,11	2,00
13	6,35	14,8	4,1	265	45	100	135	113,6	5,91	12,60	2,13
14	6,35	15,4	4,0	240	45	95	126	124,9	6,66	13,44	2,02
15	6,50	13,8	3,9	265	45	95	130	113,6	5,76	12,54	2,18
16	6,50	15,8	4,3	260	45	95	127	136,3	6,44	13,46	2,09
17	6,50	16,6	4,4	250	45	95	125	124,9	6,90	13,94	2,02
18	6,52	16,6	4,6	240	45	95	123	113,6	7,05	14,13	2,00
19	6,55	16,6	4,3	275	45	105	125	113,6	6,73	13,42	1,99

QUADRO 4

EXPERIMENTO 4

REPE- TIÇÕES	pH CONC.	BRIX CONC.	BRIX PERM.	PRESSÕES		VAZÕES		ÁGUA INJ. LPH	%PROT. Nx6,38	SÓL. TOT.	SÓL. TOT. PROT.
				ENTR. lb/pol ²	SAÍD.	ENTR. LPH	SAÍD. LPH				
1	6,5	16,0	4,1	165	55	230,0	89,0	50,0	10,27	16,0	1,56
2	6,5	16,0	3,9	160	50	230,0	89,0	50,0	10,27	16,0	1,56
3	6,5	16,0	4,0	165	55	227,0	88,9	50,0	10,25	15,95	1,55
4	6,5	16,0	4,0	165	55	230,0	89,0	50,0	10,30	16,03	1,55
5	6,45	16,0	3,9	170	60	230,0	89,0	50,0	10,28	16,01	1,56
6	6,50	16,0	4,1	165	55	230,0	89,0	50,0	10,27	16,00	1,56
7	6,50	14,9	4,0	165	55	231,0	90,0	47,8	9,25	14,97	1,62
8	6,50	14,9	3,9	160	50	230,0	89,0	47,8	9,25	14,97	1,62
9	6,40	15,1	4,0	165	55	227,0	89,0	47,8	9,30	15,00	1,61
10	6,50	15,0	4,1	165	55	227,0	89,0	47,8	9,30	15,00	1,61
11	6,45	15,0	9,0	165	55	227,0	89,0	47,8	9,33	15,03	1,61
12	6,50	15,1	4,0	165	55	227,0	89,0	47,8	9,33	15,03	1,61
13	6,45	15,0	3,9	160	50	225,0	89,0	47,8	9,33	15,04	1,61
14	6,50	15,0	4,0	170	60	225,0	89,0	47,8	9,34	15,05	1,61
15	6,50	15,0	4,1	165	55	227,0	88,0	47,8	9,30	15,00	1,61
16	6,50	16,0	4,0	165	55	230,0	89,0	50,0	10,20	16,00	1,57
17	6,60	16,0	4,1	165	55	230,0	89,0	50,0	10,22	16,04	1,57
18	6,50	16,1	4,0	165	55	230,0	89,0	50,0	10,20	16,00	1,57
19	6,55	16,0	3,9	165	55	229,0	89,0	50,0	10,18	15,98	1,57
20	6,50	16,0	4,0	170	60	229,0	89,0	50,0	10,20	16,00	1,57
21	6,45	15,9	4,1	170	60	230,0	89,0	50,0	10,20	16,00	1,57
22	6,50	16,0	4,0	165	55	230,0	90,0	50,0	10,20	16,00	1,57
23	6,40	15,0	4,0	165	55	226,0	90,0	47,8	9,20	14,87	1,62
24	6,45	15,0	3,9	165	55	227,0	90,0	47,8	9,20	14,87	1,62
25	6,45	14,8	3,9	167	57	227,0	89,0	47,8	9,25	14,93	1,61
26	6,50	14,9	3,9	165	55	227,0	89,0	47,8	9,25	14,93	1,61
27	6,45	14,8	4,0	163	53	227,0	89,0	47,8	9,25	14,93	1,61
28	6,50	14,9	3,9	165	55	230,0	89,0	47,8	8,83	14,80	1,63
29	6,50	14,8	4,0	165	55	225,0	89,0	47,8	8,84	14,80	1,63
30	6,45	14,8	4,1	163	53	225,0	88,0	47,8	8,83	14,78	1,63

EXPERIMENTO 4 - CONF.

REPETI ÇÕES	pH CONC.	BRIX CONC.	BRIX PERM.	PRESSÕES		VAZÕES		ÁGUA INJ. LPH	%PROT. N x 6,38	SÓL. TOT.	SÓL. TOT. PROT.
				ENTR. lb/pol ²	SAÍD.	ENTR. LPH	SAÍD. LPH				
31	6,50	14,8	4,1	165	55	228,0	90,0	47,8	8,85	14,82	1,6
32	6,45	14,7	4,0	165	55	227,0	90,0	47,8	8,85	14,83	1,6
33	6,50	14,8	4,0	166	56	227,0	91,0	47,8	8,85	14,84	1,6
34	6,50	14,9	4,0	165	57	230,0	87,0	47,8	9,05	15,00	1,6
35	6,55	14,9	4,0	165	55	230,0	89,0	47,8	9,00	14,80	1,6
36	6,50	15,0	4,0	170	60	230,0	89,0	47,8	9,10	15,20	1,6
37	6,50	15,2	4,1	167	55	225,0	89,0	47,8	9,05	15,10	1,6
38	6,45	15,0	4,0	165	55	229,0	89,0	47,8	9,05	15,00	1,6

ANÁLISES DO CONCENTRADO PROTEICO E PÓ

EXPERIMENTO Nº 1

QUADRO 5

	CONCENTRADO	PÓ
Proteína		
(N x 6,38) %	7,389	53,532
Nitrogênio não		
proteico (Nx6,38) %	0,538	3,898
Umidade %		4,716
Lactose %	4,214	30,529
Cinzas %	0,151	1,094
Gordura %	0,589	4,267
Estabilidade	0,046	0,044
(D.O. a 625 mμ)		
Sólidos Totais %	12,888	-
Relação Sól.Totais/ Proteína	1,756	-

EXPERIMENTO Nº 2

QUADRO 6

	CONCENTRADO	PÓ
Proteína		
(N x 6,38) %	6,246	40,095
Nitrogênio não		
proteico (Nx6,38) %	0,554	3,556
Umidade %	-	4,934
Lactose %	6,918	44,409
Cinzas %	0,348	2,234
Gordura %	0,491	3,152
Estabilidade	0,049	0,072
(D.O. 625 mμ)	-	
Sólidos Totais %	12,725	-
Relação Sólidos To	2,347	-
tais/Proteína		

EXPERIMENTO Nº 3

QUADRO 7

	CONCENTRADO	PÓ
Proteína		
(N x 6,38) %	6,509	45,940
Nitrogênio não		
proteico (Nx6,38) %	0,619	4,369
Umidade %	-	
Lactose %	5,041	35,579
Cinzas %	0,336	2,371
Gordura %	0,406	2,865
Estabilidade	0,077	0,063
(D.O. 625 mμ)		
Sólidos Totais %	13,257	-
Relação Sól. Totais/	2,039	-
Proteína		

