

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

**CONCENTRAÇÃO DO SUCO DE MARACUJÁ POR OSMOSE
INVERSA**

Caroline Casagrande Sipoli
Eng. Química, UEM, 2008
Orientador(a): Prof^a Dr^a Sueli Teresa Davantel de Barros

Dissertação de Mestrado submetida à
Universidade Estadual de Maringá,
como parte dos requisitos necessários
para obtenção do Grau de Mestre em
Engenharia Química, Área de
Desenvolvimento de Processos.

MARINGÁ – PR - BRASIL
Fevereiro de 2010

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)
(Biblioteca Central - UEM, Maringá – PR., Brasil)

S618c Sipoli, Caroline Casagrande
Concentração do suco de maracujá por osmose inversa
/ Caroline Casagrande Sipoli. -- Maringá, 2010.
83 f. : figs. (algumas col.), tabs.

Orientadora : Prof^a. Dr^a. Sueli Teresa Davantel de Barros.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Maringá, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, 2010.

1. Suco de maracujá - Concentração por osmose inversa. 2. Maracujá - Concentração de suco - Osmose inversa. 3. Suco de maracujá - Microfiltração. 4. Suco de maracujá - Centrifugação. 5. Maracujá - Suco concentrado - Análise sensorial. 6. Maracujá - Suco concentrado - Análise microbiológica. 7. Maracujá - Suco concentrado - Caracterização físico-química. 8. Tecnologia de alimentos. I. Barros, Sueli Teresa Davantel de, orient. II. Universidade Estadual de Maringá. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. III. Título.

CDD 21.ed. 664.804425


UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

Esta é a versão final da dissertação de Mestrado apresentada por Caroline Casagrande Sipoli perante a Comissão Julgadora do Curso de Mestrado em Engenharia Química em 22 de fevereiro de 2010.

COMISSÃO JULGADORA


Profª Drª Sueli Teresa Davantel de Barros
Orientadora


Profª Drª Eliane Rodrigues dos Santos Gomes
Membro


Prof. Dr. Nehemias Curvelo Pereira
Membro

Recomeçar

Não importa onde você parou. Em que momento da vida você cansou.

O que importa é que sempre é possível e necessário "Recomeçar".

Recomeçar é dar uma nova chance a si mesmo...

é renovar as esperanças na vida e o mais importante...

Acreditar em você de novo.

Sofreu muito nesse período? Foi aprendizado.

Chorou muito? Foi limpeza da alma.

Ficou com raiva das pessoas? Foi para perdoá-las um dia...

Sentiu-se só por diversas vezes? É porque fechaste a porta até para os anjos...

Acreditou que tudo estava perdido? Era o início da tua melhora...

Pois é, agora é hora de reiniciar. De pensar na luz. De encontrar prazer nas coisas simples de novo.

Onde você quer chegar? Ir alto. Sonhe alto. Queira o melhor do melhor. Se pensamos pequeno coisas pequenas teremos...

Já se desejarmos fortemente o melhor e principalmente lutarmos pelo melhor.

O melhor vai se instalar na nossa vida.

" Porque sou do tamanho daquilo que vejo, e não do tamanho da minha altura."

Carlos Drummond de Andrade

Aos meus familiares

Aos meus avós paternos Wilson (in memorian) e Dirce

Aos meus avós maternos Luis (in memorian) e Maria

Aos meus pais Ivete e Wilson

A minha irmã Camila

Ao meu noivo André

Aos mestres

Dedico este trabalho com todo meu carinho

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus em primeiro lugar, pois ajudou a me manter firme em todos os momentos de minha vida.

À minha querida professora orientadora Sueli Teresa Davantel de Barros por todos estes anos de orientação, amizade, carinho e atenção que foram importantíssimos para o meu desenvolvimento profissional e pessoal.

Aos funcionários do Departamento de Engenharia Química da Universidade Estadual de Maringá pela atenção e disponibilidade em todos os momentos em que era preciso.

Aos meus alunos de iniciação científica Alessa Oliveira, Carina Araki, Marcela Scamatti, Leticia Minorelli e Weigle Carvalho pelo auxílio na realização dos trabalhos e pela amizade depositada.

À amiga Maria Carolina Sérgi Gomes por estar sempre presente, estimulando nos momentos difíceis e também demonstrando todo carinho e amizade.

À minha amiga Maraisa e companheira de estudos e de incansáveis trabalhos.

Ao amigo Plínio Fajardo pelos momentos tão engraçados e que tornavam a convivência diária no laboratório muito especial.

Às minhas amigas Marlize, Karen e Raquel por todos os anos de amizade, que mesmo em alguns momentos de distância sempre estiveram por perto de alguma maneira.

À minha família e meu noivo André Luiz pelo apoio, amor, incentivo e paciência que me fizeram continuar na caminhada.

À CAPES, pela bolsa concedida.

E por todas as pessoas que direta ou indiretamente contribuíram neste trabalho.

CONCENTRAÇÃO DO SUCO DE MARACUJÁ POR OSMOSE INVERSA

AUTOR: CAROLINE CASAGRANDE SIPOLI

ORIENTADORA: PROF^a Dr^a SUELI TERESA DAVANTEL DE BARROS

Dissertação de Mestrado; Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química;
Universidade Estadual de Maringá; Av. Colombo 5790 , Bloco E-46 - 09, CEP 87020-900 - Maringá – PR, Brasil, defendida em 22 de Fevereiro de 2008.

Neste trabalho foi avaliada a concentração do suco de maracujá por osmose inversa. O objetivo foi à obtenção de um suco com sabor e aroma agradáveis e que mantivesse a qualidade físico-química do suco *in natura*, sendo um diferencial dos sucos concentrados pelos processos convencionais.

A polpa de maracujá inicialmente foi centrifugada a 2500 rpm por 30 minutos.

Foram utilizados dois tipos de alimentados nos experimentos de concentração por osmose inversa (OI). Na primeira etapa foi utilizado como alimentado o sobrenadante obtido da centrifugação e foram realizadas experimentos em três pressões de operação 20, 30 e 40 bar.

A outra parte do sobrenadante da centrifugação foi submetida ao tratamento enzimático utilizando a enzima Pectinex fornecida pela empresa Novozymes na concentração de 150 ppm de enzima à 50°C, e realizou-se a clarificação em uma unidade piloto de micro e ultrafiltração que utiliza o princípio de filtração tangencial. A membrana utilizada foi tubular de α -Al₂O₃/TiO₂ (cerâmicas) e a área de filtração de 0,005 m², diâmetro médio de poros de 0,3µm e pressão de 0,5 bar. As condições foram similares às realizados por DOCÊ (2008).

O permeado resultante da microfiltração foi então submetido à osmose inversa nas pressões de 30 e 40 bar.

Deste modo, os experimentos realizados com dois tipos de alimentados na OI foram comparados quanto ao fluxo permeado, fator de concentração e qualidade (características físico-químicas) dos produtos.

A melhor condição obtida foi na pressão de 40 bar utilizando o sobrenadante da centrifugação. O sobrenadante alimentado na osmose inversa tinha 10,7° Brix, e o suco concentrado atingiu 18° Brix com fator de concentração de 1,82. O fluxo médio deste

processo foi de 6,51kg/h.m². Houve rejeição da membrana de praticamente 100% dos compostos do suco (açúcares redutores, ácidos e vitamina C).

Para o processo realizado com o permeado da microfiltração o fluxo médio estabilizado para a pressão de 40 bar foi de 7,13kg/h.m², fator de concentração de 2,21 e Brix final de 20,5°. No entanto a qualidade físico-química do suco concentrado não apresentou valores desejáveis para o teor de vitamina C, açúcar redutor e ácido total, sendo que um dos objetivos da osmose inversa é a retenção e a concentração desses compostos.

O suco obtido a partir da melhor condição na OI, que foi com o sobrenadante da centrifugação na pressão de 40 bar foi submetido à pasteurização e posterior análise microbiológica e sensorial.

Foi possível a partir da pasteurização do suco concentrado em trocador de calor de superfície raspada atender aos parâmetros vigentes da legislação brasileira para sucos.

A análise sensorial realizada no suco a partir do teste de escala hedônica mostrou que 80% dos 50 avaliadores deram nota de 6 a 9 aos sucos testados (industrializado e concentrado por osmose inversa) . De acordo com a análise estatística dos dados não houve diferença significativa entre o suco comercial e concentrado obtido por OI em termos aceitação dos avaliadores analisando como atributo o sabor.

Palavras-chave: maracujá, osmose inversa, microfiltração, clarificação, centrifugação.

CONCENTRATION OF PASSION FRUIT BY OSMOSIS REVERSE**AUTHOR: CAROLINE CASAGRANDE SIPOLI****SUPERVISORS: PROF^a DR^a SUELI TERESA DAVANTEL DE BARROS**

Master Thesis; Chemical Engineering Graduate Program; State University of Maringá; Av. Colombo, 5790, BL E46 - 09; CEP: 87020-900 - Maringá - PR, Brazil, presented on February 22, 2010,

ABSTRACT

In this research was evaluated the concentration of passion fruit juice using reverse osmosis. The objective was to obtain juice fruit with pleasant flavor and aroma that kept the physicochemical quality of natural fruit juice, to being a differential of the juice concentrated by conventional process.

The passion fruit pulp was centrifuged at 2500 rpm per 30 minutes.

Were used two types of feeding in the experiments of concentration per osmosis reversis (OI). The first stage was used with feeding the supernatant gotten by centrifugation and was realized experiments in 3 operational pressure: 20, 30 and 40 bar.

The other part of supernatant was submitted to enzymatic treatment using the enzyme Pectinex provided by the company Novozymes in the concentration of 150 ppm in the temperature of 50°C, and held up the clarification in a pilot unit of micro/ultrafiltration using tangential filtration. Experiments were carried out with Al₂O₃/TiO₂ tubular ceramic membranes with filtration area of 0,005 m², average pore size of 0,3 µm and pressure of 0,5 bar. The conditions used were established by DOCÊ (2008).

The runs were performed with two types of feeding in the OI and compared flux, concentrate factor and quality (physicochemical qualities).

The best condition was in the 40 bar pressure with the supernatant. The feeding in the reverse osmosis was 10,7° Brix and the concentrated juice reached 18° Brix with concentrate factor of 1,82. The media flux of this run was 6,51kg/h.m². The membrane rejected practically 100% the compounds of the juice (sugars, acids and vitamin C).

To the run performed with the permeate by microfiltration the flux media stabilized to the 40 bar pressure was 7,13kg/h.m², concentrate factor of 2,21 and final Brix of 20,5°. However the physicochemical qualities did not presented good values to vitamin C, reducer sugar and total acid, but one of the objectives of reverse osmosis is the retention and concentration these compounds.

From the best condition obtained in the OI, that was with the supernatant in 40 bar (pressure), the juice was submitted to pasteurization and at a later stage microbiological and sensorial analyses.

It was possible from pasteurization of concentrated juice reach the current parameters of Brazilian legislation for juices.

The sensorial analysis realized in the juice, Hedonic Scale, showed that 80% of 50 tasters gave grade between 6 and 9 to the juices tested (industrialized juice and concentrated juice by OI). According to statistics analysis did not have significant difference between industrialized juice and concentrated juice by OI in terms of acceptance of tasters analyzing like parameter the flavor.

Keywords: passion fruit, reverse osmosis, microfiltration, concentration, characteristics physicochemical.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	xii
LISTA DE TABELAS	xiii
1 Introdução	14
1.1 Importância e objetivos do trabalho	14
1.2 Estrutura do trabalho	16
2 Revisão Bibliográfica	17
2.1 Maracujá e mercado	17
2.2 Maracujá no Paraná	19
2.3 Polpas e Sucos de frutas	20
2.3.1 Padrões de qualidade exigidos para a polpa e o suco de maracujá	21
2.4 Processamento de Frutas	22
2.5 Processamento Industrial do Maracujá	25
2.6 Processo de Separação com Membranas	27
2.6.1 Definições	27
2.6.2 Morfologia de membranas	30
2.6.3 Processos que utilizam o gradiente de pressão como força motriz	30
2.6.4 Filtração convencional e em escoamento tangencial	31
2.6.5 Módulos de membranas	32
2.6.6 Fouling e polarização de concentração	34
2.6.7 Microfiltração	35
2.6.8 Osmose inversa	35
2.6.8.1 O modelo osmótico	37
2.7 Tratamento enzimático	39
2.8 Clarificação e concentração de sucos de frutas	40
3 Materiais e Métodos	44
3.1 Matéria prima	45
3.1.1 Pré-Tratamento da Polpa do maracujá	45
3.1.2 Centrifugação	45
3.1.3 Tratamento enzimático	46
3.1.4 Microfiltração	46
3.1.5 Microfiltração e limpeza das membranas	49
3.1.6 Osmose inversa	50
3.1.7 Osmose inversa e limpeza da membrana	53
3.1.8 Pasteurização rápida	53
3.1.9 Métodos analíticos para a caracterização das amostras.	54
3.1.9.1 Brix (Sólidos Solúveis).	55
3.1.9.2 pH	55
3.1.9.3 Açúcares Redutores.	55
3.1.9.4 Vitamina C	55
3.1.9.5 Acidez Total Titulável	55
3.1.9.6 Cor e Turbidez	56
3.1.10 Análise sensorial	56

3.1.11	Análise estatística	56
4	Resultados e Discussões	57
4.1	Centrifugação da polpa do maracujá	57
4.2	Caracterização físico-química da polpa do maracujá e do sobrenadante	57
4.3	Tratamento enzimático	58
4.4	Microfiltração	58
4.5	Caracterização do suco clarificado de maracujá	61
4.6	Osmose inversa	62
4.6.1	Avaliação do módulo de osmose inversa e permeabilidade da membrana	62
4.6.2	Influência da temperatura no fluxo do permeado	63
4.6.3	Análise do desempenho do fluxo na osmose inversa	64
4.6.4	Variação dos sólidos solúveis(°Brix) de acordo com o tempo de processo e fator de concentração	69
4.7	Caracterização dos produtos obtidos	72
4.8	Análise microbiológica do suco pasteurizado concentrado na osmose inversa	74
4.9	Análise sensorial	75
5	Conclusões e Sugestões	78
6	Referências Bibliográficas.	81
7	Anexos	88
7.1	Anexo I	88
7.1.1	Sólidos solúveis (°brix)	88
7.1.2	Açúcares redutores (método do dns - berkeley)	88
7.1.3	Ácido ascórbico ou vitamina c	92
7.1.4	Ácidez Total Titulável	93
7.2	Anexo II	94

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1: Fruta do maracujá.....	17
Figura 2.2: Zoneamento da cultura do maracujá no Estado do Paraná (IAPAR, 2007). 20	
Figura 2.3: Esquema básico de separação com membranas adaptação HABERT <i>et al</i> , (2006).	27
Figura 2.4: Tipos de filtração (a) convencional; (b) tangencial (HABERT, 2006).....	32
Figura 2.5 – Módulo espiral utilizando membranas planas (HABERT <i>et al</i> , 2006)	33
Figura 2.6 – Módulos com membranas tubulares (HABERT <i>et al</i> , 2006).....	34
Figura 2.7: Processo de osmose e osmose inversa (HABERT <i>et al</i> , 2006).....	36
Figura 3.1: Diagrama do processo simplificado para obtenção do suco concentrado....	44
Figura 3.2: Vista frontal do módulo de micro/ultrafiltração	47
Figura 3.3: Vista lateral do módulo de micro/ultrafiltração	47
Figura 3.4: Representação esquemática da unidade experimental de micro/ultrafiltração	48
Figura 3.5: Módulo de Osmose Inversa (Vista Frontal).....	51
Figura 3.6: Módulo de Osmose Inversa (Vista Frontal, todo o sistema).....	51
.....	52
Figura 3.7: Representação esquemática da unidade experimental de osmose inversa... 52	
Figura 3.8: Esquema básico do pasteurizador de superfície raspada	54
Figura 4.1: Gráfico da variação do fluxo de permeado do sobrenadante hidrolisado de maracujá durante a microfiltração. Membrana de 0,3 µm de diâmetro médio de corte, pressão transmembrana de 0,5 bar e temperatura de 25 °C.	59
Figura 4.2: Gráfico da variação do fluxo de água deionizada e do sobrenadante do maracujá concentrado diretamente na OI e também o clarificado do sobrenadante concentrado na OI em diferentes pressões à temperatura de 25° C, valores médios para os primeiros minutos de operação	62
Figura 4.3: Gráfico da Variação de fluxo de água em três pressões diferentes.....	63
Figura 4.4: Gráfico da comparação do fluxo a temperatura no fluxo da OI na pressão de 30 bar	64
Figura 4.5: Gráfico de variação de fluxo na osmose inversa com o sobrenadante obtido da centrifugação na pressão de 20 bar	65
Figura 4.6: Gráfico de variação de fluxo na osmose inversa com o sobrenadante obtido da centrifugação nas pressões de 30 e 40 bar	65
Figura 4.7: Gráfico de variação de fluxo na osmose inversa com o suco de maracujá permeado da microfiltração	66
Figura 4.8: Gráfico de variação de fluxo na osmose inversa com o sobrenadante obtido da centrifugação nas pressões de 30 e 40 bar (segunda repetição).....	66
Figura 4.9: Gráfico de variação de sólidos solúveis por tempo de processo na pressão de 20 bar	69
Figura 4.10: Gráfico de variação de sólidos solúveis por tempo de processo na pressão de 30 e 40 bar (Repetição 1).....	70
Figura 4.11: Gráfico de variação de sólidos solúveis por tempo de processo na pressão de 30 e 40 bar (com suco microfiltrado e segunda repetição para o sobrenadante como alimentado)	70
Figura 4.12: Teor de sólidos solúveis em função do fator de concentração durante a concentração do suco de maracujá nas pressões transmembrana de 30 e 40 bar com diferentes tipos de alimentado: sobrenadante da centrifugação (segunda repetição) e permeado da microfiltração	71
Figura 4.13: Porcentagem de provadores por nota atribuída.....	76
Quadro 01: Resultado da análise de variância.....	76

LISTA DE TABELAS

Tabela 01: Área (ha), produção (1.000 frutos) e produtividade média (frutos/ha) de maracujá no Brasil em 1995.	18
Tabela 02: Área (ha), produção (1.000 frutos), produtividade média (frutos/ha) e participação na produção (%) de maracujá por região fisiográfica do Brasil em 1995..	19
Tabela 03: Composição química do suco de maracujá-amarelo (<i>P. edulis</i> f. <i>flavicarpa</i>).	21
Tabela 04: Características Suco Tropical do maracujá	22
Tabela 05: Características Néctar de maracujá.....	22
Tabela 06: Processos de Separação por Membranas Comerciais.....	29
Tabela 07: Caracterização físico-química da polpa e do sobrenadante do maracujá	57
Tabela 08: Fluxo médio de permeado com água pura e suco hidrolisado.....	59
Tabela 09: Comparação entre as características físico-químicas do suco de maracujá clarificado por MF, obtidas nesse trabalho e por DOCÊ (2008).....	61
Tabela 10:Características do processo de OI (alimentação com suco permeado da microfiltração)	68
Tabela 11:Características do processo de OI (alimentação com sobrenadante da centrifugação)	68
Tabela 12: Características do processo de OI (alimentação com sobrenadante da centrifugação, segunda repetição)	68
Tabela 13: Caracterização físico-química do suco concentrado por OI em diferentes condições de pressão (30, 40 bar), alimentado: permeado da microfiltração.....	72
Tabela 14: Características físico-químicas do suco concentrado por OI em diferentes condições de pressão (20, 30, 40 bar), alimentado: sobrenadante da centrifugação	72
Tabela 15: Resultado da análise microbiológica em comparação com exigência da legislação brasileira	74
Tabela 16: Número de provadores por nota atribuída para o tributo avaliado (Sabor)..	75
Tabela 17:Concentração da curva padrão de Glicose + Frutose (solução 1g/l).	90

1 Introdução

1.1 Importância e objetivos do trabalho

Os consumidores de alimentos industrializados têm se preocupado cada vez mais com a qualidade nutricional e sensorial dos mesmos, demandando produtos nutritivos, saborosos e que não contenham conservantes químicos. Os sucos de frutas tropicais atendem a estes requisitos por serem ricos em vitaminas, sais minerais, açúcares e substâncias antioxidantes, além de proporcionarem sabor e aroma agradáveis. Assim, é necessário que as técnicas de processamento e conservação de sucos sejam eficazes em manter nos produtos processados as características originais das frutas (CIANCI *et al*, 2005).

Com o desenvolvimento de mercados cada vez mais globalizados, a necessidade de diminuição dos custos relacionados à operação logística (embalagem, estocagem e transporte) tornou-se um ponto fundamental para a competitividade dos produtos e a conquista de novos mercados. É neste contexto que os processos de concentração destacam-se como uma importante ferramenta para viabilizar a comercialização, com destaque para as importações e exportações (SÁ *et al*, 2003).

O Brasil é o maior produtor e também maior consumidor mundial de maracujá. Paralelamente ao segmento de frutas frescas, a produção de sucos naturais vem se notabilizando pelo forte crescimento do consumo, inserindo-se os sucos de frutas tropicais, e os sucos cítricos onde o Brasil se destaca no cenário internacional (TODA FRUTA, 2004)

O histórico da produção brasileira de sucos tropicais nos remete a um passado recente, mais precisamente, para o início da década de 60, tendo como referencial um trabalho mais organizado, realizado pela indústria Maguary, localizada no município de Araguari na região do triângulo mineiro no Estado de Minas Gerais. Essa indústria ainda hoje se destaca como a principal produtora de sucos tropicais, mas pode se afirmar que até os dias atuais o principal destaque em volume e financeiramente é dado ao suco do maracujá (TODA FRUTA, 2004).

Os produtores de sucos e pesquisadores a fim de atenderem aos requisitos exigidos por consumidores em busca de produtos de qualidade visam estudar novas tecnologias que produzam sucos com características cada vez mais naturais e que, além disso, melhorem a viabilização da comercialização destes produtos.

A concentração do suco é realizada tradicionalmente, através do uso de temperaturas elevadas. O processamento térmico promove alterações significativas na qualidade sensorial e nutricional do suco, visto que estas características são conferidas por compostos voláteis e por vitaminas, na maioria das vezes termossensíveis (SÁ *et al*, 2003).

O processo de clarificação e concentração de sucos de frutas através de membranas é uma alternativa vantajosa aos processos convencionais, pois é possível manter a qualidade do suco, mantendo características que são degradadas com as altas temperaturas. Outro ponto a ser ressaltado é a economia de energia, fato este muito discutido nos dias atuais.

O projeto e aplicações bem sucedidas de processos de separação com membranas requerem o desenvolvimento de modelos previsíveis quantitativos, os quais relacionam as propriedades dos materiais ao desempenho e eficiência de separação (BARROS, 2002).

GOMES (2006) realizou a concentração do suco de acerola por osmose inversa. A partir do suco de acerola ultrafiltrado realizou-se a osmose inversa em três condições de operação 20, 30 e 40 bar e avaliou-se o fator de concentração, fluxo e características finais do produto, tendo obtido resultados satisfatórios quanto a substituição de processo de concentração de suco utilizando membranas.

Partindo da necessidade de melhoria na eficiência do processo de produção de sucos de frutas o objetivo deste trabalho foi:

- 1) Avaliar a concentração do suco de maracujá partindo de dois tipos de alimentados: sobrenadante obtido da centrifugação e permeado da microfiltração.
- 2) Caracterizar a polpa *in natura*, o sobrenadante e o produto obtido da clarificação por microfiltração assim como os concentrados da osmose inversa a partir de análises físico-químicas e comparar os valores para avaliar a manutenção dessas propriedades ao final do processo
- 3) Comparar a influência da microfiltração e centrifugação sobre os parâmetros: fluxo permeado, fator de concentração das diferentes pressões transmembranas no processo de osmose inversa.
- 4) Realizar análise microbiológica e sensorial do produto obtido a partir da melhor condição analisada em termos de fluxo e também de características do produto obtido

1.2 Estrutura do trabalho

No capítulo 1 foi apresentada a importância do trabalho e os principais objetivos. No capítulo 2 foi feita uma abordagem a respeito do maracujá e o mercado em geral e do maracujá no Paraná para um melhor conhecimento da fruta e do mercado desta no país e no exterior, bem como os processos de produção de suco de frutas convencionais e os processos de clarificação e concentração por membranas. Uma abordagem a respeito dos principais processos de separação por membranas focando principalmente na microfiltração e concentração, especificamente com sucos de frutas. Além disso, estudo dos parâmetros importantes a serem avaliados nos processos de separação com membrana (PSM's) tais como: fluxo, fouling, polarização de concentração, membranas a serem utilizadas para cada determinado tipo de processo, fator de concentração, dentre outros.