EXPERIMENTO Nº 4

QUADRO 8

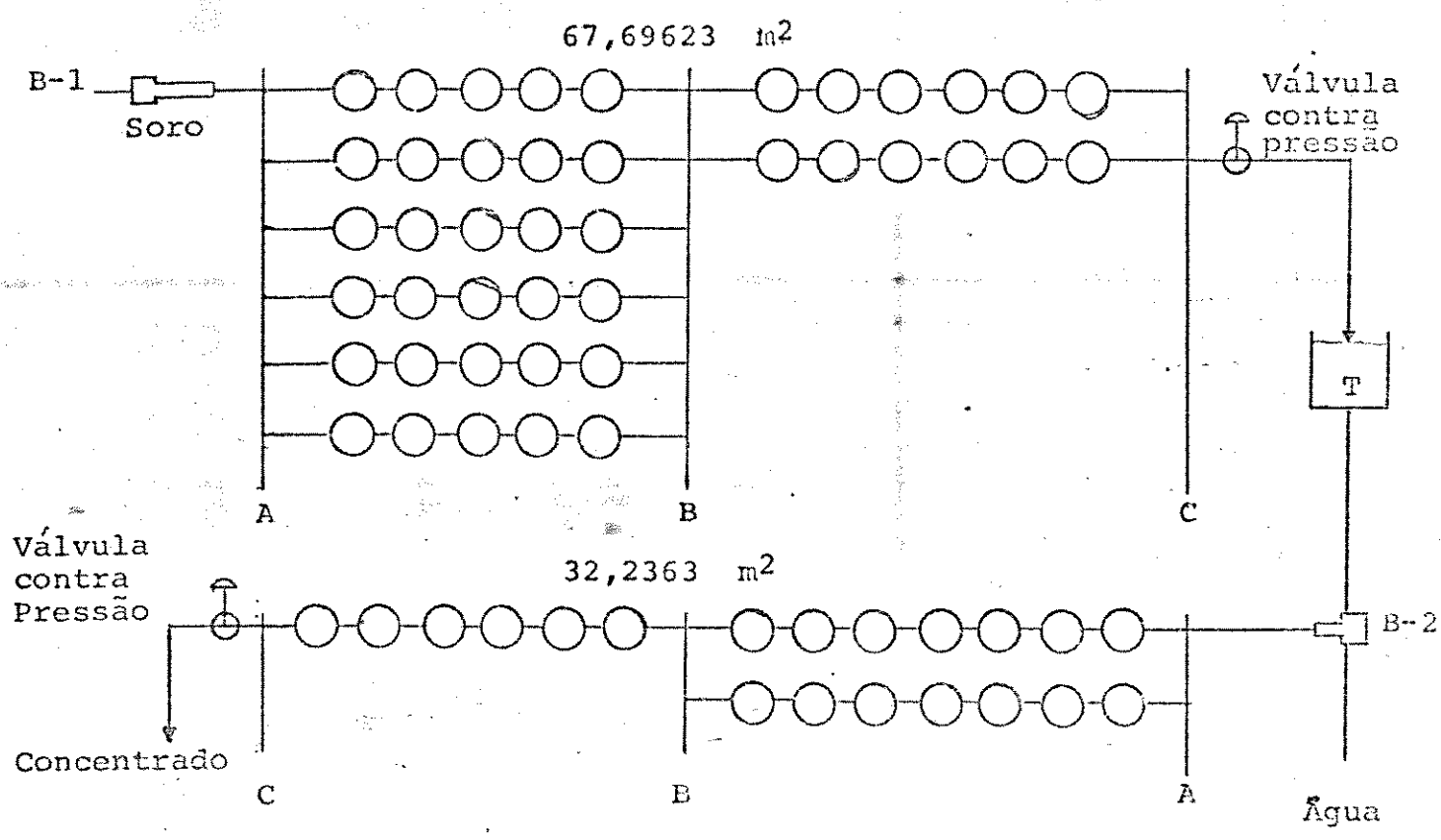
	CONCENTRADO	PÓ
Proteína		
(N x 6,38) %	9,506	61,983
Nitrogênio não proteico (Nx6,38)%	0,339	2,210
Umidade %		3,250
Lactose %	4,261	27,783
Cinzas %	0,358	2,334
Gordura %	0,288	1,878
Estabilidade (D.O. 625 mμ)	0,059	0,058
Sólidos Totais %	15,305	-
Relação Sólidos To tais/Proteína	1,610	-