O capítulo 3 mostra os materiais e métodos utilizados neste trabalho. A partir de fundamentações teóricas e práticas obtidas em livros e trabalhos já realizados. Serão apresentados os principais materiais e equipamentos, bem como as metodologias de caracterização dos produtos, fluxograma do processo, cálculos realizados, etc.

O capítulo 4 apresentará os resultados obtidos e as discussões dos mesmos. Primeiramente a caracterização da polpa da fruta, em seguida a microfiltração e depois a osmose inversa. Na osmose inversa será feita avaliação das condições de operação, influência da temperatura durante o processo, a análise de fluxo permeado e fator de concentração. Finalizando com a caracterização dos produtos obtidos e análise microbiológica e sensorial do produto obtido da melhor condição analisada.

As conclusões finais, comentários e sugestões serão abordados no capítulo 5.

2 Revisão Bibliográfica

2.1 Maracujá e mercado



Figura 2.1: Fruta do maracujá

O maracujá mostrado na figura 2.1 é uma planta provavelmente originária do Brasil, pertencente à família Passifloraceae. O Brasil conhece o recorde de mais de 150 variedades da fruta. Três espécies são bastante comuns nas regiões Sudeste e Sul: o maracujá-amarelo, o maracujá-roxo e o avermelhado.

A palavra maracujá, de origem tupi, significa “alimento em forma de cuia”, sua denominação em língua inglesa tem tradução literal de fruta da paixão (*passion fruit*) (GONÇALVES *et al*, 2006)

O maracujá é uma planta de clima tropical com ampla distribuição geográfica. A cultura deste está em franca expansão tanto para a produção de frutas para consumo *in natura* como para a produção de suco. O Brasil é o primeiro produtor mundial de maracujá. A espécie mais cultivada é o maracujá amarelo. O maracujá roxo é mais indicado para locais de alta altitude e climas mais frios. (TODA FRUTA, 2006).

Os diversos maracujás existentes podem ser saboreados ao natural. Seus nutrientes e poderes medicinais são diversos. Além de ter um efeito de calmante, e a farinha da casca do maracujá auxilia no tratamento da diabete. Sua casca é rica em uma substância chamada pectina e esta substância dificulta a absorção de carboidratos no sangue (TODA FRUTA, 2009).

A produção brasileira é de 3,4 bilhões de frutos, sendo Pará, Bahia, São Paulo, Sergipe, Ceará, Minas Gerais e Alagoas os maiores produtores (Tabela 01). A área plantada de 38.522 ha coloca o maracujazeiro no rol dos cultivos intermediários em termos de fruteiras, considerando-se citros (900.000 ha), caju(650.000 ha) e banana (600.000 ha), no primeiro escalão, vindo a seguir manga(60.000 ha), abacaxi (43.000 ha) e maracujá (38.522 ha). Por outro lado, observa-se diferenças acentuadas em termos de produtividade, enquanto que São Paulo produz 148.259 frutos/ha e o Rio de Janeiro atinge o patamar mais baixo, com 21.877 frutos/ha. A posição por região fisiográfica confere ao Nordeste a liderança em área e produção em seguida aparece o Norte como mostra a Tabela 02 (CUNHA e CARDOSO, 1998).

O Brasil é o maior produtor mundial de maracujá, vindo a seguir Colômbia, Peru e Equador, sendo a produção mundial de 350.000 t. A apresentação de dados em número de frutos por hectare e em toneladas requer estudos que conduzam à uniformização. Atualmente, adota-se uma relação que considera o peso médio do frutos de maracujá como sendo de 60 g, o que confere ao Brasil uma produção de 201.000 t, aproximadamente 57,4% do total mundial (CUNHA e CARDOSO, 1998).

Tabela 01: Área (ha), produção (1.000 frutos) e produtividade média (frutos/ha) de maracujá no Brasil em 1995.

Estados	Área (ha)	Produção (mil frutos)	Produtividade média (frutos/ha)
Pará	9.705	1.071.754	110.433
Bahia	9.441	582.627	61.712
São Paulo	3.851	570.947	148.259
Sergipe	4.862	387.551	79.710
Ceará	1.771	209.206	118.129
Minas Gerais	2.069	180.017	87.007
Alagoas	1.937	125.094	64.581
Goiás	649	62.560	96.394
Paraná	523	40.156	76.780
Rio de Janeiro	1.563	34.194	21.877
Paraíba	402	33.796	84.070
Espírito Santo	361	19.450	53.878
Santa Catarina	132	16.719	126.659
Pernambuco	335	9.182	27.409
Rondônia	155	8.461	54.587
Amazonas	324	7.820	24.136
Distrito Federal	94	7.697	81.883
Rio Grande do Norte	157	6.391	40.707
Mato Grosso	39	4.120	105.641
Acre	96	2.732	28.458
Mato Grosso do Sul	33	1.090	33.030
Maranhão	10	355	35.500

Tocantins	13	324	24.923
Brasil	38.522	3.382.243	87.800

Fonte: CUNHA & CARDOSO (1998)

Tabela 02: Área (ha), produção (1.000 frutos), produtividade média (frutos/ha) e participação na produção (%) de maracujá por região fisiográfica do Brasil em 1995.

Região Fisiográfica	Área (ha)	Produção (mil frutos)	Produtividade Média (frutos/ha)	Participação na Produção (%)
Norte	10.293	1.091.091	106.003	32,26
Nordeste	18.915	1.354.202	71.594	40.04
Centro-Oeste	815	75.467	92.598	2,23
Sudeste	7.844	804.608	102.576	23,79
Sul	655	56.875	86.832	1,68
Brasil	38.522	3.382.243	87.800	100,00

Fonte: CUNHA & CARDOSO (1998)

2.2 Maracujá no Paraná

Antigamente a cultura do maracujá no interior do Estado do Paraná era tida como secundária e atualmente está se transformando em cultura rentável no Centro-Oeste do Paraná.

De acordo com informações do Departamento de Economia Rural (Deral), órgão vinculado à Seab, a produção de maracujá no Paraná, em 2002, foi de pouco mais de 13 mil toneladas em uma área de 914 hectares. Os números de 2003 ainda não foram divulgados. No entanto, na região de Campo Mourão, em 2003, a área de cultivo atingiu 178 hectares e uma produção de 4,2 mil toneladas (REVISTA GLOBO RURAL, 2004).

O município de Corumbataí do Sul é o maior produtor de maracujá do Paraná. Em 2007, o produto foi classificado em uma pesquisa realizada pela Companhia de Entrepósitos e Armazéns Gerais de São Paulo (Ceagesp) como o maracujá que possui a melhor coloração, tamanho e melhor brix (JORNAL TRIBUNA DO INTERIOR, 2009).

Na Figura 2.2 é apresentado o zoneamento da cultura do maracujá no Estado do Paraná, segundo o IAPAR (2007). De acordo a CEAGESP (1997), 87% da produção nacional de maracujá amarelo é do Estado de São Paulo, 4,6% da Bahia, 3,5% do Pará, 1,5% do Espírito Santo, 1,3% do Paraná e os restantes 2,1% de outros Estados, citado

em OLIVEIRA (2008). Dentre a produção paranaense o município de Corumbataí é responsável por 51%.

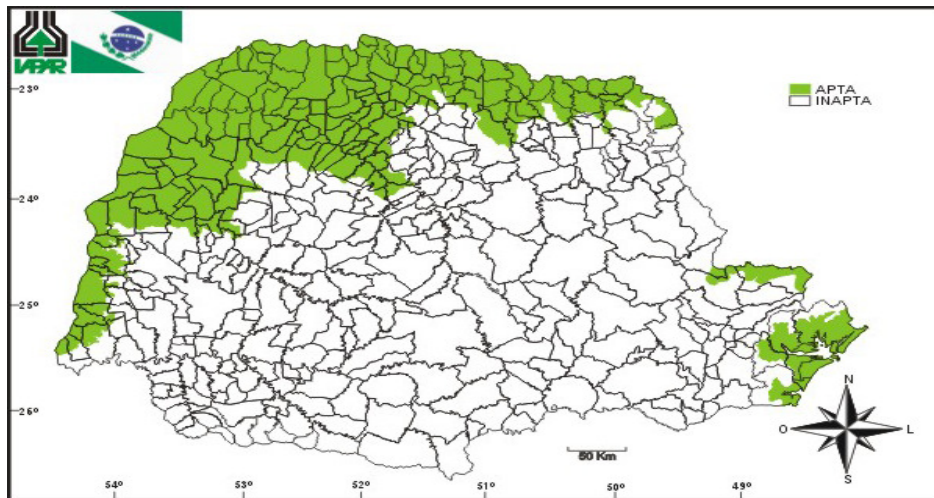


Figura 2.2: Zoneamento da cultura do maracujá no Estado do Paraná (IAPAR, 2007)

2.3 Polpas e Sucos de frutas

O suco de fruta é o líquido límpido ou turvo extraído de fruta, através de processo mecânico adequado, não fermentado, de cor, sabor e aroma característicos da fruta do qual ele é extraído. (EMBRAPA/SEBRAE, 1997). Não podem conter sabor ou odores estranhos. Podem ser estabilizados a partir de tratamentos físicos ou químicos ou conter algum aditivo autorizado, que tem o objetivo de garantir a conservação deste e também garantir ao consumidor características agradáveis. A partir de alguns processos os sucos de frutas podem ser concentrados, retirando até 50% de sua água.

2.3.1 Padrões de qualidade exigidos para a polpa e o suco de maracujá

Na Tabela 03 a seguir é possível observar a composição química do suco de maracujá amarelo:

Tabela 03: Composição química do suco de maracujá-amarelo (*P. edulis* f. *flavicarpa*).

<i>Composição do suco</i>	<i>Havaí</i>	<i>Índia</i>
Umidade (%)	84,94	81,5
Sólidos totais (%)	15,06	18,5
Sólidos solúveis (%)	-----	14,5
Proteínas (%)	0,67	-----
Matérias graxas (%)	0,18	-----
Açúcares totais (%)	-----	6,7
Açúcares redutores (%)	-----	1,6
Fibra (%)	0,17	-----
Cinzas (%)	0,49	-----
pH	-----	2,82
Acidez (%)	-----	6,0
Calorias (kcal)	53	-----
Carboidratos totais (%)	13,72	-----
Cálcio mg/100g	3,8	-----
Fósforo mg/100g	24,6	-----
Ferro mg/100g	0,36	-----
Vitamina A (microgramas/100g)	2410	-----
Tiamina mg/100g	Traços	-----
Riboflavina mg/100g	0,101	-----
Niacina mg/100g	2,24	-----
Ácido ascórbico mg/100g	20	12,6

Fonte: MEDINA *et al.* 1980.

O Suco Tropical de Maracujá de acordo com a Legislação Brasileira pode ser definido (BRASIL, 2001):

- O Suco Tropical de Maracujá é a bebida não fermentada, obtida pela dissolução, em água potável, da polpa do maracujá (*Passiflora*, ssp), por meio de processo tecnológico adequado.

- Néctar de Maracujá é a bebida não fermentada, obtida da dissolução, em água potável, da parte comestível do maracujá (*Passiflora*, spp) e açúcares, destinado ao consumo direto, podendo ser adicionado de ácidos.

As Tabelas 04 e 05 mostram as características exigidas para estes tipos de bebidas citados acima:

Tabela 04: Características Suco Tropical do maracujá

	Não adoçado Min	Adoçado Min
Polpa de Maracujá (g/100g)	50,00	12,00
Sólidos solúveis em ⁰ Brix a 20 ⁰ C	6,00	11,00
Acidez total expressa em ácido cítrico (g/100g)	1,25	0,27
Açúcares totais (g/100g)	--	8,00

Fonte: Instruções Normativas (BRASIL, 2001).

Tabela 05: Características Néctar de maracujá

	Mínimo
Suco ou polpa de Maracujá (g/100g)	10,00
Sólidos solúveis em ⁰ Brix a 20 ⁰ C	11,00
Acidez total expressa em ácido cítrico (g/100g)	0,25
Açúcares totais (g/100g)	7,00

Fonte: Instruções Normativas (BRASIL, 2001).

2.4 Processamento de Frutas

A busca por alimentos que apresentem características muito mais especiais do que as normais para a alimentação é uma tendência mundial na atualidade (IBRAF, 2008). Por causa da demanda referente a esses produtos, a indústria tem investido intensamente em tecnologia para a formulação de novos ingredientes e aditivos responsáveis por características funcionais, evitando a adição de conservantes químicos que depreciam a imagem funcional do produto. Do mesmo modo, o mercado de embalagens e de tecnologia de processamento tem inovado para se adequar às exigências impostas por esses novos produtos (CAMARGO *et al.*, 2007).

O conceito moderno de qualidade envolve, além das características dos frutos, os processos utilizados na produção e na comercialização. A qualidade das frutas e de

seus produtos pode ser definida por diversos fatores que podem ser citados como: o tamanho, peso, cor textura, sólidos solúveis, acidez, fatores nutritivos (minerais, vitaminas, água, etc.), fatores toxicológicos e de qualidade sanitária. Bem como podem ser considerados: a apresentação e homogeneidade do produto, facilidade de consumo, tipo de embalagem (CANTILLANO *et al*, 2001).

No conceito deste mercado, os processadores de frutas, em especial os fabricantes de bebidas têm procurado inovar, lançando produtos à base de sucos de frutas naturais, concentrados, bebidas isotônicas, procurando assim maximizar o valor agregado, reduzir custos e otimizar os seus processos na busca de tecnologias mais limpas de produção (GOMES *et al*, 2004)

Da produção brasileira de maracujá, 53% é destinada ao consumo interno *in natura* e 46% para a indústria de sucos e derivados (NETO, 2002).

Um amplo uso do maracujá é feito por processamento comercial. Sucos são preparados como suco integral concentrado, ao natural ou congelado. Frequentemente, o suco é utilizado para saborear misturas de outros sucos de frutas. Bebidas carbonatadas têm sido preparadas de suco de maracujá (MEDINA *et al*, 1980). A produção e comercialização mundial de frutas encontram-se em uma fase de grande expansão, em função dos progressos tecnológicos atingidos em nível de produção e pós-colheita. Somam-se a estes fatores as mudanças no comportamento e hábitos alimentares da população (CEPLAC, 2007).

Os processos de separação, como clarificação e concentração de sucos, tem papel fundamental na qualidade por eles requerida. O processo convencional de clarificação de sucos de frutas, além de demorado (12-36 horas), requer coadjuvantes de filtração e diversas etapas que acabam envolvendo muitos equipamentos e movimentação do produto. Em consequência disto há uma elevação dos custos, principalmente devido ao uso de energia, podendo ainda ocorrer perda da qualidade do produto (CHERYAN e ALVAREZ, 1995).

O suco de maracujá caracteriza-se pela complexidade de aromas voláteis e sabor exótico. A pasteurização constitui o método de conservação mais usual do suco, porém o alto conteúdo de amido dificulta a troca de calor e pode provocar a sua gelatinização. Além disso, o suco é submetido à altas temperaturas que podem reduzir seu sabor de fresco devido à termossensibilidade dos compostos aromáticos (PAULA *et al*, 2004).

A microfiltração pode ser aplicada para pasteurizar e clarificar sucos de frutas e bebidas, reduzindo o tempo de processamento e produzindo um suco de qualidade superior aos convencionais.

A produção e comercialização de diferentes tipos de sucos de frutas, visa atender às necessidades e exigências do mercado consumidor, uma vez que, para cada um deles devem ser mantidos certos padrões. Por exemplo, no suco de laranja, a turbidez é desejável, enquanto que para os de uva e maçã devem ser normalmente límpidos. A turbidez nos sucos é devido à presença de substâncias em suspensão neles contidas, tais como lipídios, amido, celulose, taninos e principalmente pectinas (BARROS, 2002).

A turbidez dos sucos tem diversas origens e mesmo aqueles já clarificados, a desenvolvem durante o período de estocagem. Como a pectina e o amido são os polissacarídeos mais importantes responsáveis pela turbidez, devem ser removidos para assegurar limpidez ao produto, quando esta for desejada (BARROS, 2002).

A concentração de sucos por evaporação é o processo mais utilizado. Os processos convencionais apresentam como principais desvantagens o elevado consumo de energia e a alteração no sabor e aroma do suco, conferindo, em muitos casos um sabor de cozido, resultando em muitas perdas na produção e levando os pesquisadores à procura de novos métodos de concentração que preservem as características do suco fresco.

De acordo com GURAK *et al* (2007) os processos com membranas são, atualmente, uma alternativa aos métodos clássicos de separação e concentração de sucos e bebidas, pois são realizados sob condições amenas, permitindo a manutenção da qualidade nutricional e sensorial dos produtos, além de minimizar custos energéticos.

As indústrias de sucos de frutas têm desenvolvido complexas essências, cuidado no controle de processos e técnicas de mistura (*blending*) para produzir uma boa qualidade de suco concentrado que é aceitável para os consumidores, mas ainda é facilmente distinguível do suco fresco. Muitos esforços têm sido realizados para desenvolver métodos de melhoramento do processo tais como: concentração a frio, concentração por sublimação e membranas (micro/ultrafiltração e osmose inversa) no processo de concentração de sucos (KÖSEÓGLU *et al*, 1990). A alternativa mais promissora é a concentração por membranas (JIAO *et al*, 2004).

2.5 Processamento Industrial do Maracujá

O maracujá industrializado no Brasil é o da variedade amarela, sendo seus principais produtos o suco e a polpa. O suco é o principal produto industrial obtido a partir do maracujá, principalmente nas formas integral (com cerca de 13° Brix), concentrado (com cerca de 50° Brix) e pronto para beber (KURODA, 2003).

A principal forma de comercialização do suco de maracujá para exportação é o suco concentrado congelado (cerca de 50° Brix, a -18° C), não apresentando a fruta fresca destaque no mercado mundial (KURODA, 2003).

O suco de maracujá é um produto de acidez conferida, predominantemente, pelo ácido cítrico, e o aroma resultante da presença de aproximadamente 60 diferentes compostos voláteis. Devido à acidez elevada e ao aroma acentuado, o suco de maracujá é normalmente diluído para o consumo, seja isolado ou em combinação com outros tipos de frutas.

Para a obtenção do suco, em uma primeira etapa se faz a extração da polpa. Após a obtenção da polpa, o processamento de suco de frutas basicamente é realizado através de etapas de inativação enzimática, prensagem, refino ou clarificação, desaeração, pasteurização, formulação, envase e armazenamento (VARNAN e SUTHERLAND, 1994 citado em SANTIM, 2004).

Dentro do processo de produção do suco de frutas algumas etapas podem ser substituídas pelos processos de separação por membranas. A clarificação do suco de frutas e pasteurização pode ser substituída pela micro/ultrafiltração e pode ser utilizada para redução da carga microbiana etapa correspondente à pasteurização e a etapa de concentração pode ser realizada por osmose inversa evaporação osmótica.

O tratamento térmico ou pasteurização é uma operação fundamental no processo de suco de maracujá, não só por sua importância na qualidade e conservação do produto final, mas também pelos cuidados que exige, em termos da manutenção das propriedades organolépticas do suco (KURODA, 2003).

O tratamento térmico do suco de maracujá, integral ou pronto para beber, tem por finalidade básica a eliminação de microorganismos deteriorantes e de enzimas naturalmente presentes no fruto. O tratamento térmico normalmente consiste na pasteurização do produto, a temperaturas superiores a 90° C (geralmente 95-96° C), por períodos de tempo de cerca de 30-40 segundos. Os equipamentos normalmente utilizados são trocadores de placas ou trocadores tubulares (KURODA, 2003).

É importante ressaltar que o tempo e a temperatura de tratamento podem variar, dependendo do produto final a ser obtido, das etapas efetuadas anteriormente (se o suco já sofreu inativação enzimática, o tratamento térmico visa apenas a estabilidade microbiológica) e da contaminação inicial do produto. Tratamentos muito severos (altas temperaturas e/ou tempos prolongados) devem ser evitados, por estarem associados a perdas de aroma e geralmente conferirem sabor “cozido” ao suco.

Dependendo do tipo de produto final desejado, o suco requer uma etapa de clarificação. A clarificação convencional envolve a utilização de coadjuvantes como albumina, gelatina, caseína, quitosana ou bentonita, que tem por objetivo melhorar o processo de filtração e clarificação. A utilização de preparados enzimáticos específicos que atuam sobre as fibras e pectinas tem sido cada vez mais difundida, pois o tratamento enzimático hidrolisa a pectina e celulose, reduzindo a viscosidade e turbidez do suco. Além disso, a hidrólise das pectinas libera oligômeros solúveis e ácidos galacturônicos, carregados negativamente, que podem combinar-se bem com cátions, formando complexos e conseqüentemente flocos, facilitando a sedimentação e filtração (VARNAM e SUTHERLAND, 1994 citado em SANTIM, 2004). A clarificação de suco de frutas, quando realizada através de processos com membranas, apresenta como vantagem a obtenção de um suco de qualidade nutricional e sensorial superior ao obtido pelos métodos tradicionais, além de ser estável microbiologicamente, devido à pasteurização a frio (RODRIGUES, 2002 citado em SANTIM, 2004).

A concentração do suco antes de ser armazenado constitui, muitas vezes, uma alternativa vantajosa em termos de redução de custos de estocagem e transporte, uma vez que consiste, basicamente, na retirada de água do produto. Antes de ser concentrado, o suco deve ser necessariamente submetido à etapa de pasteurização, para redução da carga microbiológica inicial (KURODA, 2003).

O tipo de equipamento utilizado para concentração, bem como o tempo de processo, dependem da viscosidade do produto, estando esta relacionada ao teor de polpa e composição do suco (quantidade de pectina, amido, etc.). No caso de sucos menos viscosos, geralmente se utilizam concentradores de filme, placas ou de centrifuga térmica. Os sucos de maior viscosidade, por sua vez, são normalmente concentrados em equipamentos rotativos. O tempo e a temperatura de exposição do suco de maracujá durante o processo de concentração sejam os menores possíveis (geralmente se opera a 45-50°C), em função da sensibilidade do produto ao calor. A concentração a baixas temperaturas é possível com a utilização a vácuo (KURODA, 2003).

2.6 Processo de Separação com Membranas

2.6.1 Definições

A partir do início da década de 1970, em adição aos processos clássicos de separação como destilação, filtração, absorção, troca iônica, centrifugação, extração por solvente, cristalização e outros, surge uma nova classe de processos que utilizam membranas sintéticas como barreira seletiva. As membranas surgem como uma tentativa de se imitar membranas naturais, em particular quanto as suas características únicas de seletividade e permeabilidade (HABERT *et al*, 2006).

“De uma maneira geral, uma membrana é uma barreira que separa duas fases e que restringe total ou parcialmente o transporte de uma ou várias espécies químicas presentes nas fases”. (HABERT *et al*, 2006).