* * * * *

CONFIGURAÇÃO DO ULTRAFILTRO

ESQUEMA 1

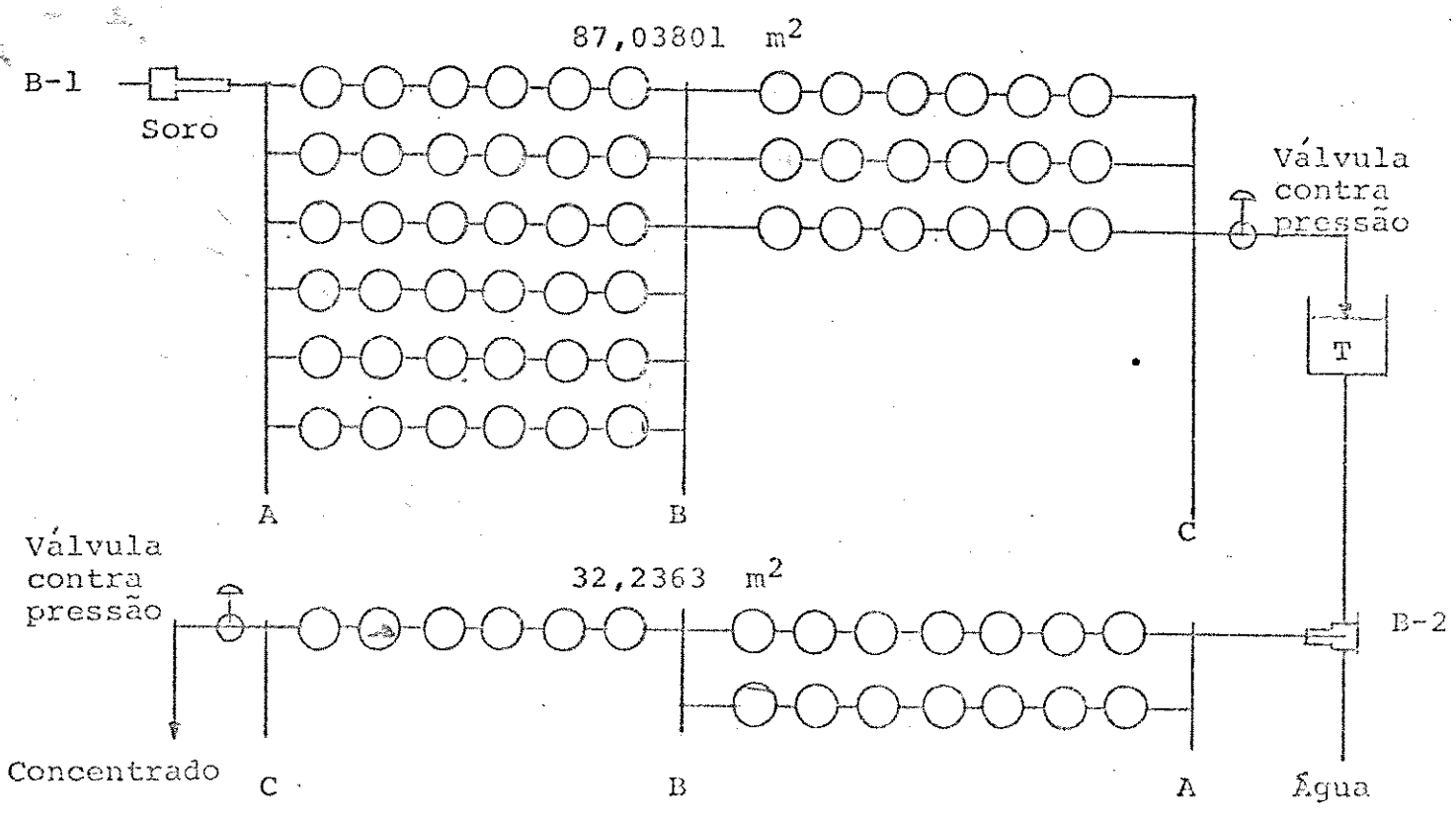
USADA NO EXPERIMENTO 1



CONFIGURAÇÃO DO ULTRAFILTRO

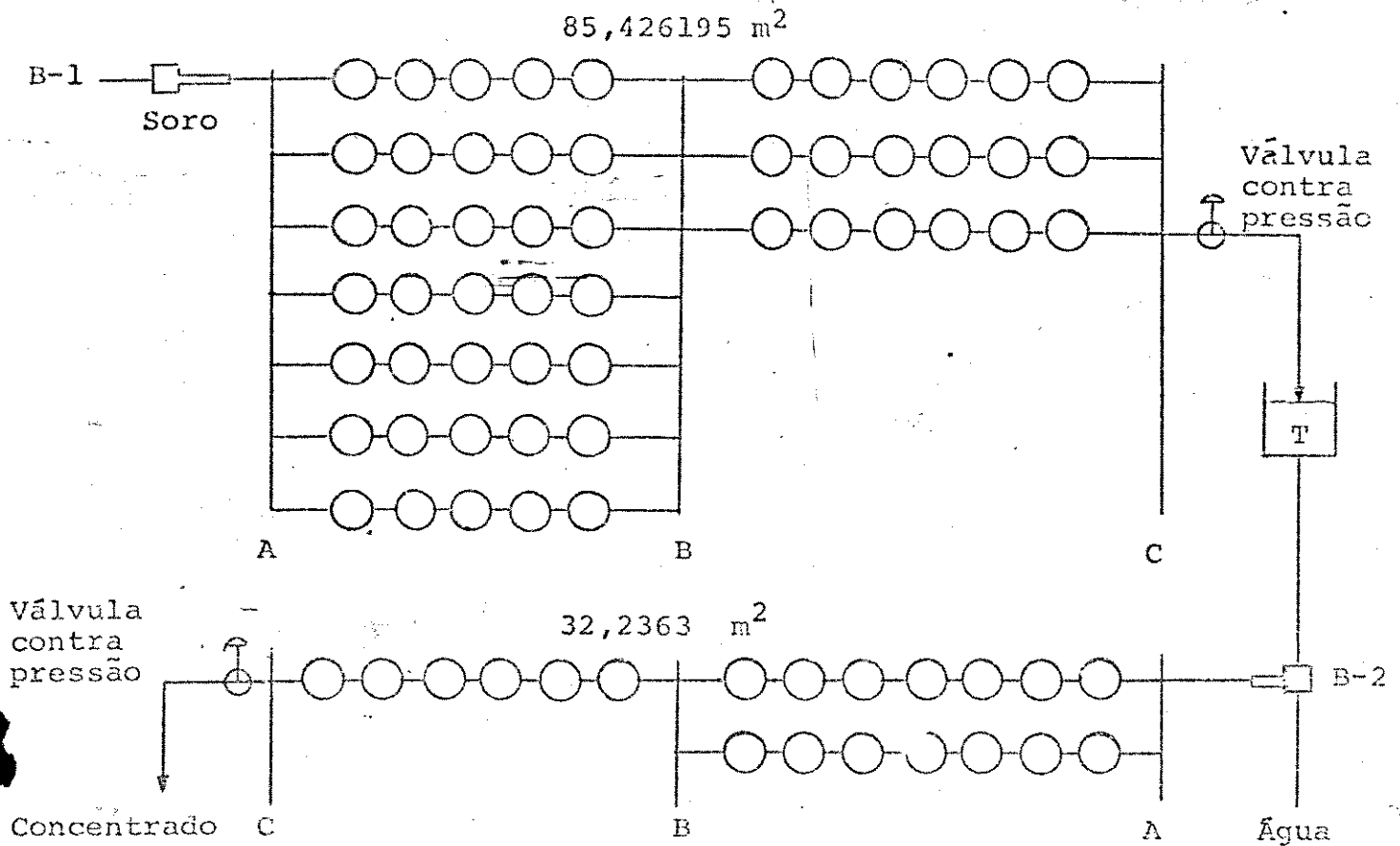
ESQUEMA 2

USADA NO EXPERIMENTO 2



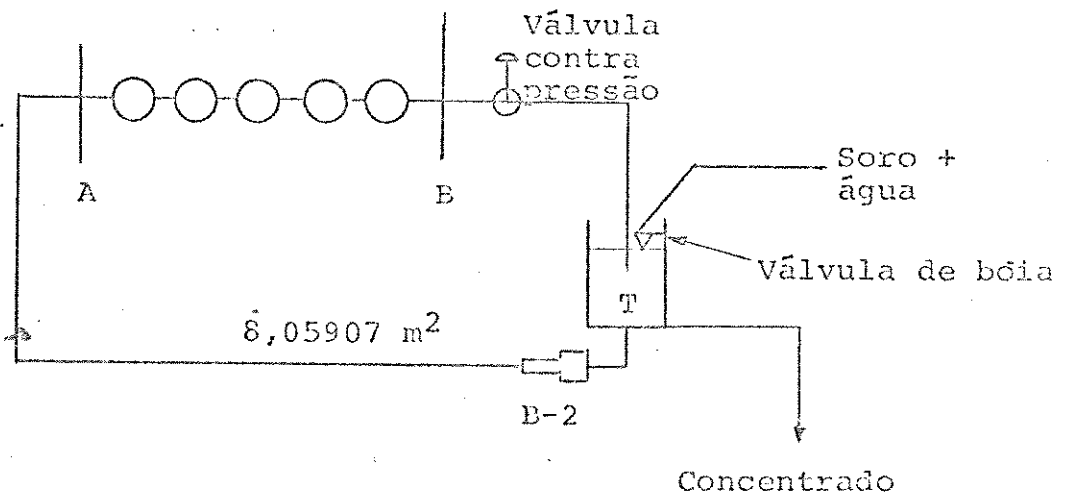
ESQUEMA 3

CONFIGURAÇÃO DO ULTRAFILTRO
USADA NO EXPERIMENTO 3



ESQUEMA 4

CONFIGURAÇÃO DO ULTRAFILTRO
USADA NO EXPERIMENTO 4



Os resultados de kilos de proteína produzidos por metro quadrado por hora foram obtidos usando-se a fórmula:

$$\frac{\text{kg proteína}}{\text{m}^2 \times \text{hora}} = \frac{\text{Vazão Saída Concentrado} \times \% \text{ Proteína}}{\text{Área ultrafiltrante total} \times 100}$$

A área ultrafiltrante total, utilizada em cada experimento, foi calculada usando-se a fórmula:

$$\text{AUF} = 17,35 \times 0,0929 \times \text{Número total de Módulos}$$

onde 17,35 é a área ultrafiltrante de um módulo, em pés quadrados e 0,0929 é o fator de conversão de pés quadrados para metros quadrados.

A permeação por metro quadrado, em cada estágio, foi calculada pela fórmula:

$$\frac{\text{Permeação}}{\text{m}^2} = \frac{\text{Vazão entrada} - \text{Vazão Saída}}{\text{Área ultrafiltrante do Estágio}}$$

No caso do segundo estágio de cada experimento, a fórmula usada foi a seguinte:

$$\frac{\text{Permeação}}{\text{m}^2 \times \text{hora}} = \frac{(\text{Vazão Saída do 1º Est.} + \text{Água Injet.}) - \text{Vaz. Saíd. 2º Est.}}{\text{Área ultrafiltrante do 2º Estágio}}$$

No computador foram calculados, para cada repetição de cada experimento, todos os valores citados acima e no mesmo programa de computação obtivemos as médias de cada variável para cada experimento. Desta maneira organizamos o quadro número 9, onde apresentamos as médias obtidas para Permeação, permeação por metro quadrado por hora, Velocidades de entrada e saída, diferença de velocidade entre entrada e saída, Pressões de entrada e saída, diferença de pressão entre entrada e saída, e alimentação por bloco em LPH. Todas estas médias foram calculadas para o primeiro e segundo estágios.

Com todos os dados obtidos, organizamos o quadro número 10, onde apresentamos um panorama geral de todos os experimentos em um só quadro para podermos avaliar a influência de cada variável no resultado final da ultrafiltração, com maior facilidade.

Neste quadro apresentamos as médias de todas as repetições de cada experimento.

Nas folhas 55, 56, 57, 58 e 59, apresentamos a listagem do programa utilizado no computador para transformações de dados, conversões de unidades, cálculos para obtenção de novos dados e cálculos de médias de todos os dados por estágio e por experimento.

```

FUNCTION SOMX(X,N,N1)
DIMENSION X(3,50)
SOMX=0.
DO 1 J=1,N1
1  SOMX=SOMX+X(N,J)
SOMX=SOMX/FLOAT(N1)
RETURN
END

// DUP
*STORE      WS  UA  SOMX
// FOR
*LIST SOURCE PROGRAM
*ONE WORD INTEGERS
FUNCTION SOMA(X,N,N1)
DIMENSION X(4,50)
SOMA=0.
DO 1 J=1,N1
1  SOMA=SOMA+X(N,J)
SOMA=SOMA/FLOAT(N1)
RETURN
END

// DUP
*STORE      WS  UA  SOMA
// FOR
*ONE WORD INTEGERS
*IOCS(CARD,1403PRINTER,KEYBOARD,TYPEWRITER,PLOTTER,DISK)
*LIST SOURCE PROGRAM
DIMENSION VE1(4,50),VS1(4,50),ND(4),AUF1(4),NB11(4),NB12(4),PE1(4
150),PS1(4,50),AINJ(4,50),NB21(3),VS2(3,50),PE2(3,50),PS2(3,50),P1
2(4,50),PPM1(4,50),VES1(4,50),VSS1(4,50),DP1(4,50),PPM2(3,50),P2E(
3,50),PRT(4,50),ST(4,50),RFSF(4,50),APB1(4,50),APB2(3,50),VES2(3
40),VSS2(3,50),PAI(4,50),EP2(3,50)
PKC(X)=X/14.223
ALPH(X)=14.11765*(X-15.)+600.
ALPH1(X)=X*227.1
C  LEITURA DOS DADOS REFERENTES AO 1RO ESTAGIO
READ(2,98)(NB11(I),NB12(I),I=1,4)
READ(2,99)(AUF1(I),I=1,4)
READ(2,100)(ND(I),I=1,4)
DO 1 I=1,4
NDI=ND(I)
READ(2,101)(VE1(I,J),J=1,NDI)
READ(2,101)(VS1(I,J),J=1,NDI)
READ(2,101)(PE1(I,J),J=1,NDI)
READ(2,101)(AINJ(I,J),J=1,NDI)
1  READ(2,101)(PS1(I,J),J=1,NDI)
C  LEITURA DOS DADOS REFERENTES AO 2DO ESTAGIO
READ(2,97)(NB21(I),I=1,3)
DO 2 I=1,3
NDI=ND(I)
READ(2,101)(VS2(I,J),J=1,NDI)
READ(2,101)(PE2(I,J),J=1,NDI)
2  READ(2,101)(PS2(I,J),J=1,NDI)
C  TRANSFORMAÇÕES DE DADOS
DO 3 I=1,3
JF=ND(I)
DO 3 J=1,JF
VE1(I,J)=ALPH(VE1(I,J))
VS1(I,J)=ALPH1(VS1(I,J))
PE1(I,J)=PKC(PE1(I,J))