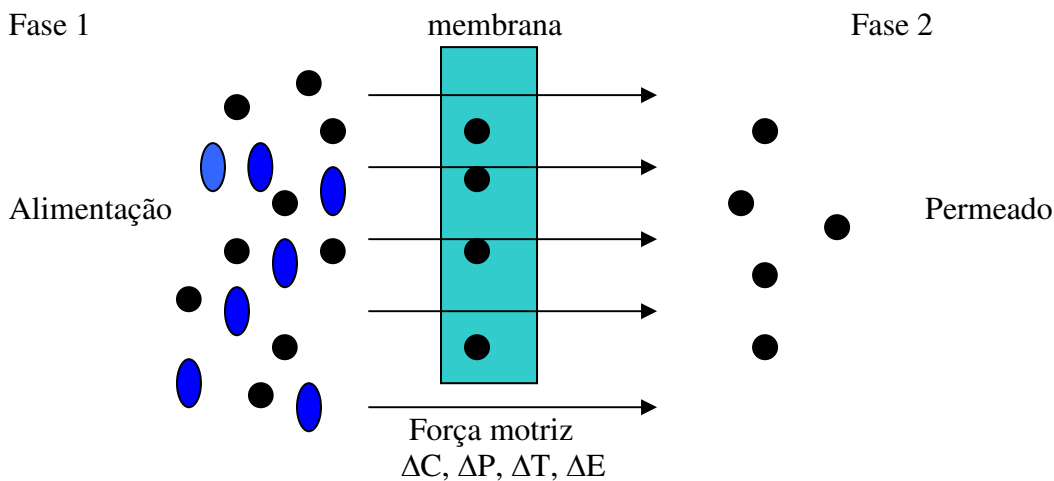


Figura 2.3: Esquema básico de separação com membranas adaptação HABERT *et al*, (2006).

A Figura 2.3 acima mostra o esquema básico de separação com membranas, onde uma espécie é separada da outra.

Para que ocorra o transporte de uma espécie através de uma membrana é necessário a existência de uma força motriz agindo sobre a mesma. Os processos comerciais de separação com membrana utilizam como força motriz o gradiente de potencial químico e/ou o gradiente de potencial elétrico. Como os processos com membranas são, em sua grande maioria, atérmicos, o gradiente de potencial químico pode ser expresso apenas, em termos de gradiente de pressão e de concentração (pressão parcial). Em função da morfologia da membrana e do tipo de força motriz empregada, o

transporte das diferentes espécies através da membrana pode ocorrer tanto pelo mecanismo de convecção, como pelo mecanismo de difusão, (HABERT et al, 2006).

De acordo com SCOTT e HUGHES (1996) uma membrana pode ser caracterizada por dois termos simples, fluxo e seletividade, que são definidas por:

Fluxo ou taxa de permeação: volume do fluido que permeia através da membrana por unidade de área da membrana.

Seletividade (para solutos e partículas em líquidos e gases): retenção da fração de soluto na alimentação retida pela membrana.

As exigências de separação nos processos industriais são muitas, entretanto, elas podem ser classificadas resumidamente em duas áreas, aquelas em que os materiais estão presentes em várias fases e aquelas em que as espécies estão dissolvidas em uma única fase. Membranas podem ser utilizadas para alcançar ambos os tipos de separação através da habilidade de realizar uma ou mais das seguintes funções:

- Mudar a composição de uma solução;
- Quimicamente ou fisicamente modificar as espécies que permeiam
- Impedir a permeação de certas espécies;
- Regular a permeação de certas espécies;
- Conduzir corrente elétrica.

Em muitos casos os processos de separação por membranas (PSM) são mais rápidos, mais eficientes e mais econômicos do que as técnicas convencionais de separação. No PSM a separação é realizada em temperatura ambiente, permitindo dessa maneira que soluções sensíveis à temperatura sejam tratadas sem seus constituintes serem danificados ou alterados quimicamente. Isto é importante em indústrias de alimentos, de remédios e biotecnológicas onde produtos sensíveis a temperatura tem de ser processados (BAKER *et al*, 1990).

Na Tabela 06 podemos visualizar os principais processos de separação por membranas comerciais (HABERT *et al*, 2006):

Tabela 06: Processos de Separação por Membranas Comerciais

Processo	Força Motriz	Material Retido	Material que Permeia	Aplicações
Microfiltração (MF)	ΔP (0,5-2 atm)	Material em suspensão, bactérias. Massa molar >500kDa (0,01 μm).	Água e sólidos dissolvidos	Esterilização bacteriana; clarificação de vinhos e cervejas; concentração de células; oxigenação de sangue.
Ultrafiltração (UF)	ΔP (1-7 atm)	Colóides, Macromoléculas. Massa molar >5000Da	Água (solvente), sais solúveis de baixa massa molar.	Fracionamento/concentração de proteínas, recuperação de pigmentos/ óleos.
Nanofiltração (NF)	ΔP (5-25 atm)	Moléculas de massa molar. Média $500 < MM < 2000\text{Da}$	Águas, sais e moléculas de baixa massa molar.	Purificação de enzimas; biorreatores a membrana.
Osmose Inversa (OI)	ΔP (15-80 atm)	Todo material solúvel em suspensão.	Água (solvente)	Dessalinização de águas; concentração de suco de frutas; desmineralização de águas.
Diálise (D)	ΔC	Moléculas de massa molar >5000Da	Íons e orgânicos de baixa massa molar.	Hemodiálise; rim artificial; recuperação de NaOH.
Eletrodialise (ED)	ΔE	Macromoléculas e compostos não iônicos	Íons	Concentração de soluções salinas; purificação de águas.
Permeação de Gases (PG)	$\Delta P \rightarrow \Delta C$	Gás menos permeável.	Gás mais permeável.	Recuperação de hidrogênio; separação de CO_2/CH_4 ; fracionamento do ar.
Pervaporação (PV)	Pressão de vapor	Líquido menos permeável	Líquido mais permeável	Desidratação de álcoois; eliminação de VOC da água.

Fonte: HABERT et al, 2006.

STRATHMANN (1999) relata que o desenvolvimento do mercado de membranas é determinado por: custos de energia, exigência de qualidade de certos produtos, necessidade de proteção do meio ambiente, novas terapias médicas e é claro desenvolvimento de membranas e processos melhores.

2.6.2 Morfologia de membranas

De maneira geral pode-se classificar as membranas em duas grandes categorias: densas e porosas. A partir da característica da superfície da membrana que está em contato com a solução a ser separada é que é definida a utilização de uma membrana densa ou porosa.

Tanto as membranas densas como as porosas podem ser isotrópicas ou anisotrópicas, ou seja, podem ou não apresentar variações características morfológicas ao longo de sua espessura. (HABERT *et al*, 2006).

As membranas anisotrópicas se caracterizam por uma região superior muito fina ($\approx 1 \mu\text{m}$), mais fechada (com poros ou não), chamada de pele, suportada em uma estrutura porosa. Quando ambas as regiões são constituídas por um único material a membrana é do tipo anisotrópica integral. Caso materiais diferentes sejam empregados no preparo de cada região a membrana será do tipo anisotrópica composta (HABERT *et al*, 2006).

2.6.3 Processos que utilizam o gradiente de pressão como força motriz

Em geral os objetivos dos processos de separação que utilizam gradiente de pressão como força motriz é: purificar soluções diluídas, concentrar ou fracionar soluções aquosas na maioria das vezes. Estes processos são conhecidos como: microfiltração, ultrafiltração, nanofiltração e osmose inversa.

Membranas de microfiltração (MF), com porosidade nominal entre 0,1 e 0,2 μm e as membranas de ultrafiltração (UF), com porosidades entre 1.000 a 100.000 Dalton são utilizadas para a separação de partículas. As membranas de separação molecular são as membranas de nanofiltração (NF), porosidade nominal entre 200 e 1.000 Dalton e as membranas de osmose inversa (OI), com porosidade menor que 200 Dalton (SCHNEIDER e TSUTIYA, 2001)

Os processos de microfiltração, ultrafiltração, nanofiltração e osmose inversa podem ser entendidos como uma extensão dos processos de filtração clássica, que utilizam, nesta seqüência, meios filtrantes (membranas) cada vez mais fechados, ou seja, com poros cada vez menores. No caso da osmose inversa admite-se mesmo que não existam poros na superfície da membrana. Membranas mais “fechadas” oferecem maior resistência à transferência de massa. Assim, para que seja possível obter fluxos permeados economicamente viáveis, é necessário aumentar a pressão de operação, quando se vai da microfiltração para a osmose inversa (HABERT *et al*, 2006).

Nanofiltração (NF) é similar à osmose inversa, e sua faixa de separação está entre a UF e OI, separando solutos de menores pesos moleculares (açúcares, etc.) As membranas de NF tipicamente possuem baixa rejeição ao sódio, embora possuam altas rejeições a íons bivalentes, como magnésio e cálcio. Os sistemas de nanofiltração geralmente operam com pressões menores do que na osmose inversa, mas produzem maiores fluxos de água (SCOTT e HUGHES, 1996).

2.6.4 Filtração convencional e em escoamento tangencial

O processo de filtração convencional é operado em fluxo frontal. Neste procedimento o fluxo é perpendicular ao filtro. Ultrafiltração geralmente é realizada com fluxo tangencial, com o fluxo paralelo a superfície do filtro. A microfiltração é realizada em ambos os modos de operação (CHERYAN e ALVAREZ, 1995).

De acordo com HABERT *et al* (2006) uma solução sendo processada no modo frontal, o permeado passa através da membrana e o soluto, ou os materiais em suspensão são retidos, acumulando-se na superfície da membrana. Trata-se de um modo de operação fundamentalmente transiente, uma vez que a concentração do soluto próximo à membrana aumenta com o tempo. No caso da microfiltração, por exemplo, de maneira análoga ao que ocorre na filtração clássica, este acúmulo pode-se traduzir na formação de depósito ou de uma torta de filtração.

No caso da filtração tangencial o escoamento paralelo limita o acúmulo do material retido sobre a mesma, tornando possível uma operação do sistema em condições de regime estabelecido de transferência de massa. Em outras palavras, o fluxo do permeado pode permanecer constante com o tempo, mas em um valor menor do que o obtido com o solvente puro, na mesma pressão de operação, uma vez que o aumento da concentração das espécies retidas próximo a superfície da membrana provoca uma

resistência adicional à transferência de massa do solvente (HABERT *et al*, 2006). A Figura 2.4 a seguir mostra os dois tipos de filtração existentes (convencional e tangencial).



Figura 2.4: Tipos de filtração (a) convencional; (b) tangencial (HABERT, 2006)

2.6.5 Módulos de membranas

O módulo é o elemento básico de um sistema de membrana que congrega todas as estruturas necessárias para viabilizar a operação da membrana como unidade de separação. Um módulo contém membranas, estruturas de suporte da pressão, do vácuo ou da corrente elétrica aplicados ao sistema e canais de alimentação e de remoção do permeado e do concentrado (GOMES, 2006).

Os módulos podem ser dispostos em único passo, recirculação, em série ou paralelo, baseado nas considerações econômicas e parâmetros técnicos como a manutenção, limpeza, área disponível, necessidade de substituição das membranas, etc (MULDER, 1991).

Os principais tipos de módulos de membranas são: espiral e placa –quadro que possuem geometria plana e tubular, capilar e fibra-oça que possuem geometria cilíndrica.

O modelo quadro-e-placa é similar aos filtros convencionais. O módulo quadro-e-placa é caracterizado por uma série de membranas paralelas separadas por espaçadores e suportes. a alimentação ocorre simultaneamente a todas membranas. O permeado é coletado em um canal de coleta (BAKER *et al*, 1990). O concentrado é retirado por um duto central.

O módulo tubular consiste de um tubo de suporte poroso, que é revestido na superfície interna com a membrana seletiva (solução polimérica). O tubo poroso pode ser de material cerâmico ou um tipo de papel poroso (non-woven). Este suporte é acoplado dentro de tubos de aço ou plásticos forte que são capazes de suportar a pressão aplicada. Os módulos de quadro-placa e tubulares eram amplamente utilizados, porém foram largamente substituídos por módulos de fibra-oca, espiral e capilar que são mais baratos de serem produzidos (BAKER *et al*, 1990).

Membranas capilares e de fibra-oca são similares, diferenciando apenas no diâmetro da fibra utilizada (BAKER *et al*, 1990).

A divisão entre fibras e capilares é baseada no diâmetro, ou seja, considera-se fibra quando o diâmetro externo for inferior a 0,5 mm, e capilar quando diâmetro externo se situar na faixa de 0,5 a 3,0 mm. A principal vantagem desta geometria é o fato das fibras dispensarem um suporte, o que reduz significativamente o custo de produção do módulo. Membranas capilares têm sido utilizadas nos processos de ultrafiltração e pervaporação, enquanto para fibras ocas são mais empregadas nos processos de diálise (incluindo hemodiálise), osmose inversa e permeação de gases (HABERT *et al*, 2006).

Os módulos em espiral são originalmente desenvolvidos para aplicações de osmose inversa, mas atualmente são utilizadas na ultrafiltração assim como em processos de separação de gases. O modelo espiral mais comum consiste de um módulo de membrana que é enrolado em torno de um duto central perfurado, para qual o permeado escoa. O módulo é colocado dentro de um vaso de pressão, e a solução de alimentação circula axialmente para baixo através da membrana.

As Figuras 2.5, 2.6, mostram ilustrações de modelos de instalações de módulos de membranas utilizados neste trabalho.

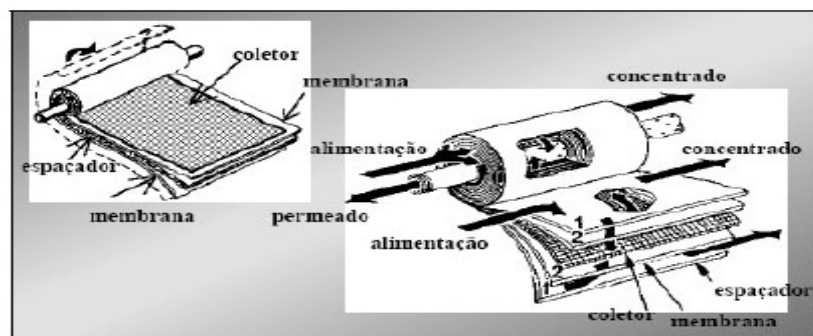


Figura 2.5 – Módulo espiral utilizando membranas planas (HABERT *et al*, 2006)

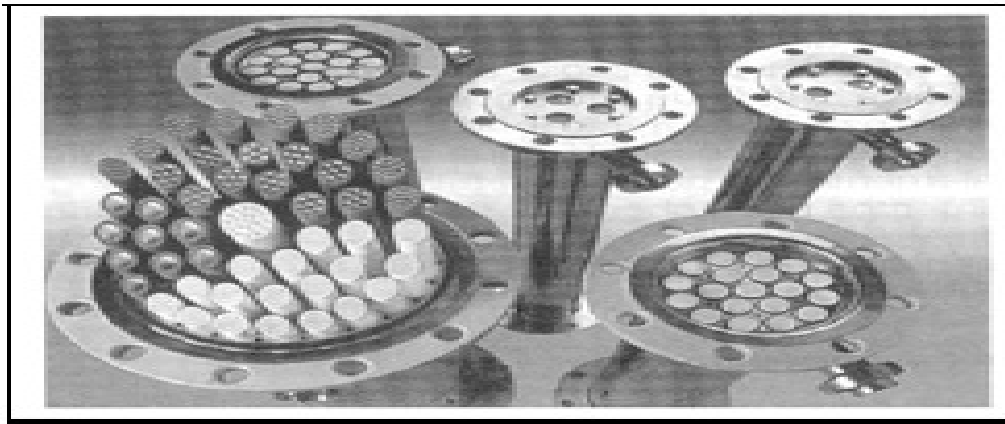


Figura 2.6 – Módulos com membranas tubulares (HABERT *et al*, 2006)

2.6.6 *Fouling e polarização de concentração*

Fouling pode ser definido como o efeito da diminuição de fluxo que não pode ser revertido enquanto o processo está sendo realizado. Um aumento da concentração e viscosidade, ou a diminuição da velocidade do fluido, ou, em algumas faixas de operação, pressão, irão causar um declínio no fluxo (CHERYAN e ALVAREZ, 1995).

As membranas são seletivas, de modo que permite somente a passagem de alguns solutos, desta maneira haverá acúmulo dos solutos rejeitados pela membrana. Em consequência disto formar-se-á uma camada concentrada na interface da mesma que oferecerá uma resistência adicional à transferência de massa. Este fenômeno é denominado polarização concentração.

A polarização de concentração é fortemente afetada pelas condições de escoamento da alimentação, quantificadas pelo número de Reynolds (Re). À medida que se aumenta a velocidade tangencial da alimentação à espessura da região polarizada irá diminuir. Como consequência, o nível de polarização diminui e o fluxo de permeado aumenta (HABERT *et al*, 2006).

Os efeitos do fouling se caracterizam por um declínio irreversível do fluxo com o tempo de operação, quando todos os parâmetros, assim como pressão transmembrana, taxa de transferência, temperatura e concentração de alimentação são mantidos constante. Geralmente o fouling da membrana ocorre com a deposição e o acúmulo de partículas na superfície da membrana e nos poros da membrana (CHERYAN, 1998).

Muitos estudos são feitos a respeito da polarização de concentração e o fouling e pode-se analisar que o processo de fouling ocorre posteriormente ao de polarização de

concentração. Inicia-se a deposição de soluto rejeitado pela membrana e forma-se uma camada deste soluto na superfície da membrana, em seguida com a pressão exercida sobre a membrana faz com que o soluto entre nos poros desta.

2.6.7 Microfiltração

Microfiltração refere-se ao processo de filtração que utiliza membranas porosas para separar particular em suspensão com diâmetros em 0.1 and 10 μm . A microfiltração encontra-se na faixa das membranas entre a ultrafiltração e os filtros convencionais (BAKER *et al*, 1990).

As aplicações da microfiltração basicamente são na separação de macromoléculas e materiais coloidais de soluções e algumas aplicações são citadas a seguir:

- Esterilização: produtos farmacêuticos, na indústria de biotecnologia e também a esterilização de ar (alimentação de biorreatores que operam fermentações aeróbicas.
- Clarificação: vinhos, cervejas, e sucos;
- Purificação de águas e efluentes;
- Substituição do processo de filtração convencional, que se utiliza terra diatomácea para auxiliar na filtração.
- Indústria de eletrônicos: água ultrapura para manufatura de componentes eletrônicos (BAKER *et al*, 1990);
- Tratamento de água potável.

2.6.8 Osmose inversa

O processo de osmose inversa é utilizado quando se deseja reter solutos de baixa massa molar, tais como: açúcares e sais inorgânicos. É por este motivo que as membranas de osmose são mais fechadas, apresentando maior resistência à permeação e, conseqüentemente, pressões de operações mais elevadas do que as utilizadas na MF e UF (HABERT *et al*, 2006).

O nome osmose inversa é dado devido ao fato de que o fluxo permeado é contrário ao fluxo osmótico normal (HABERT *et al*, 2006). A figura 2.7 exemplifica o processo de osmose inversa.

Quando uma membrana semipermeável (permeável somente ao solvente) separa uma solução de um determinado soluto do solvente puro, ou de uma solução de menor concentração, haverá um fluxo de solvente no sentido solvente puro para a solução, ou da solução diluída para a solução concentrada. Isso ocorre porque a presença do soluto ocasiona uma queda no potencial químico do solvente na solução, provocando um gradiente de potencial químico entre os dois lados a membrana (HABERT *et al*, 2006).

O fluxo de solvente continua neste sentido até que o equilíbrio seja estabelecido. Em se tratando de solvente puro este equilíbrio jamais pode ser atingido por igualdade de concentração, uma vez que a membrana é impermeável ao soluto. No entanto, a medida que o solvente passa para a solução aumenta a pressão no lado da solução. Desta forma, pode-se chegar a uma situação onde a queda do potencial químico do solvente devido a presença do soluto é equivalente ao aumento de pressão do sistema. Nesta situação não haverá mais força motriz para o transporte do solvente no sentido solvente puro para solução, ou da solução diluída para a solução concentrada. Considera-se, então, que o equilíbrio osmótico foi atingido. A diferença de pressão entre os dois lados a membrana é definida como sendo a diferença de pressão osmótica ($\Delta\pi$) (HABERT *et al*, 2006).

Ao se aplicar pelo lado da solução mais concentrada uma diferença e pressão entre as duas soluções, $\Delta P > \Delta\pi$, o potencial químico do solvente na solução concentrada será maior do que o potencial químico do solvente puro ou do solvente na solução mais diluída. A consequência é uma inversão no sentido do fluxo osmótico, ou seja, o solvente escoar do lado da solução concentrada para o lado do solvente puro (HABERT *et al*, 2006).

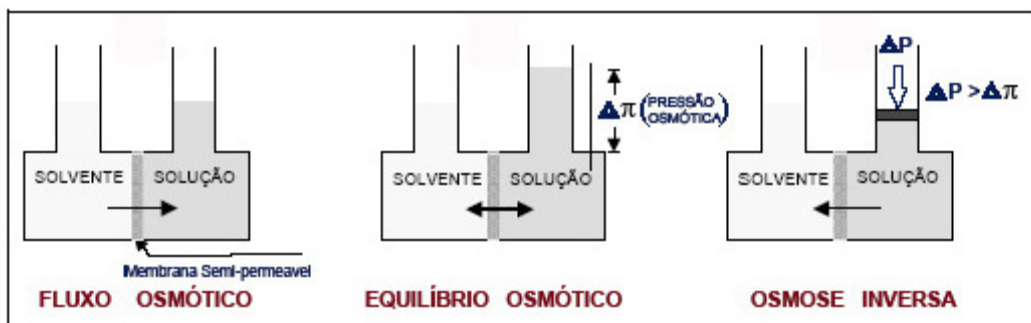


Figura 2.7: Processo de osmose e osmose inversa (HABERT *et al*, 2006)

A osmose pode ser utilizada nos seguintes processos:

- Dessalinização de águas;
- Tratamento de águas, obtenção de água ultrapura;
- Tratamento de águas duras;
- Em indústrias alimentícias.

A osmose inversa também pode ser utilizada em combinação com outros processos de separação por membrana tais como: ultrafiltração, pervaporação, estilação e também processos clássicos de separação.

2.6.8.1 O modelo osmótico

Nos processos de separação com membranas, o modelo osmótico admite que a queda de fluxo, em relação ao fluxo do solvente puro, observada quando se trabalha com uma solução é devido, fundamentalmente, à pressão osmótica do soluto na solução, nas condições de operação do sistema. O fluxo do permeado da solução seria, então, equivalente ao fluxo do permeado do solvente puro, caso o sistema fosse operado a uma pressão, ou diferença de pressão efetiva, equivalente a (HABERT *et al*, 2006):

($\Delta P - \Delta \pi$) sendo que:

$$\Delta \pi = [\pi(C_m - C_p)]$$

Ou seja, $\Delta \pi$ é a diferença entre a pressão osmótica de uma solução em contato com a membrana (que se encontra numa concentração C_m de soluto) e a pressão osmótica da solução permeada (a uma concentração C_p do soluto).

O fluxo do permeado pode ser escrito por:

$$J = \frac{1}{\mu \cdot R_m} (\Delta P - \Delta \pi) \quad \text{Equação 01}$$

$$J = L_p (\Delta P - \Delta \pi) \quad \text{Equação 02}$$

Temos que:

J: fluxo do permeado através da membrana;

μ : viscosidade do permeado;

R_m : resistência da membrana;

L_p : permeabilidade constante, pode ser calculada pela permeabilidade da água através da membrana.

GOMES (2006) ressalta que nos processos de separação com membranas o modelo osmótico admite que a queda de fluxo, em relação ao fluxo do solvente puro, observada quando se trabalha com uma solução, é devido, fundamentalmente, à pressão osmótica do soluto na solução, nas condições de operação do sistema. O fluxo permeado da solução seria, então, equivalente ao fluxo permeado do solvente puro, caso o sistema fosse operado a uma pressão, ou a uma diferença de pressão efetiva, equivalente a : $(\Delta P - \Delta \Pi)$

Ou seja, ΔP é a diferença de pressão aplicada através da membrana e $\Delta \Pi$ é a diferença da pressão osmótica entre o retido e o permeado na parede da membrana, ou seja, é a diferença entre a pressão osmótica de uma solução em contato com a membrana que se encontra numa concentração C_m do soluto e a pressão osmótica da solução permeada a uma concentração C_p do soluto e pode ser definido como:

$$\Delta \pi = \pi(C_m) - \pi(C_p) \quad \text{Equação 03}$$

Onde C_m e C_p são as concentrações de ambos os lados da membrana.

Em algumas membranas de osmose inversa o C_p pode ser excluído, pois é muito baixo, devido a alta rejeição aos solutos. Desta maneira define-se a seguinte equação:

$$J = L_p [\Delta P - \pi(C_m)] \quad \text{Equação 04}$$

L_p pode ser calculado dessa maneira a partir do fluxo de permeado de água deionizada pela equação simplificada, sendo que $\pi(C_m) = 0$:

$$L_p = J / \Delta P \quad \text{Equação 05}$$

L_p na equação 05 pode ser definida pela permeabilidade hidráulica que é uma característica que qualifica a membrana.

2.7 Tratamento enzimático

Para melhorar a eficiência da microfiltração de sucos de frutas tem sido avaliada a introdução da etapa de hidrólise enzimática do produto. Tal etapa visa degradar os sólidos em suspensão e hidrolisar macromoléculas solúveis, reduzindo a viscosidade e o teor de polpa (PAULA *et al*, 2004).

A utilização de enzimas pode aumentar os rendimentos e auxiliar na clarificação do suco de uma ampla gama de frutas. As enzimas degradam a pectina ou paredes celulares, permitindo que mais suco seja extraído por tonelada de fruta. Em alguns casos, a adição de outros complexos de enzimas, tais como as pectinases e celulases, podem também resultar na melhoria dos rendimentos de suco e na melhor extração da cor, possibilitando a oferta de um produto nobre (SANTIM, 2004).

BARROS (2002) cita que os pré-tratamentos utilizando enzimas conferem um aumento acentuado aos fluxos de permeado obtidos nos processos de clarificação por UF dos sucos de frutas. A diminuição do fluxo se deve ao entupimento da membrana por complexos de altas massas moleculares como as pectinas. As enzimas pectinase, celulase e hemicelulase são muito usadas no processamento de sucos para aumentar o rendimento dos mesmos, degradando polissacarídeos estruturais que interferem na extração, filtração, clarificação e concentração de sucos.

De acordo com a NOVOZYMES (2009) (empresa que trabalha no ramo da produção de enzimas) as enzimas são utilizadas em uma ampla gama de diferentes aplicações para a indústria de Sucos. As enzimas auxiliam o processamento aumentando o rendimento do suco de fruta e mantendo as frutas intactas através do processamento mecânico. Vários sucos derivados de frutas tropicais como manga e abacaxi se beneficiam das enzimas utilizadas durante o seu processamento. O suco de cenoura é um bom exemplo de como as enzimas atuam em problemas como baixo rendimento de suco, ausência de cor, baixa estabilidade de sucos turvos e baixos conteúdos de beta-carotenos.

As principais aplicações do tratamento enzimático são:

- Recuperação de óleos essenciais;
- Tratamento de suco cítrico turvo;
- Tratamento do macerado: fruta com caroço;
- Tratamento de suco: fruta com caroço;
- Limpeza de membrana;

- Processamento de fruta tropical e frutas com caroço;
- Inversão do açúcar.

2.8 Clarificação e concentração de sucos de frutas

A tecnologia de separação por membranas pode ser uma alternativa à conservação e clarificação de sucos de frutas (CHERYAN *et al*, 1998) já que é considerada uma tecnologia limpa que não gera resíduos, não utiliza conservantes químicos, sendo adequada ao processamento de sucos de frutas orgânicas.

A microfiltração pode ser utilizada para a remoção de microorganismos, resultando em um produto esterilizado, sem que este tenha sido submetido a tratamento térmico, muitas vezes indesejado, por resultar em perdas na qualidade do produto, uma vez que os constituintes responsáveis pelo seu sabor, aroma e cor são termossensíveis (SILVA *et al*, 2005)

O suco integral é separado em duas frações, ou seja, a polpa fibrosa concentrada e a fração clarificada isenta de polpa e de microorganismos (PAULA *et al*, 2004).

A qualidade superior do suco clarificado de maracujá pode ter um forte impacto em novas áreas de comercialização, tal como: sucos de blends clarificados, licores e produtos relacionados, refrigerantes carbonatados e em todas aplicações onde sólidos suspensos têm negativo efeito na qualidade do produto final (VAILLANT *et al*, 1999).

O suco de maracujá é comercializado no mundo todo, principalmente pelo seu agradável e único aroma e sabor. Entretanto, o sabor do suco de maracujá é extremamente sensível a mudanças resultantes de processos utilizando calor (VAILLANT *et al*, 1999).

PRATO (2003) constatou que a atividade enzimática durante a ultrafiltração causa redução das moléculas de pectina, que tendem entupir os poros da membrana de 0,10mm, e ainda resulta em um melhor índice de qualidade do permeado para acerola filtrada. Este índice refere-se à diminuição da pectina, turbidez e teor de polpa e ao aumento da vitamina C e açúcares no suco.

SÁ *et al* (2003) realizaram a clarificação do suco de abacaxi e posteriormente a concentração por osmose inversa. Primeiramente o suco de abacaxi foi tratado enzimaticamente com duas preparações de enzimas comerciais, com o intuito de

diminuir a viscosidade aparente do suco. O suco hidrolisado foi microfiltrado em um sistema de membranas tubulares com tamanho de poro de $0,3\mu\text{m}$ a uma pressão de 2 bar. O fluxo inicial médio foi de 232L/h.m^2 , e sofreu uma redução de 52% nos cinco primeiros minutos de processo. O fluxo estabilizado foi de 110L/h.m^2 .

A concentração foi realizada em uma unidade de osmose inversa do tipo quadro e placas em três pressões de operação (20, 40 e 60 bar). Foram obtidos fatores de concentração iguais a 2,1; 3,6 e 4,5 e teores sólidos solúveis de 16,2; 26,3 e $30,7^\circ$ Brix.

MATTA *et al* (2004) estudaram o tratamento enzimático seguido da microfiltração e concentração do suco de acerola. A enzima utilizada foi Pectinex Ultra SP-L, a clarificação foi conduzida em unidade de ultra/microfiltração composta por três membranas tubulares de polietersulfona. O módulo de osmose inversa era composto por membranas de filme composto. A microfiltração reduziu bolores e leveduras, tornando o suco adequado para consumo. A concentração do suco clarificado permitiu a obtenção de um suco com 7° Brix até $29,2^\circ$ Brix. A vitamina C foi mantida do suco integral para o clarificado e no concentrado o teor de vitamina C aumentou até 4,2 vezes.

CIANCI *et al* (2005) clarificaram e concentraram o suco de caju. A polpa foi submetida ao tratamento enzimático e o suco hidrolisado foi conduzido a um sistema de microfiltração composto por uma membrana tubular de polietersulfona, com diâmetro de poro de $0,3\mu\text{m}$. O permeado obtido da clarificação foi concentrado em uma unidade de osmose inversa do tipo quadro e placas, com membranas planas de filme composto. A enzima utilizada proporcionou um aumento no fluxo de até 40%. O fator de concentração na microfiltração foi de 2,8. Na osmose evidenciou-se a drástica redução de fluxo ao longo do processo. Além disso, a hidrólise enzimática não alterou as características do suco.

VAILLANT *et al.* (2005) clarificaram e concentraram o suco de melão e obtiveram um alto fluxo de permeado (75L/hm^2). O suco de melão clarificado e concentrado pode ser comercializado e as características físico-químicas e nutricionais da fruta foram mantidas ao longo do processo, com exceção dos carotenóides e sólidos em suspensão.

SILVA *et al* (2005) submeteram suco de maracujá orgânico ao processo de microfiltração associado ao tratamento enzimático utilizando-se 150 ppm de Pectinex Ultra SPL, 300 ppm de Biopectinase e 40 ppm de α -amilase, a $30^\circ\text{C}/60$ minutos. Concluiu-se que o processo de microfiltração (MF) promove a completa remoção da

polpa em suspensão no suco permeado, resultando em um suco límpido e clarificado, todavia a membrana reteve compostos responsáveis pela cor e valor nutricional do produto. Foi possível conservar durante 28 dias, sob refrigeração, o suco de maracujá orgânico processado, confirmando-se a capacidade de retenção de microrganismos, na membrana de MF e sua eficiência como método de conservação. O refresco de maracujá obtido a partir do suco de maracujá orgânico microfiltrado teve boa aceitabilidade por consumidores.

GOMES (2006) concentrou o suco de acerola por osmose inversa em três pressões diferentes 20, 30 e 40 bar. A polpa de acerola foi tratada com enzima Citrozym Ultra L, a 45°C por 1 hora e ultrafiltrada na pressão de 3 bar em membrana cerâmica de 0,1 µm, posteriormente concentrou-se o suco clarificado nas pressões já citadas.

A melhor condição obtida foi na pressão de 40 bar na temperatura de 25°C. A partir de um suco clarificado com 8,46 °Brix e teor de 1761,2 mg/100g de vitamina C, e obteve-se um concentrado (OI) com 19,46 °Brix e 4103,6/100g de vitamina C. Além disso, GOMES (2006) concluiu que a membrana de osmose inversa rejeitou 100% de açúcares, ácidos e vitamina C.

GURAK (2007) concentrou o suco de uva por osmose inversa em três pressões e temperaturas diferentes e constatou que a permeabilidade do suco foi sempre menor que a da água em todas as temperaturas testadas. Além disso, assim como no suco de maracujá o fluxo aumenta com o aumento da temperatura e a pressão mínima para que ocorresse o processo era de 20 bar. A melhor condição de processo foi a partir do maior valor de fluxo permeado: 40 e 60° C. O fator de concentração foi de 1,9 e o teor de sólidos solúveis atingiu 28,5° Brix.

O suco de abacaxi centrifugado foi concentrado por COUTO *et al* (2007) e o fluxo de permeado inicial obtido foi 20L/h.m², o fator de concentração volumétrico 2,5 e o teor de sólidos solúveis 25,4° Brix. O processo foi conduzido na temperatura ambiente de 25° C e pressão transmembrana de 40 bar. De acordo com o autor o processo de osmose inversa conduzindo em regime batelada mostrou-se ser eficaz na concentração parcial do produto, visto que as indústrias concentram sucos de frutas a 60° Brix, sendo assim a osmose inversa pode ser utilizada como uma etapa de pré-concentração do suco de abacaxi.

JESUS (2007) *et al* concentraram o suco de laranja por osmose inversa em um módulo de osmose inversa do tipo quadro e placa. Foram avaliadas e 3 pressões transmembranas (20, 40 e 60 bar). Os fatores de concentração e sólidos solúveis para as

respectivas pressões foram de 2,3; 3,8 e 5,8 e 16, 28 e 36° Brix. O teor de vitamina C aumentou nos sucos concentrados obtidos. A análise do suco reconstituído com a diluição do suco concentrado mostrou que existiram perdas no aroma e no sabor quando comparado ao suco fresco de laranja.

Em um segundo experimento foram avaliados alguns atributos sensoriais no suco reconstituído obtido por dois processos de concentração: osmose inversa e evaporação térmica. Concluiu-se que o suco concentrado por OI teve melhor sabor preservado.

DOCÊ (2008) estudou a clarificação por microfiltração em membrana tubular cerâmica e fibra oca da polpa de maracujá pré-tratada. Foram avaliadas a influência das condições operacionais (concentração do tratamento enzimático, pressão transmembrana e tipo de membrana). Utilizou-se as concentrações de 150 e 300ppm da enzima Pectinex Ultra SP-L e pressões de 0,5 e 1,0 bar nas duas membranas. Para a membrana tubular a melhor condição obtida foi na concentração enzimática de 150 ppm e 0,5 bar e para a membrana de fibra oca, a concentração de 300ppm e 1,0 bar de pressão. Nestas condições obteve-se permeados de qualidade em relação à quantidade de vitamina C com ótima clarificação (alta redução da turbidez, cor e absorvância) grande retenção de pectina e polpa na membrana. Além disso, estas condições operacionais apresentaram os maiores fluxos de permeados para cada tipo de membrana. Estes resultados foram utilizados neste trabalho para obtenção do suco permeado da microfiltração utilizado posteriormente na osmose inversa.

Para avaliar a aplicabilidade da osmose inversa na concentração de suco de cassis, PAP *et al* (2009) utilizou um módulo com membranas tubulares de poliamida. Para a descrição do processo utilizou-se o modelo de resistências, levando em consideração o fouling e polarização de concentração. O suco de cassis é conhecido pelo alto valor de sais minerais, vitamina C, P, B₁ e B₂ e também vitamina A. Neste trabalho realizou-se pré-tratamentos com enzimas diferentes, porém o suco era diretamente submetido a concentração e não a uma micro/ultrafiltração para posterior concentração, como é observado na maioria dos casos. Não houve variação significativa entre os dois tipos de enzima em termos de fluxo. E o maior fluxo observado foi de 20L/h.m² e brix de 28,2°.

3 Materiais e Métodos

Este trabalho foi dividido em duas partes. Primeiramente a polpa foi centrifugada e uma parte do sobrenadante foi submetida à osmose inversa em três pressões diferentes. Em uma segunda etapa realizou-se um tratamento enzimático com a outra parte do sobrenadante e o sobrenadante hidrolisado foi microfiltrado em condições similares as realizadas por DOCÊ (2008). Concentrou-se então o permeado da microfiltração na osmose. A pasteurização foi realizada apenas com o suco concentrado da primeira etapa, pois a qualidade (caracterização físico-química) do produto final na segunda etapa não apresentou valores desejáveis.

Na Figura 3.1 tem-se uma representação esquemática das etapas do processo.

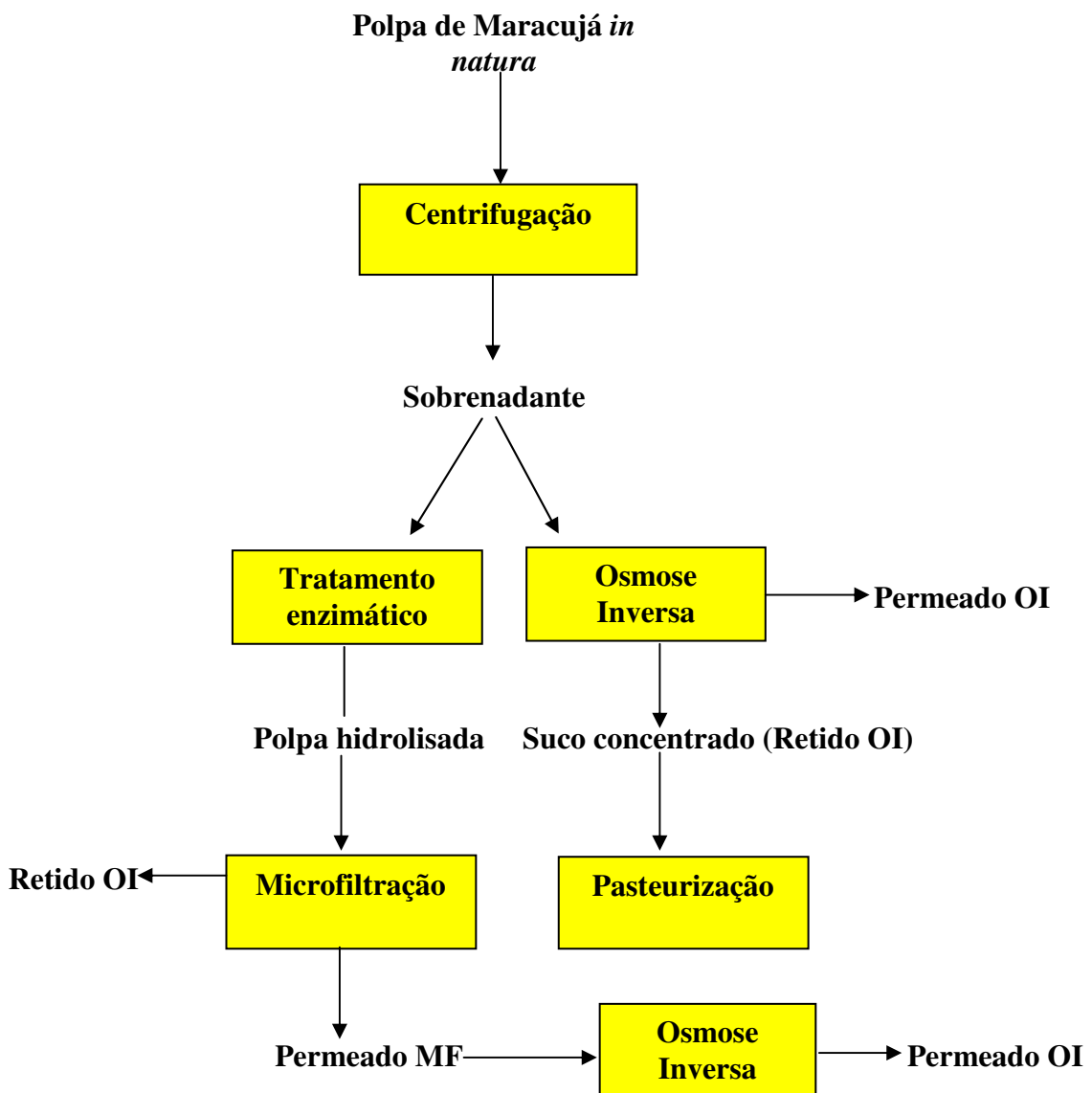


Figura 3.1: Diagrama do processo simplificado para obtenção do suco concentrado

3.1 Matéria prima

A polpa integral foi fornecida por uma empresa da região de Maringá, em embalagens de 100 g em cada pacote de 1 Kg e manteve-se em refrigeração a -8°C. A polpa a ser utilizada na centrifugação era retirada um dia antes do processo e mantida em geladeira até o total descongelamento.

3.1.1 Pré-Tratamento da Polpa do maracujá

Verifica-se que pré-tratamentos no alimentado do processo de ultrafiltração e microfiltração, como reações químicas e enzimáticas, centrifugação, pré-filtração, etc., são essenciais para diminuir o *fouling* na membrana, já que os sucos de frutas despulpados são ricos em partículas insolúveis e em materiais em suspensão (GOMES, 2006), este comportamento pode ser verificado também na osmose inversa, que apesar de não ocorrer o *fouling*, porque a membrana pode ser considerada densa (não apresenta poros), pode acontecer à chamada polarização de concentração.

3.1.2 Centrifugação

A centrifugação é um pré-tratamento essencial para a polpa do maracujá, pois retira grande parte das partículas insolúveis e materiais em suspensão. A polpa foi descongelada e centrifugada em centrífuga C312 marca JOUAN a 2500 rpm por 30 minutos. Após a centrifugação tem-se o sobrenadante e o sedimentado (corpo de fundo). Uma parte do sobrenadante foi encaminhado diretamente para a osmose inversa (OI) e a outra para o tratamento enzimático e posteriormente microfiltração e concentração na osmose inversa.

A eficiência na centrifugação foi calculada pela Equação 06:

$$E = \frac{m_s * 100}{m_p} \quad \text{Equação 06}$$

Temos que:

E = eficiência da centrifugação;

m_s = massa de sobrenadante obtida na centrifugação em Kg;

m_p = massa de polpa antes da centrifugação em Kg.

3.1.3 Tratamento enzimático

O tratamento enzimático foi realizado de acordo com a descrição de DOCÊ (2008) e na melhor condição obtida. O objetivo do tratamento enzimático é melhorar as condições reológicas do suco, proporcionando melhoria no fluxo durante a microfiltração.

Cada batelada realizada na microfiltração aproximadamente 3,5 L de sobrenadante, era descongelado e acondicionado em um béquer de plástico de 4L e submetido ao tratamento com enzima. A enzima utilizada foi Pectinex Ultra SP-L fornecida pela empresa Novozymes e a concentração desta de 150 ppm na temperatura de 50°C sob agitação constante e incubação em banho termostático (aparelho provido de um recipiente no qual um fluído é mantido em temperatura estável, controlada através de um termostato) disponível no laboratório de processos de separação II.

Depois de uma hora o sobrenadante tratado enzimaticamente foi retirado do banho termostático e enviado diretamente para a microfiltração.

3.1.4 Microfiltração

Os experimentos de clarificação foram realizados na unidade piloto de ultrafiltração NETZSCH, modelo 027.06-1C1/07-0005/AI, disponível no laboratório de processos de separação do DEQ (Departamento de Engenharia Química da UEM), que utiliza os princípios da filtração tangencial com membrana (velocidade tangencial máxima de 4,17 m/s) e que está apresentado nas Figuras 3.2 e 3.3 e no esquema da Figura 3.4 a seguir.



Figura 3.2: Vista frontal do módulo de micro/ultrafiltração

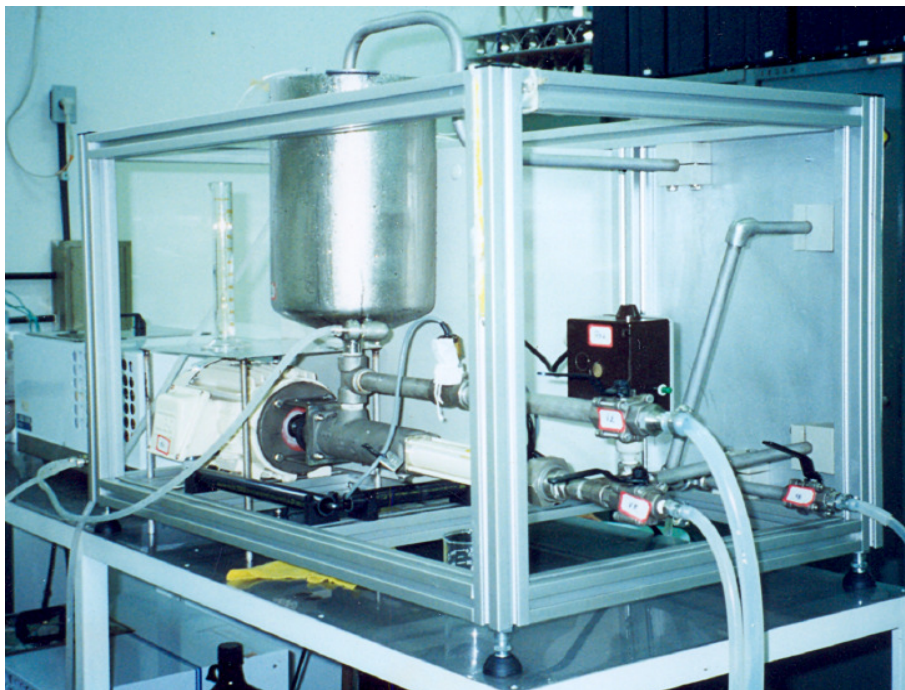


Figura 3.3: Vista lateral do módulo de micro/ultrafiltração

O sistema de alimentação do módulo experimental é composto por um reservatório com capacidade de 5 litros, em aço inoxidável, com camisa dupla e uma bomba de deslocamento positivo com inversor de frequência, que permite a operação em diferentes vazões, ou seja, possibilita variar a velocidade tangencial de filtração. A instrumentação é composta de dois indicadores de pressão (manômetros) e um

rotâmetro para indicação de vazão da bomba de alimentação. Os dispositivos de segurança presentes na unidade são um pressostato, que limita a pressão de operação da bomba, e um dispositivo contra trabalho a seco da bomba.