```

```

3  PS1(I,J)=PKC(PS1(I,J))
  JF=ND(4)
  DO 10 J=1,4
10 PE1(4,J)=PKC(PE1(4,J))
  PS1(4,J)=PKC(PS1(4,J))
  DO 4 I=1,3
  JF=ND(I)
  DO 4 J=1,JF
  PE2(I,J)=PKC(PE2(I,J))
4  PS2(I,J)=PKC(PS2(I,J))
C  CALCULOS DO 1RO ESTAGIO
  DO 5 I=1,4
  JF=ND(I)
  DO 5 J=1,JF
  PAI(I,J)=AINJ(I,J)/VS1(I,J)
  PIE(I,J)=VE1(I,J)-VS1(I,J)
  PPM1(I,J)=PIE(I,J)/AUF1(I)
  VSS1(I,J)=VS1(I,J)/(NB12(I)*5.7)
  VES1(I,J)=VE1(I,J)/(NB11(I)*5.7)
  DPI(I,J)=PE1(I,J)-PS1(I,J)
5  APB1(I,J)=VE1(I,J)/FLCAT(NB11(I))
C  CALCULOS DO 2DO ESTAGIO
  DO 6 I=1,3
  JF=ND(I)
  DO 6 J=1,JF
  P2E(I,J)=VS1(I,J)+AINJ(I,J)-VS2(I,J)
  PPM2(I,J)=P2E(I,J)/32.2363
  DP2(I,J)=PE2(I,J)-PS2(I,J)
  VSS2(I,J)=VS2(I,J)/5.7
  VES2(I,J)=(VS1(I,J)+AINJ(I,J))/(FLOAT(NB21(I))*5.7)
6  APB2(I,J)=(VS1(I,J)+AINJ(I,J))/FLCAT(NB21(I))
C  ENTRADA PROTEINAS E SOLIDOS TOTAIS
  DO 7 I=1,4
  NDI=ND(I)
  READ(2,101)(PROT(I,J),J=1,NDI)
7  READ(2,101)(ST(I,J),J=1,NDI)
  DO 8 I=1,4
  JF=ND(I)
  DO 8 J=1,JF
8  RESP(I,J)=ST(I,J)/PROT(I,J)
C  CALCULO DAS MEDIAS POR EXPERIMENTO
  DO 11 J=1,4
  NI=ND(I)
  XVE1=SUMA(VE1,I,NI)
  XVS1=SUMA(VS1,I,NI)
  XPAI=SUMA(PAI,I,NI)
  XPE1=SUMA(PE1,I,NI)
  XPS1=SUMA(PS1,I,NI)
  XPIE=SUMA(PIE,I,NI)
  XPM1=SUMA(PPM1,I,NI)
  XVES1=SUMA(VES1,I,NI)
  XVSS1=SUMA(VSS1,I,NI)
  XDPI=SUMA(DPI,I,NI)
  XPROT=SUMA(PROT,I,NI)
  XST=SUMA(ST,I,NI)
  XINJ=SUMA(AINJ,I,NI)
  XRESP=SUMA(RESPI,I,NI)
  XAPB1=SUMA(APB1,I,NI)
  WRITE(5,201)I
  WRITE(6,202)XVE1

```

```

WRITE(5,203)XVSI
WRITE(5,204)XPEI
WRITE(5,218)XPAI
WRITE(5,205)XPSI
WRITE(5,206)XP1F
WRITE(5,207)XPP1
WRITE(5,208)XVES1
WRITE(5,209)XVSS1
WRITE(5,210)X1P1
WRITE(5,211)X2P1
WRITE(5,212)XST
WRITE(5,216)X1NJ
WRITE(5,213)XRESP
11 WRITE(5,214)XAPB1
WRITE(5,215)
DO 12 I=1,3
NI=ND(I)
XVS2=SCMX(VS2,I,NI)
XPE2=SCMX(PE2,I,NI)
XPS2=SCMX(PS2,I,NI)
XP2E=SCMX(P2E,I,NI)
XPP2=SCMX(PP2,I,NI)
XVES2=SCMX(VES2,I,NI)
XVSS2=SCMX(VSS2,I,NI)
XAPB2=SCMX(APB2,I,NI)
WRITE(5,215)I
WRITE(5,203)XVS2
WRITE(5,204)XPE2
WRITE(5,205)XPS2
WRITE(5,207)XPP2
WRITE(5,206)XP2E
WRITE(5,208)XVES2
WRITE(5,209)XVSS2
12 WRITE(5,214)XAPB2
C LISTAGEM DOS DADOS E VARIÁVEIS CALCULADAS
WRITE(5,223)
DO 13 I=1,4
NDI=ND(I)
WRITE(5,224)I
WRITE(5,500)(VE1(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,225)I
WRITE(5,500)(VS1(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,226)I
WRITE(5,500)(PE1(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,227)I
WRITE(5,500)(PS1(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,228)I
WRITE(5,500)(P1E(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,229)I
WRITE(5,500)(A1NJ(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,229)I
WRITE(5,500)(PP1(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,230)I
WRITE(5,500)(VES1(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,231)I
WRITE(5,500)(VSS1(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,232)I
WRITE(5,500)(P1(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,233)I
WRITE(5,500)(APB1(I,J),J=1,NDI)

```

```

WRITE(5,234)I
WRITE(5,500)(PROT(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,235)I
WRITE(5,500)(ST(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,236)I
13 WRITE(5,500)(RESP(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,237)
DC 14 I=1,3
NDI=ND(I)
WRITE(5,225)I
WRITE(5,500)(V52(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,226)I
WRITE(5,500)(PE2(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,227)I
WRITE(5,500)(PS2(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,229)I
WRITE(5,500)(PP42(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,228)I
WRITE(5,500)(PE(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,233)I
14 WRITE(5,500)(APB2(I,J),J=1,NDI)
WRITE(5,245)
C
C
C
C
C
97 FORMAT(3I1)
98 FORMAT(8I1)
99 FORMAT(4F1.5)
100 FORMAT(4I2)
101 FORMAT(16F5.1)
C
C
201 FORMAT(' MEDIAS DO 1RO ESTAGIO'//'EXPERIMENTO NRO '12//)
202 FORMAT(' MEDIA DA VELOCIDADE DE ENTRADA= 'F10.5//)
203 FORMAT(' MEDIA DA VELOCIDADE DE SAIDA = 'F10.5,//)
204 FORMAT(' MEDIA DA PRESSAO DE ENTRADA = 'F10.5,'KG/CM2'//)
205 FORMAT(' MEDIA DA PRESSAO DE SAIDA = 'F10.5,'KG/CM2'//)
206 FORMAT(' MEDIA DA PERMEASSAO = 'F10.5,'LPH'//)
207 FORMAT(' MEDIA DA PERMEASSAO P/M2 = 'F10.5,'LPH'//)
208 FORMAT(' MEDIA DA VELOCIDADE ENT.P/BAN.= 'F10.5,'KPM'//)
209 FORMAT(' MEDIA DA VELOCIDADE SAI.P/BAN.= 'F10.5,'MPM'//)
210 FORMAT(' MEDIA DA DIF.DE PRESSAO E.S. = 'F10.5,'KG/CM2'//)
211 FORMAT(' MEDIA DA PORC. PROTEINA = 'F10.5,'PORC.'//)
212 FORMAT(' MEDIA DA PORC. SOLIDOS TOTAIS = 'F10.5,//)
213 FORMAT(' MEDIA RESP = 'F10.5,//)
214 FORMAT(' MEDIA DA ALIMENTACAO POR BCC. = 'F10.5,//)
215 FORMAT('///' MEDIAS DO 2DO ESTAGIO'///' EXPERIMENTO NRO '12//)
216 FORMAT(' MEDIA DA AGUA INJETADA = 'F10.5,//)
217 FORMAT(' MEDIA DA PORC. DE AGUA INJETADA = ',F10.5,//)
223 FORMAT('///' VARIAVEIS DO 1RO ESTAGIO'//)
224 FORMAT(' VELOCIDADE DE ENTRADA , EXPERIMENTO NRO'13//)
225 FORMAT(' VELOCIDADE DE SAIDA , EXPERIMENTO NRO'13//)
226 FORMAT(' PRESSAO DE ENTRADA KG/CM2 , EXPERIMENTO NRO'13//)
227 FORMAT(' PRESSAO DE SAIDA KG/CM2 , EXPERIMENTO NRO'13//)
228 FORMAT(' PERMEACAO DO ESTAGIO LPH , EXPERIMENTO NRO'13//)
229 FORMAT(' PERMEACAO POR METRO QUADRADO LPH , EXPERIMENTO NRO'13//)
230 FORMAT(' VELOCIDADE NA ENTR.DO SERO MPM , EXPERIMENTO NRO'13//)
231 FORMAT(' VELOCIDADE NA SAIDA DO SORO MPM, EXPERIMENTO NRO'13//)
232 FORMAT(' DIFERENCA DE PRESSAO EN.SAI. KG/CM2, EXPERIMENTO NRO'13//)
1)
233 FORMAT(' ALIMENTACAO POR BANCO ,EXPERIMENTO NRO'13//)
234 FORMAT(' PORC. PROTEINA ,EXPERIMENTO NRO'13//)