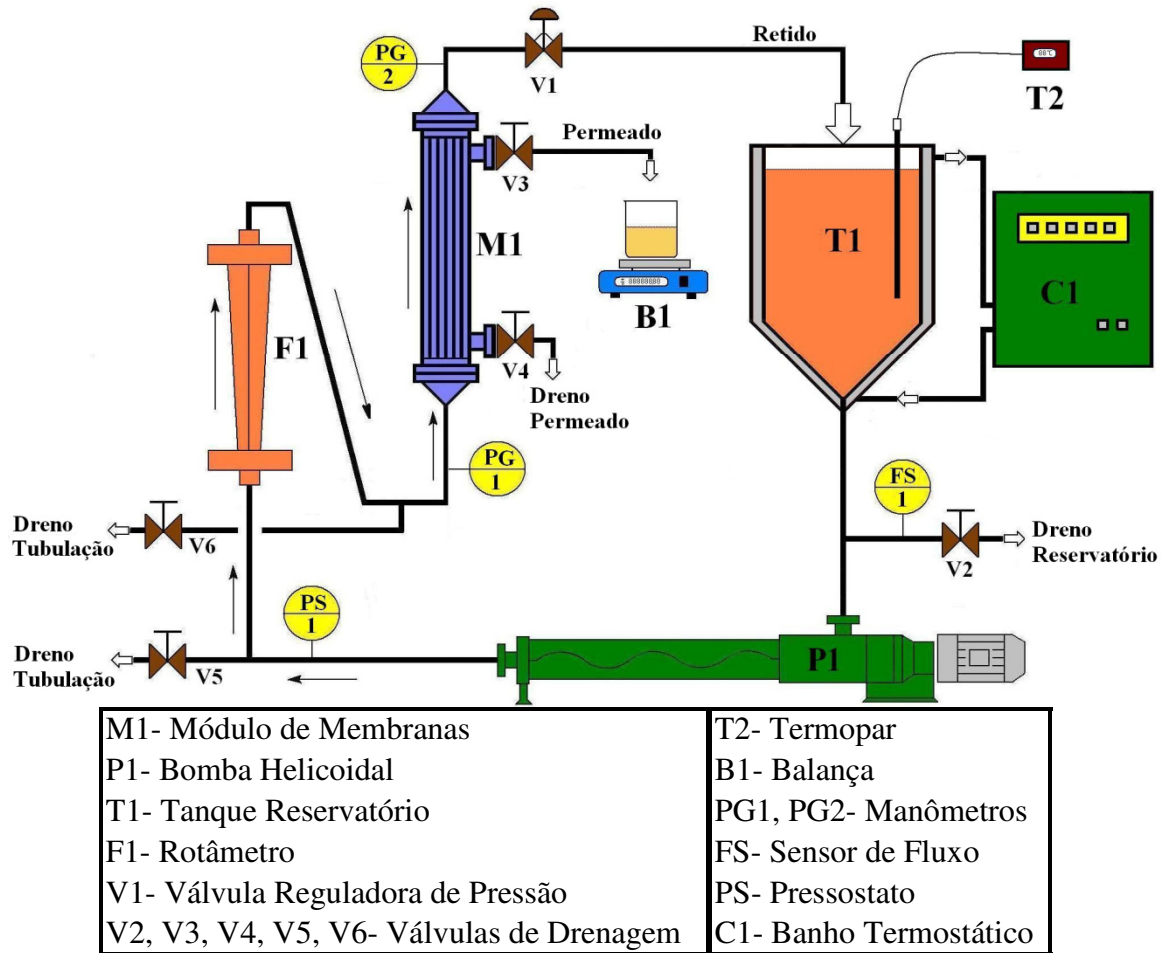


Figura 3.4: Representação esquemática da unidade experimental de micro/ultrafiltração

No esquema da Figura 3.4 o tanque de alimentação é T1 e a bomba P1 envia o sobrenadante tratado enzimaticamente até o rotâmetro F1 e em seguida passa por M1 que é o módulo de membranas, na entrada e na saída do módulo de membranas encontram-se manômetros para o controle de pressão. O permeado é retirado a partir da válvula V3 e o retido retorna ao tanque de alimentação. O controle de temperatura é feito a partir de um banho termostático ligado a T1 e um termopar T2 para medida desta.

A membrana cerâmica usada nos experimentos é de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ (Shumacher GmbH-Ti 01070) adquirida da empresa NETZSCH, tipo tubular, com comprimento de

250 mm, diâmetro de 7mm e área de filtração de 0,005 m² e porosidade de 0,3µm foi instalada em um módulo de aço inoxidável, fixado à tubulação por meio de flanges.

O sobrenadante tratado enzimaticamente foi submetido a ensaios de microfiltração na pressão de 0,5 bar e temperatura 25°C conforme descrito por DOCÊ (2008) na melhor condição obtida.

Cada batelada foi utilizada 3,5L de sobrenadante, sendo realizados experimentos até a obtenção de quantidade suficiente de permeado para a realização dos experimentos na OI (15 litros cada corrida).

Realizava-se em balança semi-analítica (BG 4000 - Gehaka) a coleta de massa de permeado em função do tempo para análise de fluxo durante o experimento. Para o cálculo de fluxo foi utilizada a Equação 06:

$$J_{perm} = \frac{m_p}{A.t} \quad \text{Equação 07}$$

Sendo que:

J_{perm} = fluxo permeado estabilizado, kg/h.m²;

m_p = massa de permeado coletada, Kg;

A = área de permeação da membrana, m²;

t = tempo de microfiltração, h.

3.1.5 Microfiltração e limpeza das membranas

Após cada batelada de microfiltração o módulo era limpo de acordo com um procedimento padrão. Inicialmente era enxaguado com água limpa até a retirada total do suco e posteriormente recirculava-se solução de NaOH 0,8% durante uma hora na temperatura de 50°C. Enxaguava-se o módulo novamente com água até que retornasse o pH original da água, o último enxágüe era realizado com água deionizada.

A limpeza da membrana era realizada em banho ultrassônico com solução de NaOH 1% e enxágüe com água deionizada. De acordo com GOMES (2006) foi avaliada a permeabilidade hidráulica da membrana para que um parâmetro de limpeza pudesse ser estabelecido. Após cada ciclo de regeneração foi medido o fluxo com água deionizada, garantindo a reprodutibilidade dos experimentos.

3.1.6 Osmose inversa

A membrana utilizada na Osmose Inversa, disponível no laboratório de processos de separação II (LPS II), foi em espiral de filme composto, modelo BW30-2514 da FILMTEC com rejeição de 99% solução de NaCl, 2.000 ppm de soluto a 15,5 bar, 25°C e pH=7. A pressão e a temperatura máxima suportada pela membrana são, respectivamente 41 bar e 45°C, com área de 1,3 m², altura de 355,6 mm e diâmetro de 63,5 mm. A vazão máxima de recirculação é de 23 L/min.

As pressões utilizadas foram de: 20, 30 e 40 bar. Realizou-se dois ensaios para cada pressão na OI com o sobrenadante da centrifugação, ou seja, uma única repetição, devido a necessidade de uma quantidade muito grande de suco alimentado. E com o permeado da microfiltração realizou-se dois experimentos na OI nas pressões de 30 e 40 bar, o fluxo obtido na microfiltração foi um fator limitante na realização destes experimentos.

Utilizou-se dois banhos termostatizados para a manutenção da temperatura, um para recircular água no tanque de alimentação e o outro na linha de retido para recircular no trocador de calor. Estes banhos eram mantidos na temperatura de aproximadamente 10°C adicionando gelo durante todo o experimento.

A seguir as Figuras 3.5 e 3.6 apresentam o módulo de osmose inversa:

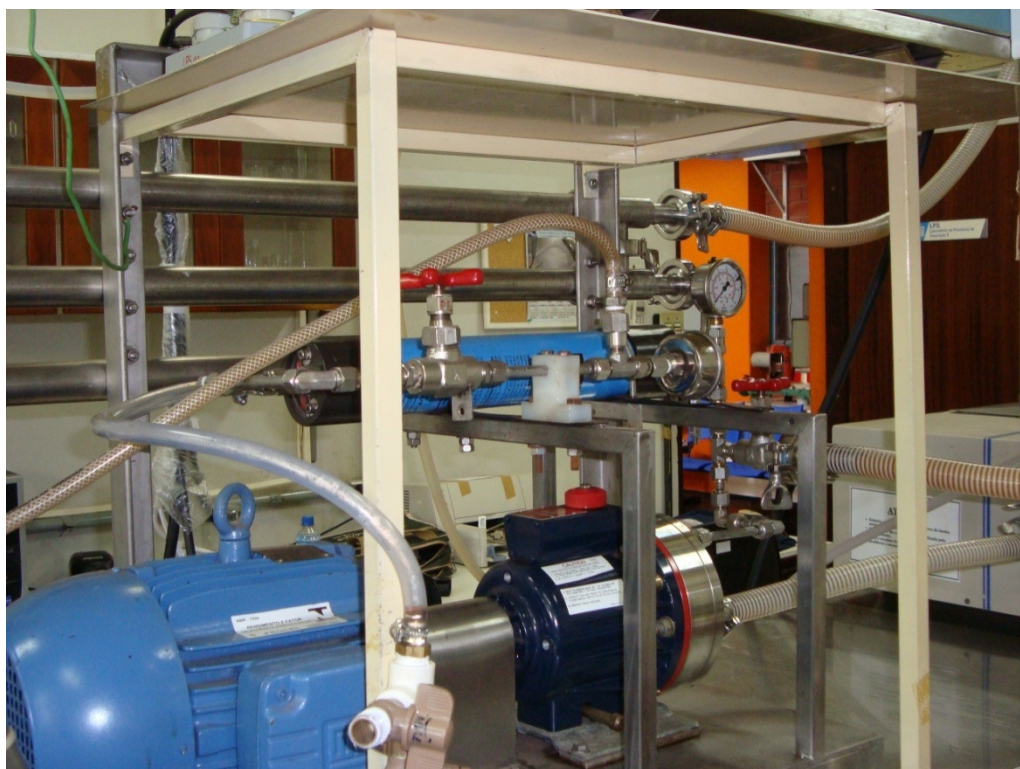


Figura 3.5: Módulo de Osmose Inversa (Vista Frontal)



Figura 3.6: Módulo de Osmose Inversa (Vista Frontal, todo o sistema)

A Figura 3.7 a seguir mostra uma representação esquemática do módulo de osmose inversa. O tanque de alimentação de aço-inox tem capacidade de

aproximadamente 15 litros, um banho termostático é utilizado para resfriamento deste tanque. O suco alimentado é bombeado até o módulo de membrana e existe um manômetro para controle de pressão na entrada do módulo. Assim como na microfiltração coletava-se o permeado e era calculado fluxo. O retido da osmose inversa antes de retornar ao tanque passava por um trocador de calor do tipo casca e o tubo (o fluido refrigerante era água que recirculava em um banho termostático).

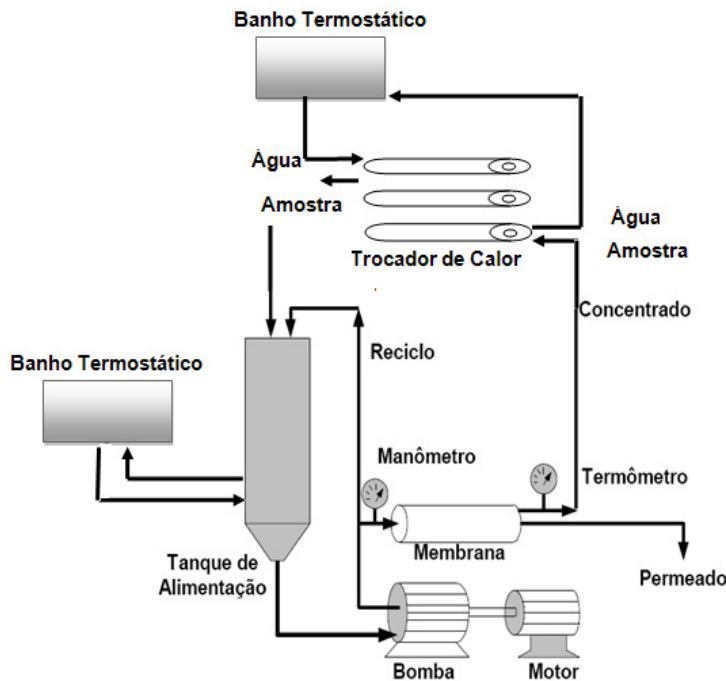


Figura 3.7: Representação esquemática da unidade experimental de osmose inversa.

Assim como na microfiltração o cálculo de fluxo pode ser feito de acordo com a Equação 06, além do fluxo avaliou-se na osmose inversa o fator de concentração que pode ser calculado de acordo com a Equação 07 a seguir:

$$F_c = \frac{V_i}{V_i - V_p} \tag{Equação 07}$$

Sendo que :

F_c = fator de concentração;

V_i = volume inicial na alimentação em L;

V_p = volume de permeado final em L;

3.1.7 Osmose inversa e limpeza da membrana

De acordo com as especificações do fabricante a limpeza da membrana do módulo era realizada imediatamente após as bateladas de concentração do suco, no próprio módulo.

Não é possível no módulo de OI retirar a membrana cada vez que se realizava uma corrida experimental.

Inicialmente enxaguava-se com água deionizada o módulo até a retirada total do suco e posteriormente recirculava-se solução de NaOH 0,1% durante uma hora na temperatura média de 25°C e pressão transmembrana de 5 bar.

Posteriormente enxaguava-se o módulo com água deionizada até o retorno do pH original da água.

Para verificar se a membrana realmente estava limpa foi avaliado a cada tratamento de limpeza a permeabilidade de água na membrana à temperatura de 25°C e em condição de pressão fixa.

3.1.8 Pasteurização rápida

A pasteurização do suco concentrado de maracujá foi realizada apenas no produto que obteve melhor qualidade e melhor condição de operação.

A metodologia abaixo bem como os cálculos de temperatura para o trocador de calor utilizados neste trabalho foram descritos por GOMES (2006) para a pasteurização do suco.

O equipamento para a pasteurização consiste de um pasteurizador de aço inox, de superfície raspada presente no laboratório LPS II- DEQ/UEM.

Dispõe de um motor trifásico de ½ CV e 220V que movimenta um eixo central composto por aletas, para melhor distribuição do produto no seu interior, além de duas seções, uma de aquecimento com vapor e outra de resfriamento por meio de um líquido refrigerante. O vapor fornecido à seção de aquecimento é proveniente de uma autoclave. Já na seção de resfriamento utiliza-se um banho termostático com recirculação do líquido refrigerante a 2,5°C. Na Figura 3.6 está mostrado um esquema do pasteurizador utilizado.

O suco de maracujá concentrado a ser pasteurizado foi armazenado em um recipiente de aço-inox, com temperatura mantida em torno de 20°C. Uma bomba

peristáltica envia o suco concentrado à primeira seção do pasteurizador para aquecimento a 80°C e manutenção nessa temperatura por 10 segundos. O vapor é fornecido por uma autoclave, sendo este responsável pelo aquecimento do suco concentrado. A pressão da autoclave deve ser igual a 1,3 kgf/cm², o que equivale a 107°C. O suco concentrado sai da seção de aquecimento e vai para a de resfriamento, devendo estar em torno de 2,5 °C. Por fim, o produto pasteurizado é coletado em um recipiente imerso em gelo, para manter a temperatura baixa.

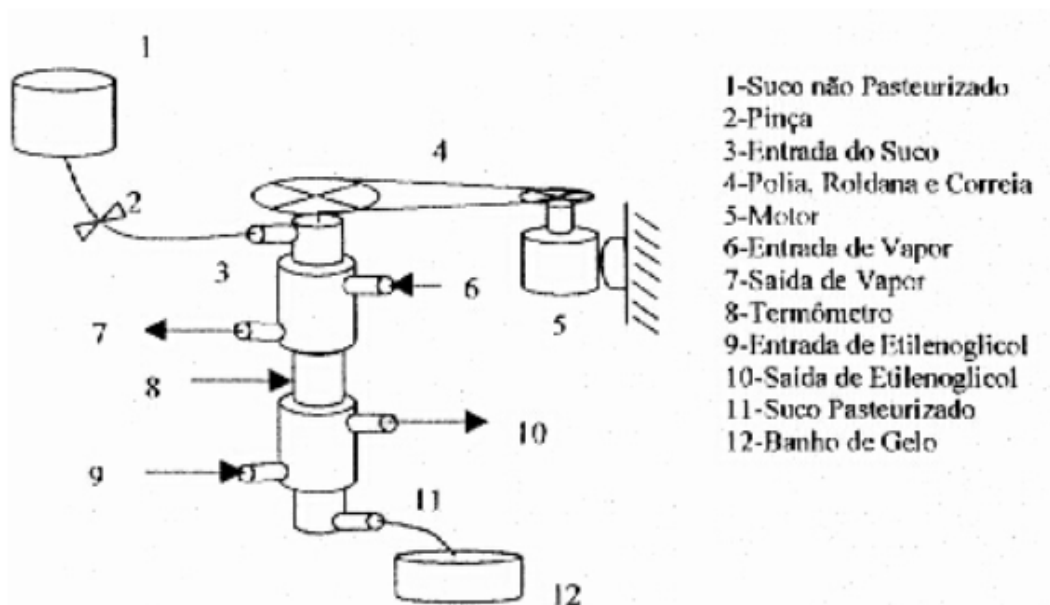


Figura 3.8: Esquema básico do pasteurizador de superfície raspada

Foram coletadas amostras antes e depois da pasteurização e enviadas para a análise microbiológica e para a realização da análise sensorial.

3.1.9 Métodos analíticos para a caracterização das amostras.

Para a caracterização das amostras (polpa *in natura*, sobrenadante da centrifugação e produtos obtidos) utilizaram-se métodos oficiais que foram descritos por GOMES (2006), PRATO (2003) e BARROS (2002) . Os laboratórios disponíveis para a realização destas caracterizações foram o LPS I e LPS II no Departamento de Engenharia Química da UEM. As análises realizadas foram: pH, Cor, Turbidez,

Açúcares Redutores, Ácido Ascórbico, Acidez Total Titulável, Sólidos Totais e Sólidos Solúveis (°Brix) e serão descritas a seguir e detalhadas no Anexo I:

3.1.9.1 Brix (Sólidos Solúveis).

A leitura refratométrica das amostras previamente homogeneizada será realizada num refratômetro Shimadzu (Blawsch & Lomb), de acordo com as normas do INSTITUTO ADOLFO LUTZ (1985).

3.1.9.2 pH

As leituras de pH foram realizadas num pHmetro Digimed DM 20, previamente calibrado com solução tampão de pH igual a 4 e 7 à 25°C, corrigindo o valor do pH lido em relação à temperatura.

3.1.9.3 Açúcares Redutores.

Para quantificar a quantidade de açúcares redutores foi utilizado o método de DNS – Berkeley modificado por ZANIN E MORAES (1987) e descrito por PRATO (2003) (**Anexo I**).

3.1.9.4 Vitamina C

Para quantificar o teor de vitamina C o método utilizado foi titulométrico com iodato de potássio (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 1985) (**Anexo I**).

3.1.9.5 Acidez Total Titulável

A determinação da acidez total utilizada foi pelo método titulométrico utilizando NaOH e fenoftaleína (**Anexo I**).

3.1.9.6 Cor e Turbidez

As análises de cor e turbidez foram realizadas em um espectrofotômetro Hach DR/2010-Potable Datalogging Spectrophotometer, utilizando o comprimento de onda de 455 e 860 nm respectivamente.

3.1.10 Análise sensorial

Após os testes na osmose inversa realizou-se a análise sensorial do produto obtido. Esse teste foi realizado por 50 consumidores escolhidos ao acaso. As amostras de ~30 ml de suco foram servidas a 10°C, em horário e local pré-determinado. Aplicou-se simultaneamente um questionário que pudesse agregar parâmetros do ponto de vista do consumidor, numa avaliação mais global quanto à aceitabilidade (GOMES, 2006).

As amostras-teste constaram do suco industrializado de maracujá e o suco concentrado por osmose inversa que apresentou melhores resultados de características físico-químicas e em termos condições operacionais. As diluições foram feitas com água potável e os sucos adoçados com açúcar refinado, sendo:

- Suco concentrado OI diluído 1:4 (v/v) adoçado;
- Suco maracujá comercial diluído 1:8 (v/v) adoçado;

A análise dos resultados foi realizada pela análise de variância (ANOVA)

A realização do teste foi realizada após o preparo dos sucos e colocados em copinhos plásticos descartáveis (copinho de café), estes copinhos possuíam um número de tres algarismos arranjados ao acaso. Os provadores tomavam água entre uma amostra e outra para a limpeza do palato e finalizam o teste anotando o número da amostra e a nota que varia de 1 a 9 . O nome do teste aplicado é teste de escala hedônica e nesse método a escala expressa o grau que varia desde *gostar muitíssimo* até *desgostar muitíssimo* da amostra-teste (**Anexo II**).

3.1.11 Análise estatística

Os dados obtidos a partir da análise sensorial foram tratados estatisticamente pela análise de variância. Empregou-se ferramentas de análises de dados do software EXCEL 2007, com a ferramenta ANOVA: fator único e com os parâmetros fixados α de 0,05 (nível de significância), obtendo-se as médias e as variâncias.

4 Resultados e Discussões

4.1 Centrifugação da polpa do maracujá

A polpa integral de maracujá obtida de uma empresa da região de Maringá foi centrifugada com o objetivo de retirada do excesso dos materiais em suspensão, facilitando assim o procedimento de microfiltração e também de osmose inversa.

A eficiência desta etapa, que foi definida pela Equação 06 foi de aproximadamente 75%.

4.2 Caracterização físico-química da polpa do maracujá e do sobrenadante

A caracterização da polpa do maracujá e do sobrenadante obtido a partir da centrifugação foi realizada com o intuito de comparação posterior com os produtos obtidos e analisar se estes produtos mantêm as qualidades naturais da fruta.

Na tabela 07 abaixo encontram-se os valores obtidos a partir da caracterização físico-química da polpa e do sobrenadante do maracujá.

Tabela 07: Caracterização físico-química da polpa e do sobrenadante do maracujá

Análises	Polpa	Sobrenadante
Açúcar redutor (mg/mL)	54,90	75,75
Vitamina C (mg/100mL)	11,88	15,85
Acidez total (%)	60,101	57,682
Densidade (g/cm ³)	1,048	1,046
Cor (APHA)	35376	10404
Turbidez (FAU)	8040	1989
pH	2,90	2,98
°Brix	11,7	11,2

Com a centrifugação foi possível perceber que o açúcar redutor aumentou em 28% para o sobrenadante, pois o açúcar estava diluído e após a centrifugação concentrou-se. Não houve perda de açúcar para o sedimentado da centrifugação.

Houve um aumento na vitamina C de aproximadamente 25% e para acidez e densidade a variação não foi significativa.

A centrifugação se mostra efetiva avaliando os valores de turbidez da polpa e do sobrenadante. A turbidez existente nos sucos de frutas ocorre devido à presença de substâncias tais como: fibras, taninos e pectinas. Todos estes tratamentos realizados

com as polpas de frutas como centrifugação, hidrólise enzimática e clarificação de sucos visam reduzir o teor de sólidos em suspensão e desta maneira diminuir a turbidez dos sucos melhorando a aparência destes.

Houve redução acima de 70% nos valores de cor e turbidez para a polpa comparada ao sobrenadante, mostrando que a centrifugação conseguiu retirar maior parte dos materiais em suspensão. Em relação à cor percebe-se que grande parte das substâncias responsáveis pela cor do suco, ou seja, pigmentos estão presentes nestes materiais que ficaram retidos na centrífuga.

4.3 Tratamento enzimático

De acordo com as condições pré-estabelecidas por DOCÊ (2008) o tratamento enzimático foi realizado no sobrenadante obtido da centrifugação.

DOCÊ (2008) avaliou o processo de um modo geral, não só a viscosidade, mas também os parâmetros para cálculo do índice de desempenho da membrana (fluxo, cor, absorvância, °Brix, açúcar total, açúcar redutor, ácido galacturônico e vitamina C) a melhor condição foi para a pressão de operação de 0,5 bar e concentração de enzima de 150 ppm durante uma hora e temperatura de 50°C para membrana tubular cerâmica, desta maneira utilizou-se estas condições no presente trabalho

4.4 Microfiltração

O sobrenadante da polpa de maracujá obtido a partir da centrifugação foi tratado enzimaticamente e em seguida clarificado em uma unidade de filtração tangencial, utilizou-se membrana tubular cerâmica. O objetivo principal desta etapa era a obtenção de uma quantidade de suco clarificado (permeado da microfiltração) que fosse suficiente para realizar as corridas na osmose inversa (15L cada experimento na OI). O intuito foi de reproduzir os ensaios realizados por DÔCE (2008).