```

```
235 FORMAT('...REQ. SOLIDOS TOTAIS. EXPERIMENTO NRO'13//)  
236 FORMAT('...RESP. EXPERIMENTO NRO'13//)  
237 FORMAT('/// VARIÁVEIS DO 2DO ESTAGIO'//) .  
500 FORMAT(' ',12(F10.4))  
238 FORMAT('...AGUA INJETADA, EXPERIMENTO NRO'13//)  
245 FORMAT('///...FI'//')  
CALL EXIT  
END
```

```
// XEQ
```

QUADRO 9

1º EXPERIMENTO

1º ESTÁGIO :

ALIMEN- TAÇÃO	PERMEAÇÃO LPH	PERMEA./m ² LPH	VELOC.		DIF. VEL. MPM	PRESSÃO		DIF. PRESS. kg/cm ²	ALIM BLOC LPH
			ENTR. MPM	SAÍD. MPM		ENTR. kg/cm ²	SAÍD. kg/cm ²		
MÉDIAS	767,447	11,337	31,30	26,57	4,73	17,37	4,30	13,07	178,

2º ESTÁGIO:

MÉDIAS	389,01	12,07	39,52	10,80	28,72	8,30	3,63	4,67	225,
--------	--------	-------	-------	-------	-------	------	------	------	------

2º EXPERIMENTO

1º ESTÁGIO:

MÉDIAS	1036,47	11,91	40,56	20,50	20,06	19,80	2,95	16,85	231,
--------	---------	-------	-------	-------	-------	-------	------	-------	------

2º ESTÁGIO:

MÉDIAS	379,12	11,76	42,23	17,96	24,27	20,27	2,99	17,28	240,
--------	--------	-------	-------	-------	-------	-------	------	-------	------

3º EXPERIMENTO

1º ESTÁGIO:

MÉDIAS	1278,00	14,96	39,41	17,23	22,18	15,13	3,14	11,99	244,
--------	---------	-------	-------	-------	-------	-------	------	-------	------

2º ESTÁGIO

MÉDIAS	292,47	9,07	36,70	22,09	14,61	17,39	3,24	14,15	209,
--------	--------	------	-------	-------	-------	-------	------	-------	------

4º EXPERIMENTO

ÚNICO ESTÁGIO:

MÉDIAS	138,92	17,24	40,03	15,66	24,37	11,62	3,89	7,73	228,
--------	--------	-------	-------	-------	-------	-------	------	------	------

QUADRO 10

EXPERIMENTOS	VAZÃO		PRESSÃO		PERMEAÇÃO	PERMEAÇÃO		DIFER. PRESSÃO
	ENTRADA	SAÍDA	ENTRADA	SAÍDA		ENTRADA	SAÍDA	
1º Estágio	LPH	LPH	Kg/cm ²	Kg/cm ²	LPH	m ² x hr	MPM	Kg/cm ²
1	1 070,398	302,950	17,369	4,297	767,447	11,337	31,298	26,574
2	1 387,056	350,585	19,804	2,949	1 036,471	11,908	40,557	20,502
3	1 572,630	294,632	15,135	3,138	1 277,998	14,960	39,414	17,230
4	228,184	39,261	11,621	3,337	138,923	17,238	40,032	15,558
7,734								

2º Estágio

1	450,549	61,540	8,299	3,631	389,010	12,067	39,522	10,796
2	481,475	102,350	20,266	2,986	379,105	11,761	42,235	17,956
3	418,363	125,895	17,392	3,238	292,469	9,073	36,698	22,087
14,154								

CONTINUAÇÃO QUADRO 10 - 1º Estágio

CONTINUAÇÃO	1º Estágio	% PROT.	% SÓL.		S. TOTAIS/ PROT.	ALIMENT./ BANCO	DIFER. VELOC.	% ÁGUA
			TOTAIS	INJET.				
1	7,389	12,888	147,599	1,7565	178,399	4,724	13,789	
2	6,246	12,725	130,890	2,3470	231,176	20,055	9,436	
3	6,509	13,257	123,731	2,0389	224,662	22,184	7,868	
4	9,506	15,305	48,552	1,6101	228,184	24,474	27,029	

CONTINUAÇÃO QUADRO 10 - 2º Estágio

1	-	-	-	-	225,275	28,726	48,720
2	-	-	-	-	240,737	24,279	37,330
3	-	-	-	-	209,182	14,611	42,000

DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

1 - PORCENTAGEM DE ÁGUA INJETADA

A porcentagem de água injetada no soro, antes de ser concentrado pela ultrafiltração ou na passagem deste do primeiro para o segundo estágio, tem uma importância primordial.

Se compararmos as colunas de porcentagem de água injetada com a permeação por metro quadrado por hora, veremos que esta aumenta com o aumento de água injetada.

Exp.	Perm./m ²	% Água Inj.
3	9,073	7,868
2	11,761	9,436
1	12,057	13,789

Quadro 11

Influência da % de Água Injetada na Permeação
Por Metro Quadrado

Quanto maior fôr a porcentagem, maior a permeação por unidade de área e tempo.

Como o soro concentrado apresenta um maior teor em proteína, a viscosidade deste aumenta consideravelmente, fazendo com que a velocidade do líquido sobre a membrana ultrafiltrante seja significativamente reduzida e por conseguinte a permeação será prejudicada. (Nota-se que o soro é um líquido não-Newtoriano). Com a introdução de água no soro parcialmente concentrado pelo primeiro estágio, sua viscosidade será diminuída e o líquido sobre a membrana ultrafiltrante

te passará a ter maior turbulência, permitindo um maior transporte de água, sais e açúcares pelos poros da mesma.

No caso do soro ser diluído antes de ultrafiltrado a importância da porcentagem de água injetada é semelhante, pois a relação entre água, açúcares e sais no permeado, é aproximadamente a mesma em que eles se encontram no soro.

Note-se que a configuração do segundo estágio nos experimentos 1, 2 e 3 é a mesma e portanto a influência da % de água injetada pode ser correlacionada com a permeação por unidade de área e tempo (Ver quadro 11).

Uma maior porcentagem de água injetada permite maior concentração das proteínas e portanto o produto final proveniente de uma maior porcentagem de injeção de água, pode apresentar maior teor de proteína. Isto pode ser comprovado, comparando-se as colunas de porcentagem de água injetada e porcentagem de proteína no pó.

QUADRO 12

<u>% Água Inj.</u>	<u>% Proteína no PÓ</u>
7,868	40,095
9,436	45,940
13,789	53,532
27,029	61,983

Quadro 12

Influência da % de Água Injetada na Concentração de Proteína no PÓ

No experimento 2 a porcentagem de proteína no pó final a-

tingiu somente 40,095% devido ao fato da área ultrafiltrante do segundo estágio ser insuficiente para concentrar o volume do concentrado proveniente do primeiro estágio. Este fato será novamente abordado no capítulo da influência das pressões e diferenças de pressão entre entrada e saída dos estágios.

Comparando-se os resultados do experimento 1 com os do experimento 3 pode-se notar que a menor quantidade de água injetada no segundo resultou numa relação sólidos totais/proteína maior e numa porcentagem de proteína no pó final menor no experimento 3. Ambos apresentavam uma configuração com séries de 11 módulos no primeiro estágio e 13 módulos no segundo estágio.

2 - CONFIGURAÇÃO DA UNIDADE ULTRAFILTRANTE

Podemos verificar a influência deste fator no processo de concentração por ultrafiltração, comparando-se os resultados obtidos nos experimentos 2, 3 e 4, onde as configurações são representadas no Quadro 13.

EXPERIMENTO	NÚMERO DE MÓDULOS EM SÉRIE			
	1º ESTÁGIO	2º ESTÁGIO	SÓL.TOT./ PROTEÍNA	%PROT. NO PÓ
3	11	13	2,0389	45,532
2	12	13	2,3471	40,095
4	5	-	1,6101	61,983

QUADRO 13

Existe uma correlação direta entre o número de módulos em série e a relação sólidos totais/proteína.

Esta correlação é dependente das pressões de entrada e saída do soro em cada estágio.

Ao mesmo tempo, séries menores possibilitam a obtenção de produtos finais com maior porcentagem de proteína.

A variação do número de módulos em série nos diferentes experimentos, influenciam nas pressões de entrada e saída dos estágios de maneira significativa, pois para que o produto atravessasse um comprimento maior de tubos ultrafiltrantes, uma maior perda de carga deve ser vencida.

Quanto maior a pressão de entrada, maior é a rejeição de lactose e menor será a concentração de proteína no produto final.

Quanto menor a pressão de entrada do soro nos tubos ultrafiltrantes, menor a rejeição de lactose pela membrana. O experimento 4 evidencia o que acabamos de afirmar.