Avaliou-se eficiência do processo em termos de dois parâmetros fluxo de permeado e percentual de entupimento.

Após cada corrida e posterior limpeza da membrana verificava-se o fluxo permeado com água deionizada para a membrana utilizada na pressão de 0,5 bar, tolerava-se 20% de perda do fluxo original. Esses resultados obtidos eram comparados

com o fluxo médio estabilizado obtido na clarificação do suco de maracujá nas mesmas condições.

Verificou-se a redução acentuada no fluxo médio estabilizado do maracujá se comparando com água o que pode ser atribuída à consolidação da camada gel polarizada formada, provavelmente, pela pectina presente no maracujá (CHERYAN e ALVAREZ, 1995).

Os valores obtidos por DOCÊ (2008) estão representados na tabela 08 a seguir e no presente trabalho procurava-se obter estes valores também.

Tabela 08: Fluxo médio de permeado com água pura e suco hidrolisado

	Condições operacionais	Fluxo médio (kg/h.m ²)
Água deionizada	25° C e 0,5 bar	378,45
Maracujá	25° C e 0,5 bar	33,65

No gráfico da Figura 4.1 pode-se observar a variação do fluxo de permeado em todos os experimentos realizados com o sobrenadante do maracujá hidrolisado.

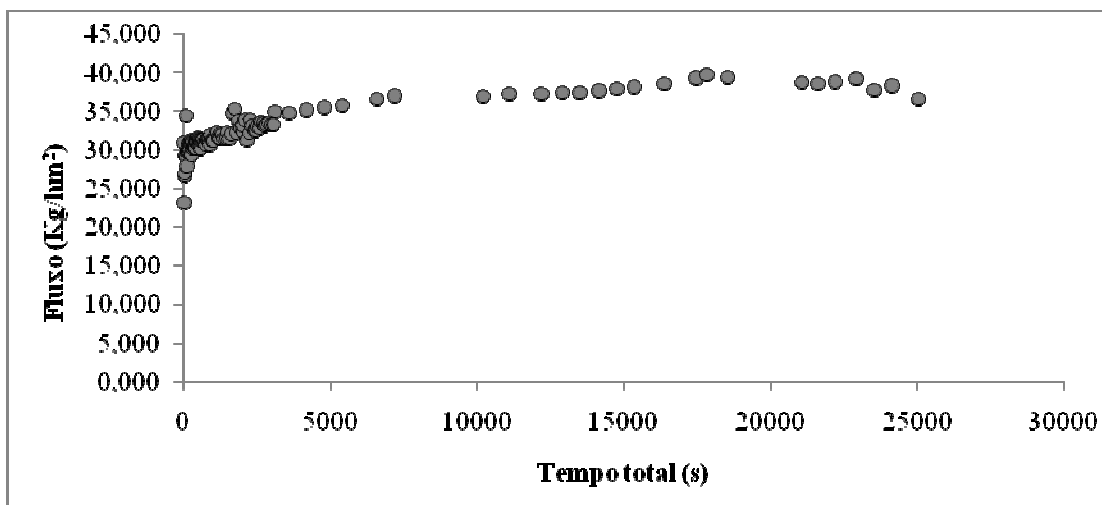


Figura 4.1: Gráfico da variação do fluxo de permeado do sobrenadante hidrolisado de maracujá durante a microfiltração. Membrana de 0,3 µm de diâmetro médio de corte, pressão transmembrana de 0,5 bar e temperatura de 25 °C.

O comportamento do fluxo durante a microfiltração é diferente do obtido por DOCÊ (2008). No gráfico acima é possível perceber que o fluxo já inicia baixo (30,93 kg/h.m²) e observa-se um pequeno aumento no fluxo durante o processo. De acordo com GOMES *et al* (2004) que realizou a ultrafiltração da polpa de acerola um ligeiro

aumento no fluxo de permeado foi observado com o passar do tempo de processo, o que pode ser atribuído à contínua ação enzimática durante a ultrafiltração, uma vez que a enzima continua em atividade durante o processamento.

O fluxo médio estabilizado do suco de maracujá obtido por DOCÊ (2008) foi de 42,44kg/h.m² e o fluxo inicial foi de aproximadamente 150 kg/h.m².

O fluxo baixo se comparado com o valor obtido por DOCÊ (2008) pode ser explicado pela ação da enzima que pode não ter agido de maneira eficiente durante o presente trabalho.

A instabilidade no fluxo inicial pode ser um indicativo dos efeitos de polarização de concentração com conseqüentes bloqueios externos dos poros da membrana.

SILVA *et al* (2005) realizou a microfiltração de maracujá orgânico. A polpa foi hidrolisada com uma mistura de 3 enzimas (150 ppm de Pectinex Ultra, 300 ppm de Biopectinase, 40 ppm de α -amilase) a 30° C durante uma hora. Utilizou sistema de membranas tubulares de poli(etersulfona), com tamanho médio de poros igual a 0,3 μ m e área filtrante de 0,05m², a pressão transmembrana foi de 1,5 bar . O fluxo inicial e médio foi de aproximadamente 50 L/h.m² e 25 L/h.m² respectivamente.

PAULA *et al* (2004) também realizou microfiltração da polpa de maracujá e o fluxo médio foi de 16L/h.m².

Estes valores de fluxos médios estabilizados obtidos por PAULA *et al* (2004) e SILVA *et al* (2005) foram menores do que este trabalho, porém estes realizaram a clarificação da polpa integral do maracujá e não do sobrenadante.

O baixo fluxo de permeado do suco centrifugado é determinado pelo fenômeno de polarização de concentração, durante o experimento depois do equipamento ligado a primeira gota de permeado demorava aproximadamente 30 minutos para cair, desta maneira nesse tempo já estaria acontecendo a polarização de concentração. De acordo com GOMES (2006) para o suco de acerola a ausência de polpa no suco centrifugado pode ter contribuído para um maior fluxo de permeado, e o suco hidrolisado apresentou aproximadamente 20% de polpa e sua participação na camada da membrana pode melhorar o fluxo. Além disso, é importante ressaltar que o maracujá é rico em pectina e a aglomeração destas pode também formar uma camada que resulta em um fluxo menor.

4.5 Caracterização do suco clarificado de maracujá

A tabela 09 abaixo apresenta os valores da caracterização do suco clarificado do sobrenadante da polpa de maracujá em comparação com o trabalho de DOCÊ (2008). As diferenças entre os valores obtidos em cada trabalho podem ocorrer devido aos diferentes lotes de frutas, a enzima utilizada, que apesar de ter sido a mesma e concentração pode não ter apresentado a mesma eficiência, as condições de operação na microfiltração e também ao fator de concentração obtido. Outro fator a ser ressaltado é que a obtenção do sobrenadante de maracujá no trabalho de DOCÊ (2008) foi uma operação contínua, que não aconteceu neste trabalho e pode ter sido um dos motivos para a perda de vitamina C.

Tabela 09: Comparação entre as características físico-químicas do suco de maracujá clarificado por MF, obtidas nesse trabalho e por DOCÊ (2008)

	Sobrenadante	Este trabalho	DOCÊ - 2008
Análises			
Açúcar redutor (mg/mL)	75,75	36,56	41,03
Vitamina C (mg/100mL)	15,85	1,41	2,8
Acidez total (%)	57,68	59,92	-
Densidade (g/cm ³)	1,05	1,033	-
Cor (APHA)	10404	1900	234
Turbidez (FAU)	1989	300	2,33
pH	2,98	3,16	3,24

A partir dos dados acima percebe-se que houve diminuição do açúcar redutor e pH no permeado da microfiltração para este trabalho. Entretanto em relação à turbidez, vitamina C e cor a variação foi muito grande. Para o teor de vitamina C a diferença foi de aproximadamente 50%.

DOCÊ relata em seu trabalho que a molécula da vitamina C apresenta massa molar de 176 Dalton e, portanto não poderia ficar retida, porém podem ser facilmente oxidadas com a exposição da luz, ao oxigênio e ao tempo de congelamento, ou seja, a manipulação e ao processo em geral. Como os experimentos duravam muito tempo e o permeado ficava exposto à luz, ao oxigênio.

4.6 Osmose inversa

4.6.1 Avaliação do módulo de osmose inversa e permeabilidade da membrana

Os fluxos médios para água deionizada e para o suco de maracujá clarificado e não clarificado estão dispostos na Figura 4.2 a seguir. Os valores médios foram tirados para os primeiros minutos de operação do módulo de osmose inversa.

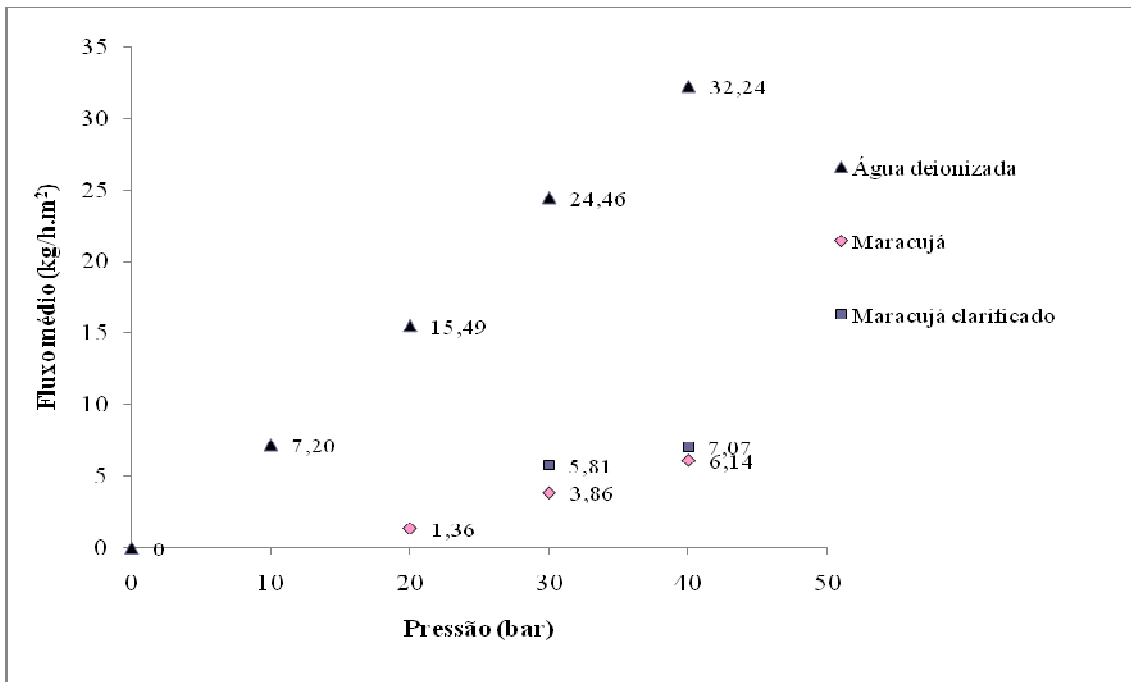


Figura 4.2: Gráfico da variação do fluxo de água deionizada e do sobrenadante do maracujá concentrado diretamente na OI e também o clarificado do sobrenadante concentrado na OI em diferentes pressões à temperatura de 25° C, valores médios para os primeiros minutos de operação

A Figura 4.3 mostra a variação do fluxo de água para as três pressões de operação em que foi realizada a osmose inversa com o maracujá, possibilitando o cálculo do fluxo médio estabilizado e também avaliação do comportamento do módulo durante os experimentos.

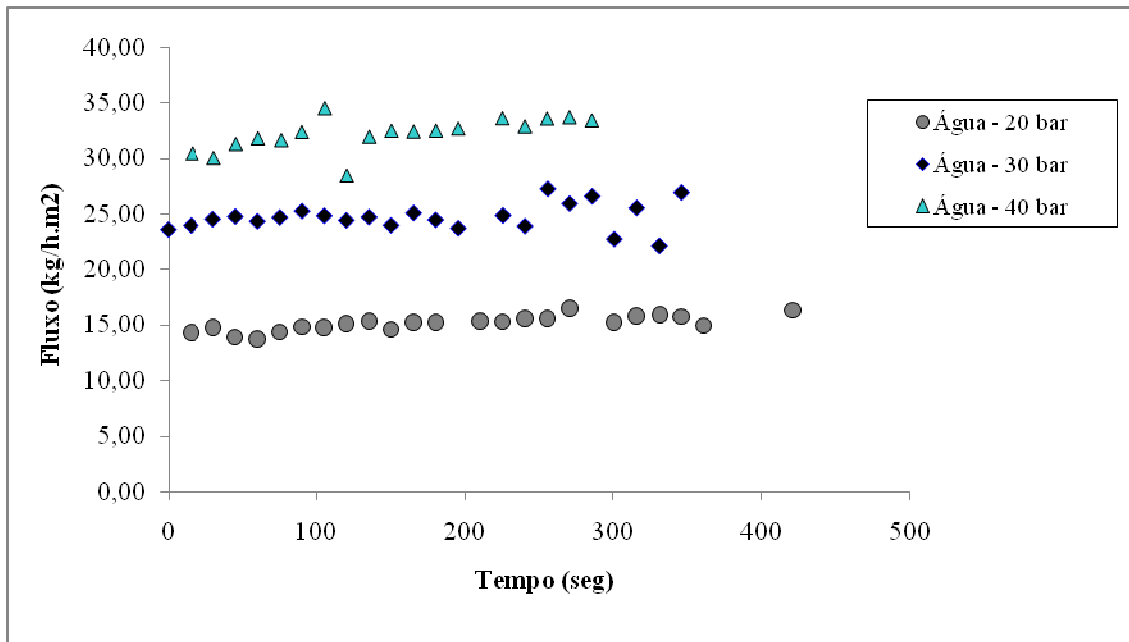


Figura 4.3: Gráfico da Variação de fluxo de água em três pressões diferentes

Assim como GOMES (2006) o valor de permeabilidade da membrana de OI (L_p) foi calculado a partir dos resultados de fluxo de permeado através da membrana utilizando água deionizada na alimentação. L_p pode ser definido como a razão entre o fluxo e a diferença de pressão (ΔP) conforme foi descrito pela equação 07.

Para os valores de fluxo de água 7,20; 15,49; 24,46 e 32,24 kg/h.m² a permeabilidade é de 0,743 L/h.m².bar na temperatura aproximada de 25° C e este valor foi próximo do obtido por GOMES (2006) que foi de 0,6888 L/h.m².bar que utilizou o mesmo equipamento para a concentração do suco de acerola.

4.6.2 Influência da temperatura no fluxo do permeado

O controle de temperatura no módulo de osmose inversa é difícil, apesar dos dois banhos existentes, um que resfria o tanque de alimentação e o outro que está ligado ao trocador de calor que passa o suco que volta para o tanque de alimentação (retido). Conforme relatado por GOMES (2006) o aumento da temperatura faz com que a viscosidade diminua (Lei de Darcy) e o fluxo aumente. Apesar do aumento de temperatura causar um aumento no fluxo, o aumento do fator de concentração faz com que este diminua, então o efeito da temperatura atenua o decréscimo do fluxo.

A figura 4.4 mostra o efeito do aumento da temperatura durante o processamento à 30 bar.

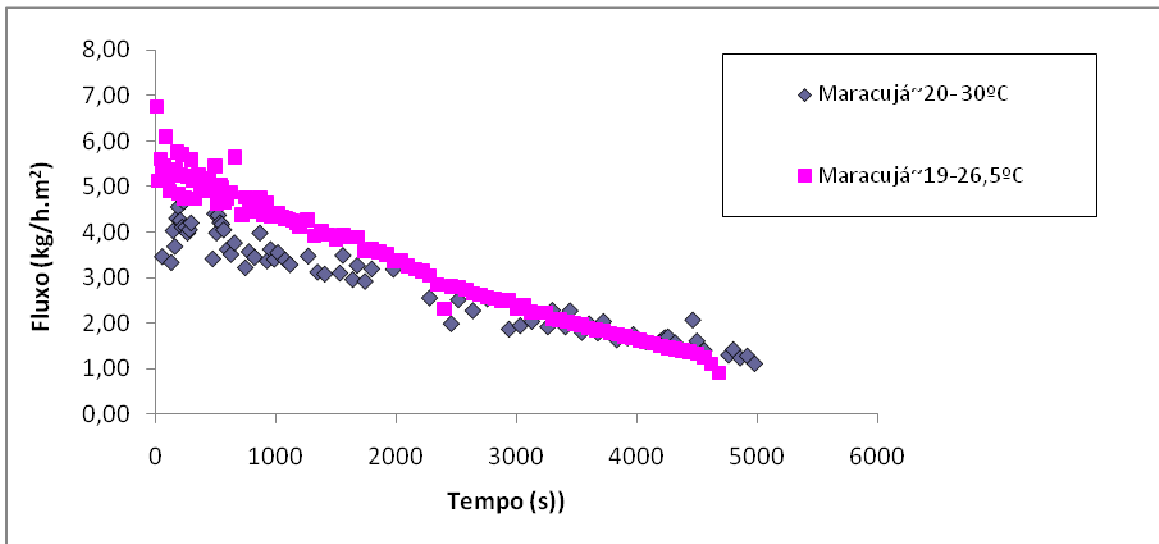


Figura 4.4: Gráfico da comparação do fluxo a temperatura no fluxo da OI na pressão de 30 bar

4.6.3 Análise do desempenho do fluxo na osmose inversa

Os experimentos foram realizados em batelada e com dois tipos de alimentados. Os primeiros testes foram com o sobrenadante obtido da centrifugação em três pressões diferentes como já foi citado anteriormente. A pressão de 20 bar apresentou valores de fluxo e fator de concentração muito baixos, além disso, o tempo de processo é muito grande, não sendo viável, assim para os testes com o permeado da microfiltração foram utilizadas apenas as pressões de 30 e 40 bar.

Nas Figuras 4.5 à 4.8 é possível perceber a variação do fluxo para os diferentes tipos de alimentados na osmose inversa.

Para melhor visualização o gráfico da Figura 4.5 da pressão de 20 bar está separado do gráfico da Figura 4.6 das pressões de 30 e 40 bar.

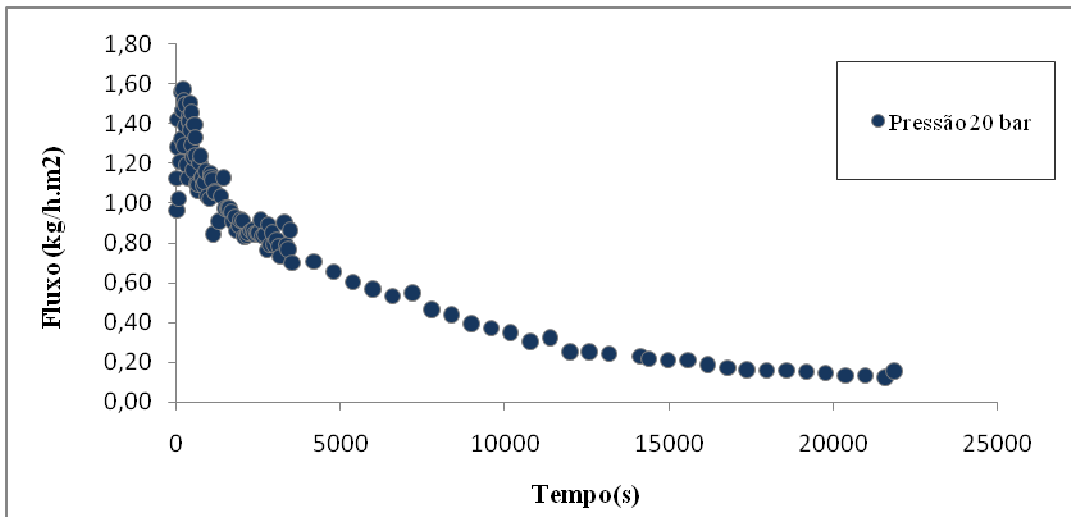


Figura 4.5: Gráfico de variação de fluxo na osmose inversa com o sobrenadante obtido da centrifugação na pressão de 20 bar

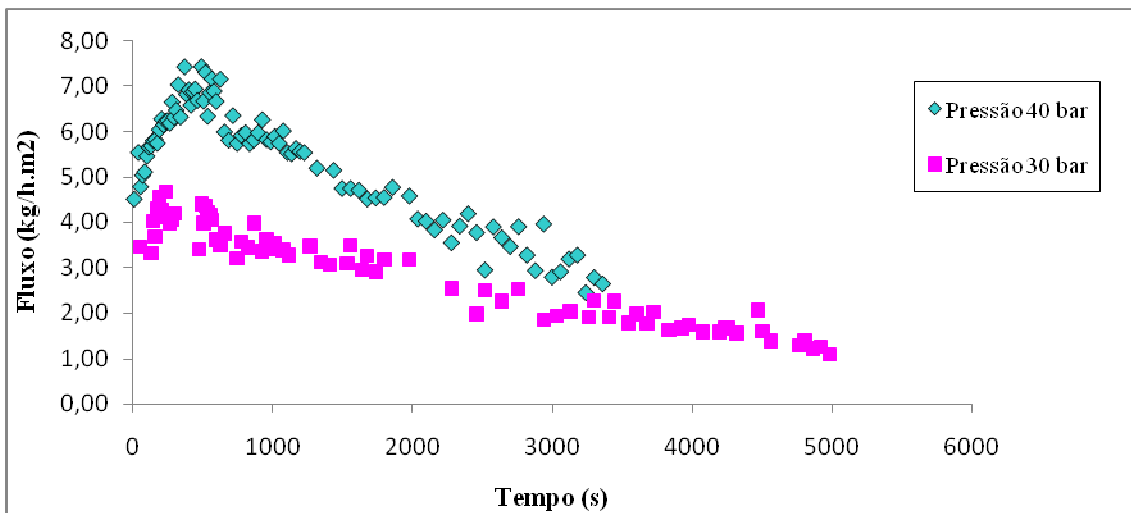


Figura 4.6: Gráfico de variação de fluxo na osmose inversa com o sobrenadante obtido da centrifugação nas pressões de 30 e 40 bar

Para a pressão de 20 bar (Figura 4.5) o fluxo inicial foi em torno de $1,56 \text{ kg/h.m}^2$, e o fluxo final foi de $0,16 \text{ kg/h.m}^2$, que é um valor muito baixo, próximo de 0. Para as pressões de 30 e 40 bar (Figura 4.6) os fluxos iniciais foram de 3,46 e 4,52 kg/h.m^2 e os finais 1,1 e 2,65 kg/h.m^2 respectivamente. Os fluxos médios estabilizados foram de 1,36; 3,86 e 5,36 kg/h.m^2 nas três pressões estudadas.

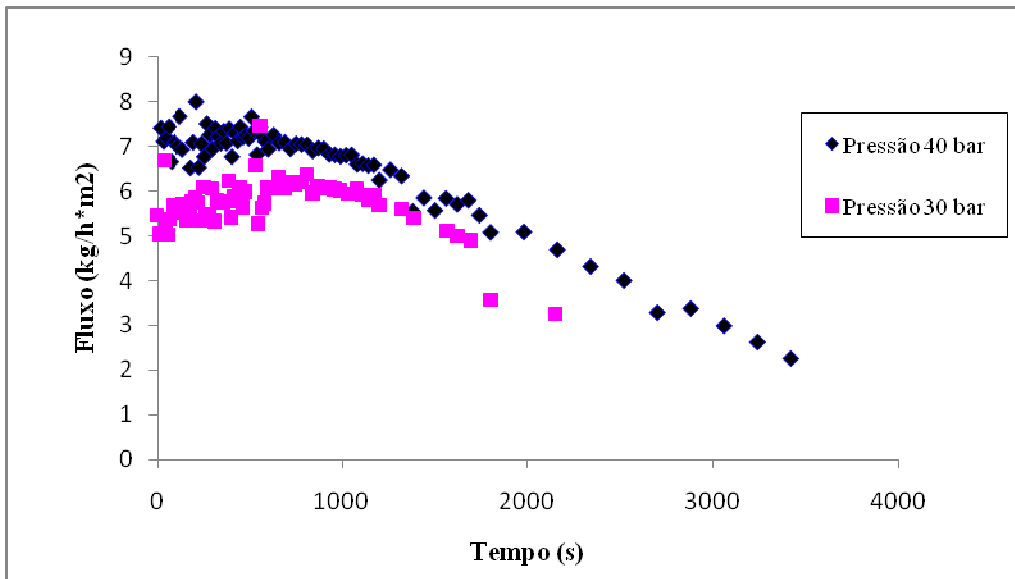


Figura 4.7: Gráfico de variação de fluxo na osmose inversa com o suco de maracujá permeado da microfiltração

A segunda etapa foi à realização da concentração do suco permeado da microfiltração. As pressões de operação utilizadas foram de 30 e 40 bar (Figura 4.7) e os fluxos permeados obtidos iniciais foram: 5,45 e 12,46 kg/h.m² e fluxos finais de 4,98 e 2,24 kg/h.m² e além disso os fluxos médios estabilizados foram 5,85 e 7,13 kg/h.m² e muito parecidos com os de GOMES *et al* (2004).