EXPERIMENTOS	PRESSÕES		DIF. PRESSÃO	SOL. TOT. PROT.
	ENTR.	SAÍDA		
4	11,621	3,887	7,734	1,6101
3	15,135	3,138	11,997	2,0389
2	19,804	2,949	16,855	2,3471

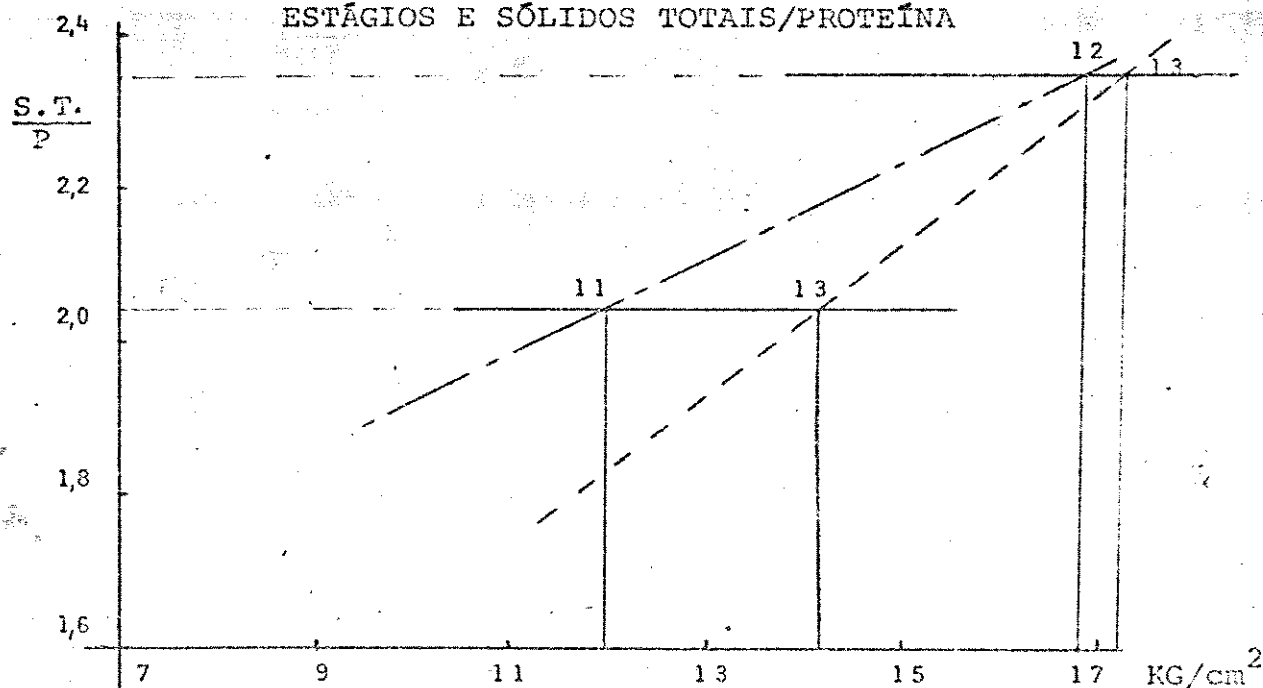
QUADRO 14

Influência das Pressões na Relação Sólidos Totais/Proteína

Se fizermos um gráfico correlacionando a Relação Sólidos Totais/Proteína com as diferenças de pressões no primeiro estágio dos experimentos 2, 3 e 4, teremos o seguinte: (Gráfico 1)

Da mesma forma podemos correlacionar a relação Sólidos Totais/Proteína com as diferenças de pressões no segundo estágio dos mesmos experimentos. No mesmo gráfico podemos observar a importância do número de módulos em série na diferença de pressão entre entrada e saída de cada estágio (Gráfico 1).

CORRELAÇÃO ENTRE DIFERENÇA DE PRESSÕES NOS 1ºs ESTÁGIOS E SÓLIDOS TOTAIS/PROTEÍNA



3 - VELOCIDADE DO SORO NOS TUBOS ULTRAFILTRANTES

Para se ter uma permeação maior por unidade de área ultrafiltrante e tempo, deve-se ter uma alta velocidade do líquido sobre a membrana, para que haja maior turbulência.

No sistema por nós utilizado existe um fator limitante, que é o perigo de deslocar a membrana de seu suporte caso a velocidade do líquido seja muito grande. A velocidade máxima recomendada pelos fabricantes é de 44 metros por minuto o que corresponde a uma vazão de alimentação de 250 LPH por tubo. Procuramos neste traba -

lho ficar sempre na faixa dos 210 a 230 LPH por tubo. Esta limitação de velocidade máxima do líquido dentro do tubo torna imperativo o uso de séries de módulos mais curtas, a fim de que a velocidade do líquido na saída da série ainda seja suficientemente grande permanecendo em turbulência. Ao mesmo tempo, se usássemos uma série de módulos muito longa, haveria uma maior rejeição de lactose nos primeiros módulos, devido à alta pressão necessária para vencer toda a perda de carga.

No decorrer de nosso trabalho verificamos ainda que velocidades muito baixas proporcionavam o desenvolvimento de bactérias lácticas, formadoras de gás carbônico no interior dos tubos ultrafiltrantes.

No caso do experimento 1, estágio 2, onde a velocidade de saída era de aproximadamente 10 MPM, frequentemente tínhamos que parar o experimento após algumas horas de produção, devido à formação de CO_2 no segundo estágio. A razão deste problema era a falta de turbulência no interior dos tubos ultrafiltrantes no final do segundo estágio, que por sua vez impedia a remoção completa de todo o líquido que entrava na unidade, tornando-se desta forma impossível sua sanitização.

Este problema microbiológico ocorrido, nos levou a desenvolver um sistema complexo de sanitização do ultrafiltro.

Como a velocidade do líquido sanitizante era muito baixa na saída de cada estágio, tivemos que fazer esta fase da sanitização em três etapas:

1. Primeiramente alimentávamos os estágios pela posição A* com a solução sanitizante. Recolhíamos a solução na posição B*. Isto permitia uma velocidade maior no início da série.

2. Quando terminávamos a primeira etapa, passávamos a alimentar os estágios pela posição B*, com a solução sanitizante. e

recolhíamos a mesma nas posições A* e C*.

3. A terceira etapa consistia em alimentar os estágios pela posição C* e recolher a solução pela posição B*.

Este sistema possibilitou trabalhar por tempo mais longo, sem problema microbiológico, visto que esta sanitização era efetuada todos os dias após a produção de, no mínimo, 6.000 litros de soro.

No caso das configurações dos experimentos 2, 3 e 4 nunca houve o problema de crescimento de bactérias no interior dos tubos ultrafiltrantes, pois nestes experimentos passamos a usar o sistema de sanitização acima descrito.

4 - PRESSÕES E DIFERENÇA DE PRESSÕES ENTRE ENTRADA E SAÍDA DE CADA ESTÁGIO.

Como já mencionamos anteriormente, a influência da pressão no fracionamento de soro de leite por ultrafiltração é por demais importante.

Para se ter uma boa permeação devemos ter uma velocidade de líquido, interna, alta e para obtermos uma baixa rejeição de lactose pela membrana, é necessária uma baixa pressão de entrada e saída do módulo. Para satisfazer estes dois pontos, a solução foi usar série curta e recirculação ou então, na metade das séries em paralelo, reduzir o número de paralelos para manter a mesma velocidade interna inicial.

Comparando os experimentos 2 e 3, podemos verificar que, apesar de injetarmos maior porcentagem de água no experimento 2, a relação Sólidos Totais/Proteína foi maior que no experimento 3, is

* Ver esquemas 1, 2, 3 e 4

to se deve ao fato de que além das séries do primeiro estágio do experimento 2 serem mais longas, tivemos que aumentar a vazão de alimentação do segundo estágio para poder manter em balanço o volume que saía do primeiro estágio. Como resultado, a pressão de entrada no 2º estágio tornou-se alta, bem como a diferença de pressão entre entrada e saída do mesmo. Com o uso de altas pressões, a rejeição de lactose foi grande e como consequência a sua proporção em relação à proteína foi maior.

2º ESTÁGIO EXPERIMENTOS	PRESSÕES		DIF. PRESSÃO	REL.SÓL. TOT./PROT.
	ENTR.	SAÍDA		
2	20,266	2,986	17,280	2,3471
3	17,392	3,238	14,154	2,0389

QUADRO 15

Influência das Pressões na Relação Sólidos Totais/Proteína

Da mesma maneira comparando os experimentos 1 e 3 que apresentam o mesmo número de módulos em série, tanto no primeiro como no segundo estágios, o fator pressão teve uma grande influência no resultado do produto final.

2º ESTÁGIO EXPERIMENTOS	PRESSÕES		DIF. PRESSÃO	RELAÇÃO SÓLIDOS TOTAIS/PROTEÍNA
	ENTR.	SAÍDA		
1	8,299	3,631	4,668	1,7565
3	17,392	3,238	14,154	2,0389

QUADRO 16

Influência das Pressões na Relação Sólidos Totais/Proteína

Observando-se os resultados obtidos no quarto experimento, podemos deduzir que uma pressão menor na entrada, com uma pressão de saída semelhante às pressões de saída dos outros experimentos, (resultando numa diferença de pressão menor), resulta em uma ^{menor} rejeição de lactose e outros sólidos solúveis. O resultado é um produto com Relação Sólidos Totais/Proteína igual a 1,6101, que é bem menor que nos outros experimentos.