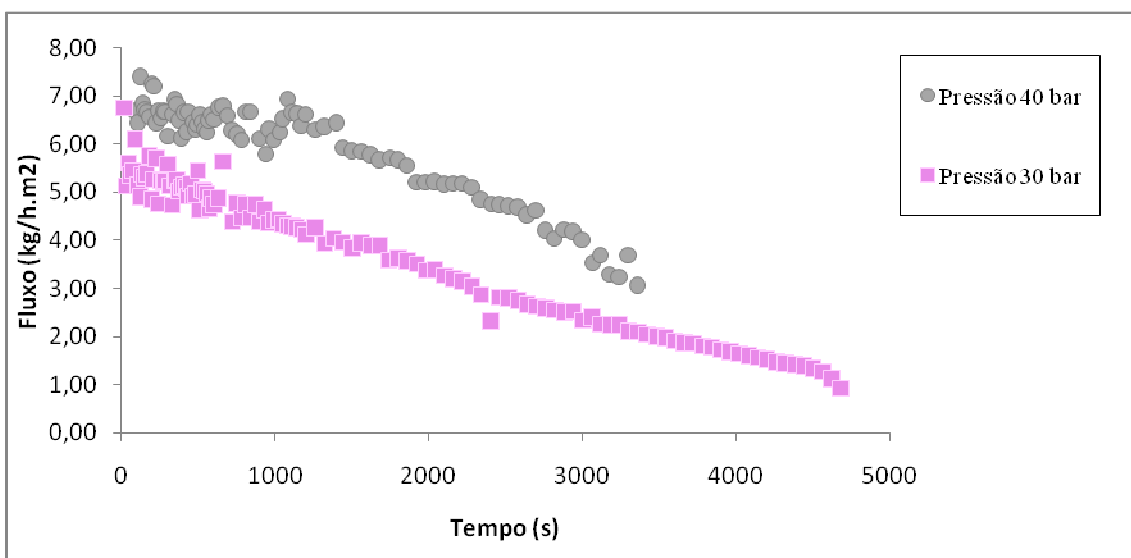


Figura 4.8: Gráfico de variação de fluxo na osmose inversa com o sobrenadante obtido da centrifugação nas pressões de 30 e 40 bar (segunda repetição)

Foi realizada uma repetição da concentração do sobrenadante da centrifugação (Figura 4.8) e os fluxos inicial, final e estabilizado para a pressão de 30 bar foram de: 6,74; 0,93 e 4,98 kg/h.m², para a pressão de 40 bar temos na mesma seqüência os valores de fluxo: 7,47; 3,05 e 6,51 kg/h.m².

Em todas as curvas é possível visualizar o decréscimo de fluxo de permeado em função do tempo de processo, nas três pressões. Este decréscimo pode ser atribuído à polarização de concentração sobre a superfície da membrana ao aumento da pressão osmótica do suco concentrado (SÁ *et al*, 2003).

GOMES *et al* (2004) concentraram o permeado da microfiltração de acerola nas mesmas condições e equipamento e obteve valores de fluxos médios estabilizados de 3,04; 5,60; 7,30 kg/h.m² para as pressões de 20, 30 e 40 bar respectivamente. O fato dos fluxos médios terem sido maiores para a acerola é que foi realizado o tratamento enzimático e ultrafiltração da polpa da acerola, entretanto o sobrenadante do maracujá foi alimentado na osmose sem nenhum tratamento enzimático.

O resultado da caracterização dos produtos finais mostrou que o suco concentrado a partir do sobrenadante da centrifugação apresentou melhores características e também mais próximas dos valores da polpa de maracujá *in natura*.

Desta maneira a melhor condição foi utilizando o sobrenadante do maracujá centrifugado nas pressões de 30 e 40 bar e assim realizou-se a repetição nestas condições de operação conforme mostrado na Figura 4.8.

Os fluxos obtidos foram maiores do que nos primeiros experimentos, este fato pode ter ocorrido devido ao fato de que o controle de temperatura não foi rigoroso como no primeiro experimento, pois o equipamento utilizado para tal apresentava-se com problemas, sendo assim pode ter ocorrido uma variação maior na temperatura acarretando um aumento no fluxo.

Nas Tabelas 10, 11 e 12 abaixo é possível visualizar algumas características do processo de osmose inversa.

Tabela 10:Características do processo de OI (alimentação com suco permeado da microfiltração)

	Condições Operacionais	
	30 bar	40 bar
°Brix final	15,5	20,5
Fc final	1,86	2,21
Fluxo após 5 min (kg/h.m ²)	6,07	6,96
Fluxo após 40 min (kg/h.m ²)	4,98	4,31
Tempo final (min)	40	60

Tabela 11:Características do processo de OI (alimentação com sobrenadante da centrifugação)

	Condições Operacionais		
	20 bar	30 bar	40 bar
°Brix final	14,1	14,8	16,2
Fc final	1,35	1,44	1,65
Fluxo após 5 min (kg/h.m ²)	1,49	4,2	6,32
Fluxo após 40 min (kg/h.m ²)	0,84	1,98	4,20
Tempo final (min)	364	83	56

Tabela 12: Características do processo de OI (alimentação com sobrenadante da centrifugação, segunda repetição)

	Condições Operacionais	
	30 bar	40 bar
°Brix final	15,2	18
Fc final	1,71	1,82
Fluxo após 5 min (kg/h.m ²)	5,58	6,15
Fluxo após 40 min (kg/h.m ²)	2,32	5,84
Tempo final (min)	56	86

Para a concentração do suco de maracujá a partir do permeado da microfiltração é possível perceber pela Tabela 10 que a melhor condição operacional foi na pressão de 40 bar, valores de °Brix final, fator de concentração e fluxos foram maiores.

Em todos os casos o fator de concentração, °Brix e fluxo aumentam de acordo com o aumento da pressão, comportamento esperado.

O melhor fator de concentração foi com o suco microfiltrado como alimentação, porém em termos do fluxo em 5 e 40 minutos de operação os valores não

variam significativamente para a concentração realizado com o sobrenadante da centrifugação na segunda repetição.

SÁ *et al* (2003) relatam que o aumento da concentração de sólidos solúveis ao longo do processo resulta no aumento da pressão osmótica e da viscosidade. Quando a pressão osmótica do produto que foi citada no 2.6.8.1 atinge valores próximos ao da pressão hidráulica aplicada, a força motriz (ΔP) para a concentração tende a zero, minimizando o fluxo. O acúmulo do material retido provoca a polarização de concentração. A polarização de concentração e a viscosidade aumentam a resistência global à transferência de massa.

4.6.4 *Variação dos sólidos solúveis(°Brix) de acordo com o tempo de processo e fator de concentração*

Na concentração de sucos a variação de sólidos solúveis ° Brix aumenta de acordo com o tempo. É possível perceber este comportamento nas Figuras 4.9, 4.10 e 4.11.

As Figuras 4.9 e 4.10 referem-se à concentração do sobrenadante obtido da centrifugação (primeira repetição).

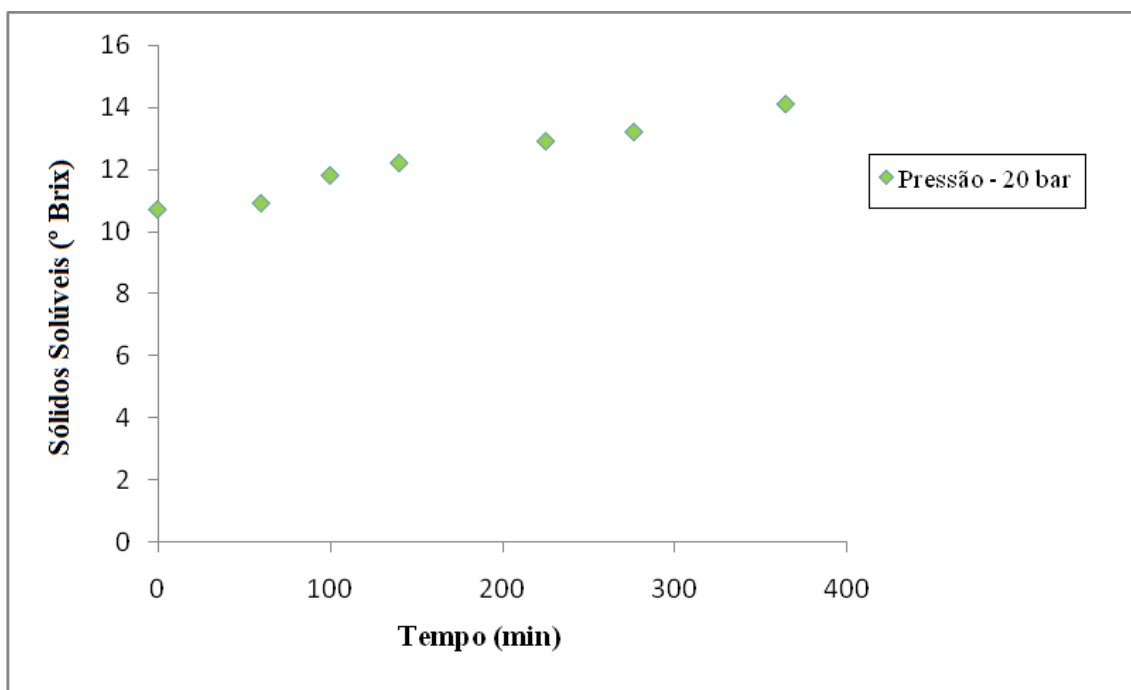


Figura 4.9: Gráfico de variação de sólidos solúveis por tempo de processo na pressão de 20 bar

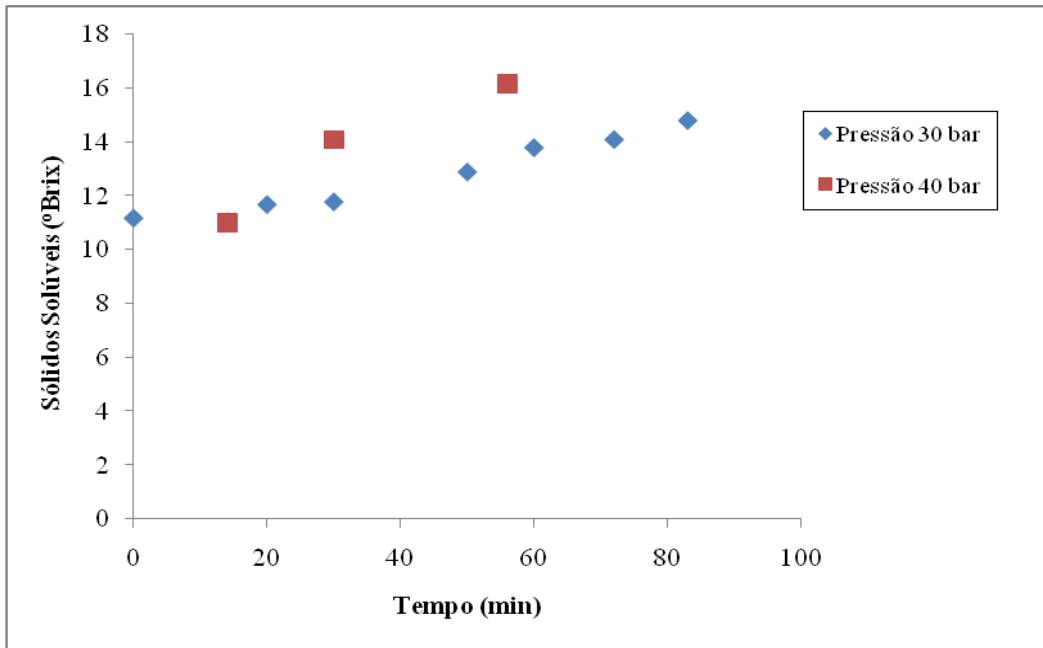


Figura 4.10: Gráfico de variação de sólidos solúveis por tempo de processo na pressão de 30 e 40 bar (Repetição 1)

A Figura 4.11 mostra a variação de sólidos solúveis em função do tempo comparando os dois tipos de alimentado o sobrenadante da centrifugação (segunda repetição realizada) e permeado da microfiltração.

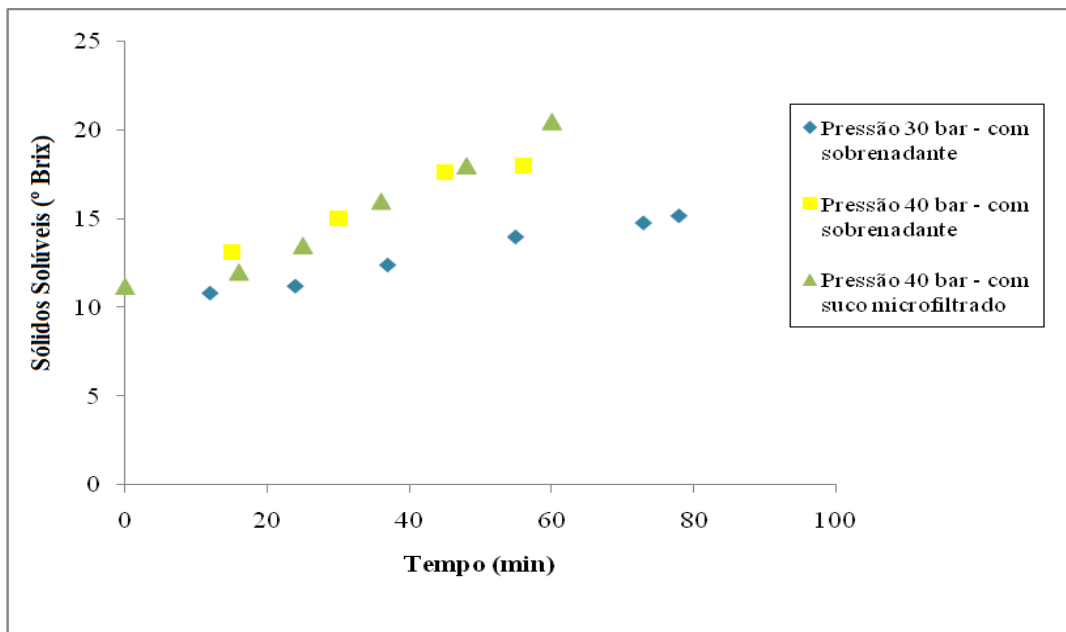


Figura 4.11: Gráfico de variação de sólidos solúveis por tempo de processo na pressão de 30 e 40 bar (com suco microfiltrado e segunda repetição para o sobrenadante como alimentado)

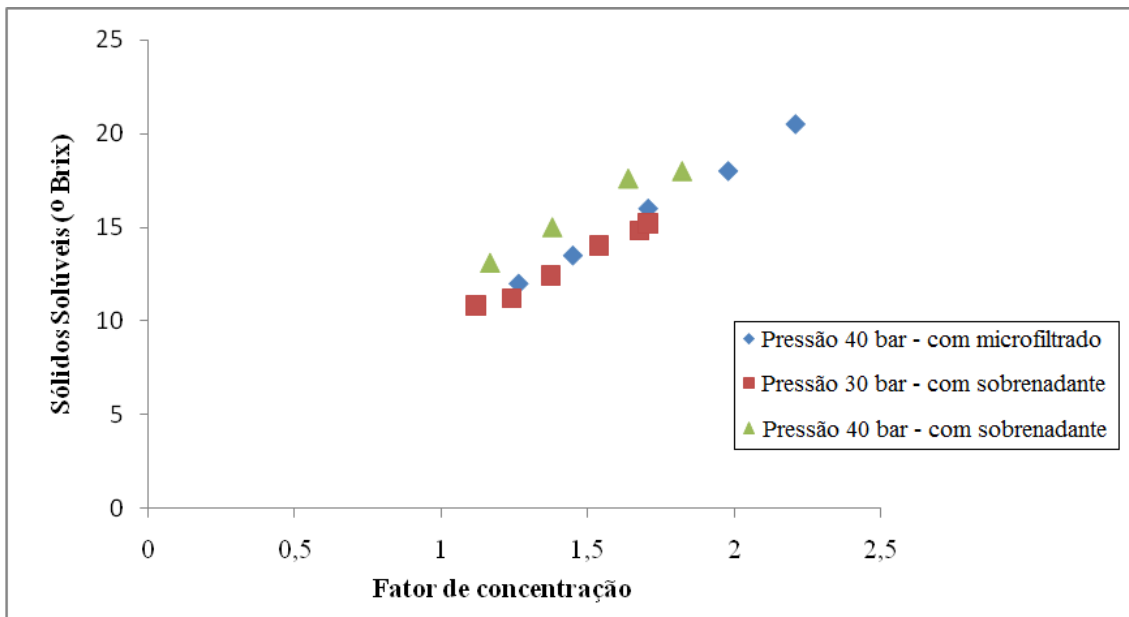


Figura 4.12: Teor de sólidos solúveis em função do fator de concentração durante a concentração do suco de maracujá nas pressões transmembrana de 30 e 40 bar com diferentes tipos de alimentado: sobrenadante da centrifugação (segunda repetição) e permeado da microfiltração

O aumento do fator de concentração pode ser observado de acordo com a elevação da pressão como já foi discutido anteriormente. Foram observadas pequenas variações no teor de sólidos solúveis para um mesmo fator de concentração. Para o permeado da microfiltração na pressão de 40 bar e o sobrenadante a centrifugação na pressão de 30 bar esta variação foi menor do que se comparado com a pressão de 40 bar no sobrenadante.

SÁ *et al* (2003) para a concentração do suco de abacaxi não observou variação significativa na concentração de sólidos solúveis para um mesmo fator de concentração. De acordo com SÁ *et al* (2003) observa-se a maior retenção de sólidos solúveis com o aumento da pressão de operação, indicando uma maior resistência à transferência de massa entre o lado da alimentação (suco concentrado) e o lado do permeado, comportamento este observado também neste trabalho.

4.7 Caracterização dos produtos obtidos

Nas Tabelas 13 e 14 abaixo estão sintetizadas as principais análises realizadas com os produtos obtidos a partir da osmose inversa. A primeira tabela apresenta resultados para o produto a partir da concentração do permeado da microfiltração, as seguintes tabelas mostram os resultados para os produtos obtidos a partir do sobrenadante (repetição 1 e 2 respectivamente).

Tabela 13: Caracterização físico-química do suco concentrado por OI em diferentes condições de pressão (30, 40 bar), alimentado: permeado da microfiltração

Análises	Permeado da microfiltração	Pressão 30	Pressão 40 bar
Açúcar redutor (mg/mL)	36,56	57,39	86,85
Vitamina C (mg/100mL)	1,41	7,93	7,93
Acidez total (%)	59,92	92,9	98,27
Densidade (g/cm ³)	1,033	nr	1,08
Cor (APHA)	1900	nr	2200
Turbidez (FAU)	300	nr	300
pH	3,16	3,00	3,37
°Brix	11,2	15,5	20,5

nr= não realizado

Tabela 14: Características físico-químicas do suco concentrado por OI em diferentes condições de pressão (20, 30, 40 bar), alimentado: sobrenadante da centrifugação

Análises	Sobrenadante	20 bar	30 bar*	40 bar*
Açúcar redutor (mg/mL)	75,75	203,9	283,60	282,5
Vitamina C (mg/100mL)	15,85	7,92	10,5672	20,25
Acidez total (%)	57,68	71,51	78,54	67,40
Densidade (g/cm ³)	1,05	1,073	1,081	1,09
Cor (APHA)	10404	9246	29346	38400
Turbidez (FAU)	1989	804	5226	nr
pH	2,98	3,18	3,06	3,31
°Brix	11,0	14,1	15,0	17,1

*valores médios das duas repetições

A taxa de retenção de açúcares foi alta para ambos os casos, sendo que utilizando o sobrenadante da centrifugação obteve-se valores bem maiores, de acordo com GOMES (2006) este fato demonstra o bom desempenho da membrana, já que a quantidade açúcar retido é considerada um dos maiores objetivos na concentração de sucos de frutas, é importante também a manutenção constante da taxa açúcar/ácido, assumindo um bom sabor (ALVAREZ *et al*, 1997).

Os teores de vitamina C não aumentaram proporcionalmente ao fator de concentração, mostrando que houve perdas durante o processo. No entanto, para o sobrenadante da centrifugação, como para o concentrado, apresentou-se valores de vitamina C maiores em todas as pressões.

Na microfiltração é observado que devido ao longo tempo de processo o teor de vitamina C no permeado é baixo, provavelmente durante a osmose algum aumento de temperatura pode ter impossibilitado um aumento no teor de vitamina C.

Para acidez total titulável e densidade não houve aumento de acordo com o fator de concentração.

O pH em todos os casos não variou significativamente.

Observou-se que na linha de concentrado houve um aumento na concentração dos componentes do suco (açúcares redutores, ácidos totais e vitamina C), isso ocorreu porque o poro da membrana é menor do que estas moléculas, a membrana de osmose inversa pode ser considerada densa, devido ao tamanho do poro. Esta membrana apresentou praticamente 100% de rejeição a estas moléculas.

Nas análises realizadas com o permeado da osmose inversa em todos os casos o resultado obtido foi que houve isenção destas moléculas em todos os casos.

A cor aumentou também proporcionalmente ao fator de concentração e pode-se perceber visualmente com o aumento da intensidade da coloração amarela.

A melhor condição operacional em termos de qualidade físico-química observada é na pressão de 40 bar em todos os casos.

Considerando as análises físico-químicas realizadas os teores de vitamina C e açúcares redutores foram melhores quando utilizou-se o sobrenadante da centrifugação. Deste modo a melhor condição avaliada foi na pressão de 40 bar para o sobrenadante da centrifugação.

A osmose inversa pode ser utilizada como uma etapa de pré-concentração na indústria de concentração de sucos integrada com outros processos, tais como a evaporação osmótica que atinjam teores de sólidos solúveis ($^{\circ}$ Brix) mais altos. O valor máximo atingido na osmose inversa foi de $20,5^{\circ}$ Brix e os sucos concentrados comercializados geralmente apresentam o valor para sólidos solúveis de 50° Brix. Para sucos tropicais comerciais os teores de $^{\circ}$ Brix são menores, sendo assim pode-se considerar que o suco concentrado obtido pode ser facilmente comercializado e a osmose inversa introduzida na indústria de sucos.

4.8 Análise microbiológica do suco pasteurizado concentrado na osmose inversa

A avaliação microbiológica foi feita com o objetivo de posteriormente realizar a análise sensorial do suco obtido a partir da melhor condição de osmose inversa, que foi na pressão de 40 bar com o sobrenadante da centrifugação. A coleta do suco pasteurizado foi realizada em recipientes esterilizados

As análises realizadas foram: contagem de bactérias do grupo coliformes (totais e termotolerantes), contagem de bolores e leveduras e contagem de mesófilos. Pode-se verificar que os produtos atenderam as especificações e estão apropriados para consumo.

Na Tabela 15 a seguir estão dispostos os valores obtidos para o suco antes da pasteurização e para o suco pasteurizado e de acordo com as exigências da legislação brasileira, disposta na resolução RDC nº 12 da Anvisa de 2001, para polpa de frutas concentradas ou não, com ou sem tratamento térmico, refrigeradas ou congeladas.