Isto nos leva a crer que as segundas partes dos estágios 1 e 2 dos experimentos 1, 2 e 3, tem menor rejeição de lactose do que as primeiras partes dos estágios, isto porque as pressões de entrada dos estágios são bem maiores do que as pressões entre as duas partes de cada estágio, sendo que as diferenças de pressões são praticamente as mesmas.

Desta forma, o que houve realmente, foi o quarto experimento funcionando como as segundas partes dos estágios 1 e 2 dos outros experimentos, o que proporcionou um produto final com alto teor de proteína.

Não podemos esquecer que no quarto experimento usamos maior porcentagem de água injetada em relação ao volume inicial de soro trabalhado.

Pudemos deduzir destes resultados, que se usarmos uma contrapressão maior no final de séries mais curtas, o resultado será o mesmo que se usássemos somente as primeiras partes dos primeiros estágios. O resultado desta concepção seria uma menor rejeição de lactose e portanto uma relação sólidos totais/proteína maior. Entretanto a perda de proteína seria menor.

O melhor resultado obtido no quarto experimento foi devido principalmente à menor pressão usada e menor diferença de pressão entre entrada e saída da série de módulos, que com a água adicio-

nada diminuiu ainda mais a viscosidade do soro, permitindo desta forma uma rejeição muito menor de lactose e sais.

As porcentagens de água injetada nos experimentos 1 e 3 , que são de 48,72% e 42% respectivamente em relação ao soro concentrado saindo dos primeiros estágios respectivos, vem demonstrar ainda melhor que a diluição do soro permite trabalhar a pressões mais baixas e portanto, as rejeições de lactose são menores, permitindo assim obtenção de produto final com maior teor de proteína. Vejamos o quadro abaixo:

	BRUX CONC. 1ºEST.	PERM. 2ºEST.	%ÁGUA	BRUX FINAL	REL.S.TOT. /PROTEÍNA	DIF. PRES. 2ºEST.	PERM/m ² EST.
EXP.1	9,98	389,01	48,72	12,96	1,7565	4,668	12,07
EXP.3	10,64	292,47	42,00	13,27	2,0389	14,154	9,07

QUADRO 17

Influência da Injeção de Água e Diferença de Pressões na Permeação e Rejeição de Lactose.

Podemos verificar que, apesar da concentração do soro saindo do primeiro estágio do terceiro experimento ser maior que a do primeiro, a injeção de água no primeiro, em maior quantidade, fez com que a permeação no segundo estágio do primeiro experimento por unidade de área e tempo, fôsse bastante aumentada, dando no final um produto com maior teor de proteína que no terceiro experimento, apesar do concentrado deste apresentar um teor de Sólidos Totais maior.

Fazendo-se o cálculo da proteína que entra no sistema ultrafiltrante e da que sai do sistema na forma de soro concentrado, podemos fazer um balanço do rendimento de proteína. Para melhor cla-

reza apresentamos o quadro 18.

EXPERIMENTO	ENTRADA DE PROTEÍNA KG/H	SAÍDA DE PROTEÍNA KG/H	PROTEÍNA PERDIDA KG/H	%PROTEÍNA RECUPERADA KG/H
1	6,4224	4,5404	1,8820	70,7
2	8,1100	6,3947	1,7153	78,8
3	9,4357	8,1916	1,2440	86,8
4	13,0768	8,4846	0,2134	64,9

QUADRO 18

Balanco de Proteína no Sistema Ultrafiltrante.

Como podemos verificar houve uma variação no rendimento de proteína recuperada nos quatro experimentos. Podemos correlacionar este rendimento com as diferenças de pressões entre entrada e saída dos dois estágios. Para calcularmos as diferenças de pressões fizemos a média geral de todas elas, inclusive do primeiro e segundo estágio de cada experimento, e apresentamos os resultados no quadro 19. Neste quadro apresentamos também as médias gerais do Brix dos permeados dos respectivos experimentos.

EXPERIMENTO	MÉDIA % PROTEÍNA RECUPERADA	MÉDIA DAS DIFERENÇAS DE PRESSÕES - KG/cm ²	MÉDIA % BRIX DOS PERMEADOS
1	70,7	8,870	4,856
3	86,8	13,075	4,689
4	64,9	7,734	3,997

QUADRO 19

Influência das Diferenças de Pressões no Rendimento de Proteína Recuperada.

Como vemos, uma diferença de pressão maior ocasiona um rendimento maior de proteína recuperada, o que pode ser provado pelo Brix dos permeados.

A diferença de pressão menor, deu um Brix maior, que era devido em parte ao maior teor de proteína perdida, enquanto que com diferença de pressão maior, o Brix do permeado foi menor. Os teores de proteína nos permeados foram em torno de 0,0015 kg/l e a diferença média entre esses teores no primeiro e terceiro experimento,, foi de 0,001013 kg/l a mais para o primeiro experimento. Obtivemos estes valores dividindo-se a quantidade de proteína perdida por hora, pelo volume de permeado nos dois experimentos. QUADRO 20

QUADRO 20 - CALCULO DE % DE PROTEINA
NOS PERMEADOS

<u>ESPERIMENTO</u>	<u>PROT. PER- DIDA kg/hr</u>	<u>LITROS PERMEADO p/Hora-Água Inj.</u>	<u>LITROS DE PERM. SEM ÁGUA</u>	<u>PROT. PER- DIDA. LI - TROS PER- MEADO SEM ÁGUA. kg/l</u>
1	1,8820	1 156 x 86,21	996,6	0,001888
2	1,7153	1 415 x 92,13	1 304,1	0,001315
3	1,2440	1 570 x 90,56	1 421,8	0,000875
4	0,1526	138,9 x 72,97	101,37	0,001505

No quarto experimento onde a diferença de pressão entre entrada e saída do estágio foi bem menor, o rendimento de proteína recuperada foi de 64,9%, o que vem provar que menores pressões resultam em maior perda de proteína.

Para calcularmos a quantia de proteína perdida no quarto experimento, subtraímos o total de proteína no concentrado, do total de proteína que entrou no estágio, no total de horas trabalhadas para produzir esse concentrado.

Nos outros tres experimentos calculamos usando os dados de saída de concentrado por hora, concentração de proteína no mesmo concentrado, e alimentação por hora.

CONCLUSÕES

Como vimos no capítulo "discussão dos resultados" existem muitas variáveis que influem no rendimento do processo de ultrafiltração para fracionamento do soro de queijo, doce. Dentre elas as que se mostraram mais importantes foram:

- A. Número de módulos em série
- B. Número de bancos em paralelo
- C. Velocidade do soro no interior dos tubos ultrafiltrantes
- D. Sanitização do sistema ultrafiltrante.
- E. Porcentagem de água adicionada ao soro
- F. Diferença de pressão entre entrada e saída do soro em cada estágio.
- G. Pressão de entrada do soro no estágio
- H. Turbulência do líquido no interior dos tubos ultrafiltrantes e principalmente sobre a membrana ultrafiltrante.

A. Concluimos que o número de módulos em série deve estar entre 5 e 11, sendo que o fator econômico é que ditará a menor série a ser usada. Quanto menor a série menor será a relação $\text{SOLIDOS TOTAIS} / \text{PROTEINA}$, porém maior será a perda de proteína no permeado.

B. O número de bancos em paralelo é que irá satisfazer a produção de sejada, pois a alimentação por banco está limitada neste sistema a 250 LPH.

Uma vez determinado o número de módulos em série a ser usado, deve-se calcular o número de bancos a serem utilizados, a fim de se conseguir a concentração final desejada, bem como a relação $\text{SOLIDOS TOTAIS} / \text{PROTEINA}$.

C. Deve-se utilizar sempre a vazão máxima permitida para um determinado tipo de módulo, sem que haja perigo de descolamento ou rompimen

to da membrana ultrafiltrante. Isto promoverá uma maior turbulência sobre a área ultrafiltrante, o que evitará o seu entupimento e permitirá um maior transporte de água, sais, lactose, etc. através dos poros.

D. Deve-se construir o sistema ultrafiltrante de tal forma a possibilitar a sua sanitização de maneira eficiente. Para isto deve-se colocar conexões para se efetuar a alimentação de solução sanitizante pelas pontas e pelo meio das series. Este processo permite que a solução passe em alta velocidade e em turbulência sobre toda superfície ultrafiltrante.

E. Para se conseguir uma porcentagem de proteína mais elevada no produto final, é necessário usar uma diluição do soro com água, a fim de diminuir sua viscosidade quando es. atinge concentrações elevadas. Caso contrário, a concentração máxima possível de ser atingida, sem injeção de água, é de 20 a 30% de proteína no pó final.

F. A influência da diferença de pressão entre entrada e saída de cada estágio é muito importante no fracionamento do soro, visto que a rejeição da lactose pela membrana é proporcional a essa diferença de pressão.

Quanto menor a diferença de pressão, menor a rejeição de lactose e portanto menor adição de água é necessária.

G. Pressão de entrada do soro no estágio é função do número de módulos em serie, da vazão de alimentação e da contra-pressão. Como a vazão de alimentação desejada é a máxima permitida pelo tipo de tubo ultrafiltrante, o que determinará a pressão de entrada é o número de módulos em série e a contra pressão. Por esta razão já mostramos anteriormente a necessidade de usar o menor número de módulos em série.

H. Para que o sistema ultrafiltrante possa ser operado por tempos mais longos, antes de que seja necessária uma interrupção para limpeza e sanitização, deve-se promover o máximo de turbulência sobre a superfície ultrafiltrante. Essa turbulência é conseguida com grandes velocidades do soro e com o auxílio de promotores de turbulência, como é o caso dos "VDR", que dão ao soro um movimento helicoidal e também diminuem o espaço anular do tubo ultrafiltrante.

Uma combinação destas variáveis, deve ser cuidadosamente estudada a fim de se obter:

1. Máximo de permeação por unidade de área e tempo.
2. Máxima quantidade de proteína processada por unidade de área e tempo.
3. Relação sólidos totais/proteína desejada no pó final, de acordo com o uso que se vai dar ao produto.

Como resultado deste trabalho, tivemos a oportunidade de conseguir o registro de uma patente sobre "Tratamento de Proteína de soro" nos seguintes países e com os seguintes números e datas:

ARGENTINA	-	Nº	192.140	-	27/12/1972
BELGICA	-	Nº	121.435	-	28/02/1973
ALEMANHA	-	Nº	22-43-189.6	-	15./03/1973
AFRICA DO SUL	-	AGUARDANDO PUBLICAÇÃO			

ANEXO I - SÍMBOLOS DE COMPUTAÇÃO

V E 1	=	Vazão de entrada do soro no 1º estágio - LPH
V S 1	=	" saída " " " " - LPH
ND	=	Numero de bancos
AUF 1	=	Área ultrafiltrante no 1 - estágio - m ²
NB 11	=	Número de bancos na 1ª. parte do 1º estágio
NB 12	=	" " 2ª. " " "
PE 1	=	Pressão de entrada no 1º estágio - kg/cm ²
PS 1	=	" saída " " " kg/cm ²
AINJ	=	Água injetada - LPH
NB 21	=	Número de bancos na 1ª. Parte do 2º estágio
V S 2	=	Vazão de saída do concentrado do 2º estágio - LPH
PE 2	=	Pressão de entrada no 2º estágio - kg/cm ²
PS 2	=	" saída " " " - kg/cm ²
PI E	=	Permeação no 1º estágio - LPH
PPM 1	=	Permeação por metro quadrado de área ultrafiltrante-LPH
VES 1	=	Velocidade do soro na entrada do 1º estágio por banco-MPM
VSS 1	=	" " saída " " " " " -MPM
DP 1	=	Diferença de pressão entre entrada e saída do soro no 1º estágio - kg/cm ²
PPM 2	=	Permeação por metro quadrado de área ultrafiltrante-LPH
P 2 E	=	" no 2º estágio - LPH
PROT	=	Porcentagem de proteína no soro concentrado final
ST	=	Porcentagem de sólidos totais no soro concentrado final
RESP	=	relação entre porcentagem de proteína e porcentagem de sólidos totais no soro concentrado final
APB 1	=	Alimentação de soro por banco no 1º estágio - LPH
APB 2	=	" " " 2º " - LPH
VES 2	=	Velocidade de entrada do soro no 2º estágio por banco-MPM
VSS 2	=	" saída " " " " -MPM
PA I	=	Porcentagem de água injetada
DP 2	=	Diferença de pressão entre entrada e saída do soro no 2º estágio - kg/cm ²

CONT.

ANEXO 1 - SIMBOLOS DE COMPUTAÇÃO

- PKC = Transformação de PSI em kg/cm^2
- ALPH = Transformação de Alimentação de km/hr em LPH - Usando equação da curva 1
- ALPH 1 = Transformação de Alimentação de GPM em LPH - Na saída do 1º estágio.

LITERATURA CITADA

1. ABCOR, Ultrafiltration. Process Information Bulletin 206. 1969.
2. ANALYTICAL CHEMISTRY. Distilling apparatus, micro, modified, Kjeldahl. Vol. 23, No. 3, p. 527, 1951.
3. ALESCH, E. A. Utilization of whey solids in food products. J. Dairy Sci. 41, 699, 1958.
4. CHIAN, E. S. K., and SELLDORFF., J. T. Ultrafiltration of Biological Materials. Process Biochemistry, September, 1969.
5. DOLBY, R. M. Dye-binding methods for estimation of protein in milk. J. Dairy Res., 28: 43, 1961.
6. FENTON MAY, R. I., C. G. HILL JR., and C. H. AMUNDSON. Use of Ultrafiltration/Reverse osmosis systems for the concentration and fractionation of whey. J. of Food Science, vol. 36. p. 14-21, 1971.
7. DE FILIPPI, R. P., and R. L. GOLDSMITH. Application and theory of membrane processes for biological and other macromolecular solutions. Conference on Membranes for Industrial, Biological and Waste Treatment Processes. Battelle Memorial Institute. Columbus, Ohio. 1969.
8. FORBES, F. Considerations in the optimisation of Ultrafiltration. The Chemical Engineer, January, 1972.
9. GRINDROD, J., and T. A. NICKERSON, Changes in Milk Proteins with hydrogen peroxide. J. Dairy Sci., 50:142, 1967.

0. GUY, E. J., H. E. VETTEL, and M. J. POLLANSCH. Denaturation of cottage cheese whey proteins by heat. J. of Dairy Science, vol. 50, No. 6, p. 828-832, 1967.
1. LIM, T. J., W. L. DUNKLEY, and R. L. MERSON. Journal of Dairy Science, vol. 54, No. 3, p. 306-311, 1971.
2. LOEB, S., and S. SOURIRAJAN. Sea water demineralization by means of a semipermeable membrane. Advan. Chem. Ser., 38:117, 1963.
3. LOWE, E., E. L. DURKEE, and A. I. MORGAN, JR. A reverse osmosis unit for food use. Food Technology, 22:915. 1968.
4. MARSHALL, P. G., W. L. DUNKLEY, and E. LOWE. Fractionation and concentration of whey by reverse osmosis. Food Technology, 22:969, 1968.
5. MCDONOUGH, F. E. Whey concentration by reverse osmosis. Food Engeneering, 40:124, 1968.
6. MCDONOUGH, F. E.. Membrane Processing, a new tool for whey disposal. Dairy Industries, September, 1971.
7. MCDONOUGH, F. E., W. A. MATTINGLY, and J. H. VESTAL. Protein Concentrate from cheese whey by Ultrafiltration. J. of Dairy Science, vol. 54, No. 10, 1971.
8. MERSON, R. L. Membrane separation concepts in food processing. Paper presented at the Winter Meeting of A. S. A. E. Chicago, Ill., 1971.
9. MERSON, R. L., GINNETTE, L. F., and MORGAN, JR., A. I. Reverse osmosis for food processing. Dechema - Monographien, 63:179, 1968.

0. MERSON, R.L., and GINETTE, L. F. Improvements in processing of foods by reverse osmosis. Applied Polymer Symposia,13:309-322.
1. MERSON, R. L., and L. F. GINETTE. Reverse osmosis in the food Industry - Chapter X in "Industrial Processing with Membranes" edited by Lacey, R.E., and Loeb, S. John Wiley and Sons, Inc., New York, 1972.
2. MERTEN, U. (ed.). Desalination by reverse osmosis. The MIT Press. Cambridge, Mass. 289 p. , 1966.
3. MORRISON, M. C. Economic analysis of acid whey protein recovery. Havens International, Inc., San Diego, Calif., 46 p., 1970.
4. MUELLER, A. J., and WARREN M. COK, JR. Comparative nutritive value of casein and lactoalbumin for man. Casein and Lactoalbumin for man, p. 285-294.
5. OSBORNE, T. B., and L. B. MENDEL. The nutritive value of lactoalbumin. J. Biol. Chem. 59:13, 1924.
6. PATENTE ARGENTINA. Tratamento de proteina de soro. No. 192.140 - 27/ Dezembro, 1972.
7. PATENTE ALEMANHA. Tratamento de proteina de soro. No.22-43-189.6- 15/ Março, 1973.
8. PATENTE BELGICA. Tratamento de proteina de soro. No. 121.435 - 28/ Fevereiro, 1973.
9. PERI, C., W. L. DUNKLEY. Research on concentration of whey: analysis of fractions during concentration of whey and whey pretreated by reverse osmosis. Industrie Agrarie, 6:635. 1968.

0. PERI, C., W. L. DUNKLEY. Reverse osmosis of cottage cheese whey.
I. Influence of composition of the feed. J. Food Sci., vol.
36, p. 395-396, 1971.