Tabela 15: Resultado da análise microbiológica em comparação com exigência da legislação brasileira

Produto/Polpa	Bactérias mesófilas (UFC/mL)	Bolores (UFC/mL)	Leveduras (UFC/mL)	Coliforme Totais (NMP/mL)	Coliformes Termotolerantes (NMP/mL)
Legislação	-	-	-	-	10²
Suco antes da pasteurização	1,42.10 ⁶	1,55.10 ⁵	1,55.10 ⁵	< 10	< 10
Suco pasteurizado	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10

A partir da análise microbiológica, foi possível concluir que a pasteurização foi efetiva comparando-se os valores antes do suco ser pasteurizado e depois do suco ser pasteurizado.

Antes da pasteurização o grau de contaminação do suco com bactérias mesófilas, bolores e leveduras, era muito alto, os valores encontram-se na tabela 15. Entretanto, percebe-se que após a pasteurização esse grau de contaminação diminuiu em todos os parâmetros para < 10.

4.9 Análise sensorial

A análise sensorial foi realizada no suco concentrado por osmose inversa na pressão de 40 bar. Após a osmose inversa de maracujá o concentrado foi pasteurizado.

O teste sensorial de escala hedônica tem grande aplicabilidade para identificar preferência afetiva por um determinado produto, quando comparado com outros similares, além de apresentar resultados precisos, porém a avaliação estatística depende de uma análise de variância (MONTEIRO, 2005; DOCÊ, 2008).

O teste foi aplicado em 50 provadores que receberam duas amostras com cerca de 40 mL e uma temperatura aproximada de 10° C. A primeira amostra era do suco industrializado comercial preparado no laboratório conforme as instruções dadas no rótulo do produto e a segunda amostra era de suco concentrado preparado com um percentual de água e açúcar.

Na Tabela 16 e na Figura 4.13 abaixo, encontram-se os valores atribuídos pelos avaliadores.

Tabela 16: Número de provadores por nota atribuída para o tributo avaliado (Sabor)

	Notas dadas as amostras	Número de provadores	
		Suco comercial	Suco concentrado
9	Gostei MUITÍSSIMO	3	6
8	Gostei Muito	15	11
7	Gostei Moderadamente	20	12
6	Gostei Ligeiramente	6	12
5	Nem gostei/ Nem desgostei	3	3
4	Desgostei Ligeiramente	2	3
3	Desgostei Moderadamente	1	1
2	Desgostei Muito	0	2
1	Desgostei MUITÍSSIMO	0	0

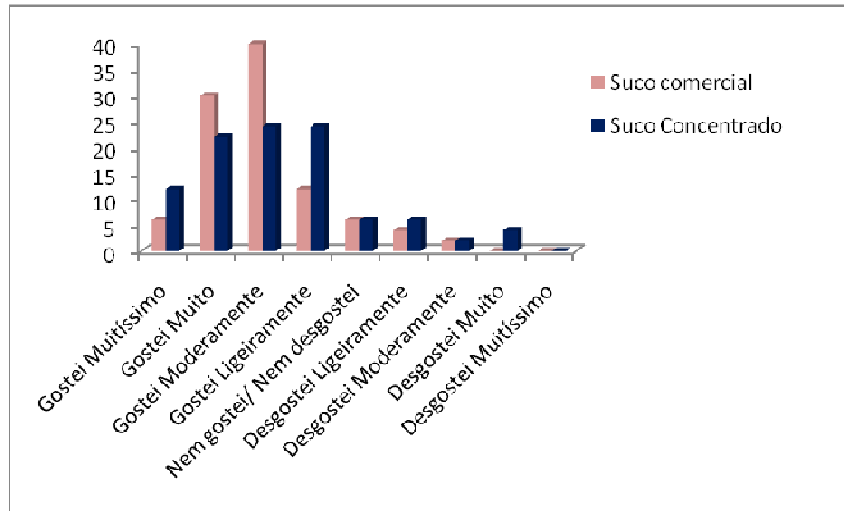


Figura 4.13: Porcentagem de provadores por nota atribuída

De acordo com a tabela e o gráfico é possível concluir que a porcentagem de pessoas que deram notas de 6 a 9 em ambos os sucos foi maior do que 80%.

Os comentários realizados no teste sensorial mostraram que o suco concentrado por osmose inversa apresenta um sabor peculiar e é mais azedo do que o suco industrializado, este sabor pode ser atribuído ao aumento no teor de ácidos totais e açúcares redutores. Esta característica observada talvez poderia ter sido melhor trabalhada, em termos de diluição deste suco.

Com a finalização do teste as notas foram avaliadas no MS Excel, teste de variância com nível de significância de 0,05 (α).

Os resultados obtidos a partir da análise de variância foram apresentados no quadro 01 a seguir, representando os valores de interesse para o diagnóstico sensorial.

Anova: fator único						
RESUMO						
Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância		
Coluna 1	50	349	6,98	1,611837		
Coluna 2	50	332	6,64	2,969796		
ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	2,89	1	2,89	1,261559	0,2641	3,938111
Dentro dos grupos	224,5	98	2,290816			
Total	227,39	99				

Quadro 01: Resultado da análise de variância

De acordo com MONTEIRO (2005) citado em DOCÊ (2008), para a interpretação do resultado analisou-se os valores críticos, sendo que:

- Se $F < F_{\text{crítico}}$ - indica que não existe diferença significativa de aceitação entre as amostras, portanto, podemos dizer que todos os produtos apresentam a mesma aceitação.
- Se $F > F_{\text{crítico}}$ - indica que existe diferença significativa entre a aceitação das amostras, ou seja, uma ou mais amostras se diferem das demais. Dessa forma para identificar quais são as amostras diferentes deve-se aplicar o teste de Tukey.

De acordo com os valores de F e $F_{\text{crítico}}$ conclui-se que não existe diferença significativa de aceitação entre as amostras, sendo assim os produtos apresentam a mesma aceitação.

5 Conclusões e Sugestões

Com base nos resultados apresentados, as conclusões deste trabalho foram:

A partir do pré-tratamento físico realizado por centrifugação foi possível uma clarificação prévia da polpa do maracujá. O método de centrifugação possibilitou uma melhor eficiência nos processos de separação de membrana. É possível afirmar que a caracterização físico-química do sobrenadante revelou valores desejáveis se comparado com a polpa *in natura*. Houve um aumento de açúcar redutor e vitamina C, a turbidez reduziu em até 70%, e não houve variações significativas para densidade e acidez total titulável.

O tratamento enzimático realizado no sobrenadante obtido da centrifugação da polpa *in natura* do maracujá não possibilitou a obtenção de um fluxo igual ao de DOCÊ (2008). O comportamento do gráfico de variação de fluxo também não pode ser comparado, pois apresenta um aumento do fluxo ao longo do processo. A obtenção do suco clarificado de maracujá é um processo demorado, o que talvez não se tornaria viável em uma indústria de processamento de sucos.

A caracterização físico-química do suco permeado da microfiltração demonstrou que em termos de pH, açúcar e vitamina C a variação não foi significativa se comparado com o trabalho realizado por DOCÊ (2008) em condições semelhantes. Entretanto neste trabalho a microfiltração pode concluir que a microfiltração foi menos eficiente, pois apresentou no permeado valor de turbidez muito maior e este parâmetro está relacionado ao teor de sólidos solúveis. Para valor de vitamina C, observa-se uma diminuição ao longo do processo, tornando-se um problema, pois a intenção dos processos de separação com membrana é manter a qualidade do suco, sendo um diferencial dos processos convencionais.

A osmose inversa pode ser analisada em termos de fluxo e fator de concentração:

Em relação às condições operacionais do processo a melhor condição obtida foi quando realizou-se a osmose inversa na pressão de 40 bar, utilizando o microfiltrado como alimentado.

Para o sobrenadante da centrifugação foram realizados os experimentos em duplicata nas pressões de 30 e 40 bar e na segunda repetição foi possível obter valores de fluxos maiores se comparados a primeira repetição.

Na corrida realizada na pressão de 20 bar o tempo de processo foi muito grande e o fluxo muito pequeno, resultando também em valor de fator de concentração muito baixo.

Analisando a osmose inversa em termos de qualidade de produto:

O suco concentrado por osmose inversa obtido a partir do sobrenadante apresentou teores de vitamina C e acidez proporcionais ao fator de concentração, comportamento não observado para o microfiltrado como alimentado. Como já foi discutido anteriormente o microfiltrado apresenta um valor baixo de vitamina C se comparado com sobrenadante. A taxa de retenção de açúcares foi boa nos dois casos, demonstrando o bom desempenho da membrana. Não houve variação significativa para valores de pH.

Em análises físico-químicas realizadas no permeado da osmose inversa não foram detectados teores de vitamina C, ácidos totais e açúcares redutores.

Houve aumento nos valores de cor e turbidez e pode ser observado no aumento da intensidade da coloração amarela do suco.

Os gráficos na pressão de 30 bar com variação de temperatura demonstraram que o aumento na temperatura faz com que haja diminuição da viscosidade do suco e conseqüentemente aumento no fluxo.

A pressão é um fator de extrema importância na osmose inversa, pressões maiores acarretam em maiores fluxos, fatores de concentração, valores de compostos do suco e sólidos solúveis (^oBrix). Para pressões baixas de operação fazem com que com o aumento da pressão osmótica do suco a variação de pressão diminui de acordo com o modelo osmótico, sendo assim ocorre à diminuição do fluxo.

Em geral a melhor condição obtida foi na pressão de 40 bar para o sobrenadante como alimentado, pois foi possível obter a concentração dos compostos importantes do suco e também um valor de fluxo médio estabilizado e fator de concentração desejável.

De acordo com a análise microbiológica realizada no suco concentrado antes e depois de ser pasteurizado concluiu-se que a pasteurização foi efetiva e a amostra estava dentro dos parâmetros da legislação vigente.

A análise sensorial realizada mostrou que não houve variação entre o grau de aceitação dos avaliadores. Aproximadamente 80% destes avaliadores deram notas entre 6 a 9 para os sucos avaliados.

Conclusão geral do Trabalho e Sugestões para Trabalhos posteriores

Pode-se concluir que a melhor condição de concentração do suco de maracujá foi na pressão de 40 bar. O suco obtido apresentou qualidade desejável e foi bem aceito pelo público. A pasteurização do suco foi efetiva.

Para posteriores trabalhos pode-se:

- Trabalhar a avaliação de diferentes temperaturas na concentração por osmose inversa, buscando manter a qualidade do suco.
- Obtenção do suco concentrado na melhor condição obtida neste trabalho e a análise da produção deste suco concentrado incorporando vitaminas e também alguns compostos para avaliação sensorial, variando também as diluições e analisando possibilidade melhoria na consistência deste suco.
- Realizar o tratamento enzimático da polpa in natura do maracujá e concentrá-lo diretamente na osmose inversa em diferentes pressões, sem realizar centrifugação e clarificação na microfiltração.

6 Referências Bibliográficas.

ALVAREZ, V.; ALVAREZ, S.; RIERA, F.A.; ALVAREZ, R. "Permeate flux prediction in apple juice concentration by reverse osmosis. *Journal of Membrane Science*, 127, pp.25-34, 1997.

BAKER, R. W.; BLUME, I. ; CADOTTE, J. E.; CATAPANO, G.; DAVIS, T. A.; DRIOLI, E.; FRITZSCHE, A. K.; LORIO, G. ; KURZ, J. E.; PETERSEN, R. J. ; PORTER, M. C. ; RAUTENBACH, R.; STRATHMANN, H.; SUDAK, R. G. HANDBOOK OF INDUSTRIAL MEMBRANE TECHNOLOGY. Noyes publications. Edited by M.C. Porter, 1990.

BARROS, S. T. D. *Clarificação dos sucos de acerola e abacaxi por ultrafiltração: Modelagem e simulação do fluxo do permeado e determinação dos mecanismos de Fouling*. Maringá, PR, 2002. Tese. (Doutorado)– Programa de Doutorado em Engenharia Química, Faculdade de Engenharia Química/Universidade Estadual de Campinas - FEQ/UNICAMP, 2002. 239p.

CEAGESP. Boletim Mensal - Secretaria de Agricultura e Abastecimento de São Paulo. 1992-1997.

BRASIL. Ministério da Agricultura, da Pecuária e do Abastecimento, Secretaria de Defesa Agropecuária. **Portaria nº 23, de 25 de abril de 2001**. Anexo I e II, Regulamento técnico para fixação dos padrões de identidade e qualidade gerais para suco tropical. Disponível em: <<http://www.agricultura.gov.br>>. Acesso em 28 de dezembro de 2009.

NETO, F. B.. *Produção integrada de maracujá*. *Biológico*, São Paulo, v. 64, n. 2, p. 95-197, 2002.

CAMARGO, G.A.; CONSOLI, L.; LELLIS, I. C. S.; MIELI, J.; SASSAKI, E. K.. *Bebidas naturais de frutas: perspectivas de mercado, componentes funcionais e nutricionais*. *Bioen*. Campinas, 1(2), p. 179-205, 207.

CANTILLANO, R. F. F.; MADAIL, J. C. M.; MATTOS, M. L. T. *Mercado de Alimentos: tendência mundial*. Informe Agropecuário, Belo Horizonte, v.22, n.213, nov./dez., p.79-84, 2001.

CEPLAC – Comissão Executiva de Planejamento da Lavoura Cacaueira, 2007. Disponível em <<http://www.ceplac.gov.br/radar/maracuja.htm>> acesso em 15 de janeiro de 2010.

CHERYAN, M.; ALVAREZ, J.R.. Food and beverage industry applications. In: Membrane Separations Technology. Principles and Applications, Edited by R. D. NOBLE and Stern, Elsevier Science B. V, 1995.

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

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

COUTO, D.; PAGANI, M.; MATTA, V.; CABRAL, L. *Avaliação da qualidade física e química de suco de abacaxi concentrado por osmose inversa*. VI Congresso Íbero-Americano em Ciências e Tecnologia de Membrana, 2007.

CUNHA, M. A. P.; CARDOSO, C. E. L. *Variabilidade genética e melhoramento do maracujá*. Simpósio de Recursos Genéticos e Melhoramento de Plantas para o Nordeste do Brasil, 1998

DAMASCENO, J. W. *Concentração de suco de acerola por osmose inversa em módulo espiral*. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química– Programa de Mestrado em Engenharia Química, Universidade Estadual de Maringá – UEM, Maringá, 88p., 2001.

DOCÊ, R.C. *Clarificação por microfiltração em membrana tubular e fibra oca da polpa de maracujá pré-tratada*. Dissertação. Mestrado em Engenharia Química–

Programa de Pós - graduação em Engenharia Química, Universidade Estadual de Maringá – UEM, Maringá, 106p., 2008.

EMBRAPA/SEBRAE. Programa de Capacitação tecnológica. Curso de processamento de frutas. Embrapa, Rio de Janeiro, 135p., 1997.

IBRAF. Instituto Brasileiro de Frutas. São Paulo, 2008. Disponível em: <<http://www.ibraf.org.br>>. Acesso em 28 de dezembro de 2009.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. *Normas Analíticas. Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. vol.1, 3.ed., São Paulo, 1985.

GOMES, E.R.S.; PEREIRA, N.C.; MENDES, E.S.; BARROS, S.T.D. Avaliação da qualidade do suco de acerola concentrado por osmose inversa. XV COBEQ, 2004.

GOMES, E.R.S.; *Concentração de suco de acerola (Malpighia spp.) por ultrafiltração e osmose inversa*. Tese (Doutorado) Programa de Pós -graduação em Engenharia Química, Universidade Estadual de Maringá – UEM, Maringá, 164p., 2006.

GONÇALVES, J.S.; SOUZA, S.A.M.. *Fruta da Paixão: panorama econômico do maracujá no Brasil*. Informações Econômicas, SP, v.36, n.12, dez. 2006.

GURAK, P.; BARBOSA, A.; MATTA, V.; ROCHA LEÃO, M.H.; CABRAL, L. *Avaliação físico-química do suco de uva concentrado por osmose inversa*. VI Congresso Íbero-Americano em Ciências e Tecnologia de Membrana, 2007.

HABERT, A.C.; BORGES, C.P.; NOBREGA, R. *Processos de Separação por membranas*. Série Escola Piloto em Engenharia Química, COPPE/UFRJ. Editora e-papers, 180 p., 2006.

IAPAR. Instituto Agrônomo do Paraná. Disponível em: <http://www.pr.gov.br/iapar>, 2007. Acesso em: 05 janeiro de 2010.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. *Normas Analíticas. Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. vol.1, 3.ed., São Paulo, 1985.

JESUS, D.F.; LEITE,M.F.; SILVA,L.F.M.; MODESTA,R.D.; MATTA, V.M.; CABRAL ,L.M.C.. *Orange (Citrus sinensis) juice concentration by reverse osmosis*. Journal of Food Engineering. Elsevier Ltda, v.81, p.287–29, 2007.

JIAO, B.; CASSANO, A.; DRIOLI, E.. *Recent advances on membrane processes for the concentration of fruit juices: a review*. Journal of Food Engineering. Elsevier Ltda. v.63, p. 303-324. 2004

JORNAL TRIBUNA DO INTERIOR. *Corumbataí encerra safra de maracujá julho*, 2009. Disponível em acesso <
<http://www.corumbataidosul.pr.gov.br/noticias.php?id=7>> acesso em 29/12/2009.

KÖSEOGLU, S.S.; LAWHON, J.T. ; LUSAS, E.W. *Use of membranes in citrus juice processing*. Food Technology, v. 44, n. 12, p. 90-97, 1990.

KURODA, T. Aspectos tecnológicos do maracujá e seus produtos. Notas técnicas. 2003

OLIVEIRA, R.C.; *Comparação entre a centrifugação e a microfiltração na clarificação do suco tropical de maracujá*. Dissertação. Mestrado em Engenharia Química– Programa de Pós - graduação em Engenharia Química, Universidade Estadual de Maringá – UEM, Maringá, 62 p., 2008.

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

MEDINA, J.C.; GARCIA, J.L.M.; TOCCHINI, R.P.; HASHIZUME, T.; MORETTI, V.A.; CANTO, W.L; In: “*Maracujá, da cultura ao processamento e comercialização*” São Paulo: ITAL, 207p. (Frutas Tropicais, 9), 1980.

MONTEIRO, A.R.G. *Introdução à análise sensorial de alimentos*. Eduem. Coleção Fundamentum, nº 21, 46 p., Maringá, 2005.

MULDER, M.. *Basic Principles of membrane technology*. Kluwer Academic Publisher, Dordrecht, 363p., 1991.

NOVOZYMES. *Enzimas*, 2009. Disponível em <http://www.novozymes.com.br/produtosesolucoes.htm> > acesso em 05de de janeiro de 2010

PAP,N.; KERTESZ,S. ; PONGRACZA, E.; MYLLYKOSKIA,L.; KEISKI,R.L.; VATAI, G.; LASZLOD, Z.; BESZEDES,S; HODUR, C.. *Concentration of blackcurrant juice by reverse osmosis*. Desalination. Elsevier Science Publisher B.V. v. 241, p.256-264, 2009

PAULA, B.; MORAES, I.V.M.; CASTILHO, C.C; GOMES; F.S; MATTA, V.M.; CABRAL, L.M.C. *Melhoria na eficiência da clarificação de suco de maracujá pela combinação dos processos de microfiltração e enzimático*. B.CEPPA, Curitiba, v.22, n.2, p. 311-324, 2004.

PRATO, A. M. *Clarificação por ultrafiltração da polpa integral de acerola tratada enzimaticamente – Membrana Cerâmica*. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química– Programa de Mestrado em Engenharia Química, Universidade Estadual de Maringá – UEM, Maringá, 110 p., 2003.

REVISTA GLOBO RURAL .PR: *Agricultores apostam no plantio de maracujá*. Edição 219. Janeiro, 2004.<Disponível em <http://revistagloborural.globo.com/GloboRural>> acesso em 05de de janeiro de 2010.

RODRIGUES, R. B. *Aplicação dos Processos de Separação por Membranas para Produção de suco Clarificado e Concentrado de Camu Camu (Myrciaria dubia)*. Tese Doutorado em Tecnologia de Alimentos - Departamento de Tecnologia de Alimentos, Campinas, 146 p. 2002.

SÁ, I; CABRAL, L.; MATTA, V.M. *Concentração de suco de abacaxi através dos processos com membranas*. Brazilian Journal of Food Techonology. V.6,n.1, p.53-62, 2003.

SANTIM, M.M. *Aplicação de tratamento enzimático combinado a microfiltração na clarificação de suco de pêssego*. Dissertação. Mestrado em Engenharia de Alimentos - Programa de Mestrado em Engenharia de Alimentos Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, URI. Erechim, 89 p., 2004.

SCHNEIDER, R. P.; TSUTIYA M. T. *Membranas Filtrantes para o Tratamento de Água, Esgoto e Água de Reuso*. 1ª.ed., Associação Brasileira de Engenharia Sanitária e Ambiental, São Paulo, 2001.

SILVA, T.T.; MODESTA, R.C.D.; PENHA, E.M.; MATTA, V.M.; CABRAL, L.M.C. *Suco de maracujá orgânico processado por microfiltração*. Pesquisa Agropecuária Brasileira, v.40, n° 4, 7p. , 2005.

SCOTT, K; HUGHES, R. *Industrial membrane separation technology*. London Blackie Academic & Professional, 305 p. 1996.

STRATHMANN, H. *Membrane processes for sustainable industrial growth*. Membrane Technology. n° 113, 1999.

TODA FRUTA, 2004. Disponível em: <<http://www.todafruta.com.br>>. Acesso em 28 de dezembro de 2009.

TODA FRUTA, 2006. Disponível em: <<http://www.todafruta.com.br>>. Acesso em 28 de dezembro de 2009.

TODA FRUTA, 2009. Disponível em: <<http://www.todafruta.com.br>>. Acesso em 28 de dezembro de 2009.

VAILLANT, F.; MILLAN, A.; DORNIER, M.; DECLOUX, M.; REYNES, M. *Crossflow microfiltration of passion fruit juice after partial enzymatic liquefaction*. Journal of food engineering, v.42, p.215-224, 1999.

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

VARNAN, A.H. e SUTHERLAND, J.P., *Bebidas: Tecnología, Química y Microbiología*. Ed. Acribia S.A., España, 487p. 1994.

7 Anexos

7.1 Anexo I

7.1.1 *Sólidos solúveis (°brix)*

O método refratométrico é capaz de correlacionar os índices de refração de soluções de sacarose p.a. à 20°C. Essa correspondência entre índices de refração e porcentagem de sacarose recebe o nome de graus Brix.

O instrumento ainda deve ser ajustado para a leitura de n 1,330 ou 0% de sacarose com água a 20°C. Na prática, homogenea-se a amostra, e coloca-se algumas gotas da amostra sob os prismas do refratômetro. A leitura refratométrica, ou o correspondente grau Brix é utilizado para expressar os sólidos solúveis.

7.1.2 *Açúcares redutores (método do dns - berkeley)*

O procedimento utilizado é uma variação do método original, modificado no Laboratório Lawrence Berkeley (Universidade da Califórnia), no que se refere à preparação de reagentes e comprimento de onda da leitura da absorvância de 540nm para 600nm. Em relação ao volume de reagente adicionado, optou-se pela metodologia atual utilizada no laboratório Berkeley, sendo a diluição da amostra com água, após o desenvolvimento da cor, introduzida por ZANIN e MORAES (1987) e descrita por PRATO (2003).

Reagentes

- Tartarato de Sódio e Potássio $C_4H_4O_6KNa.4H_2O$ (Sal de Rochelle);
- Fenol;
- Bissulfito de Sódio;
- Hidróxido de Sódio.

Metodologia para a preparação de Reagente DNS-1000ml

1) Solução 1: Dissolver 24g de NaOH em aproximadamente 200mL de água destilada e deixar resfriar à temperatura ambiente. A dissolução pode ser feita com auxílio de um agitador magnético, e o resfriamento pode ser acelerado colocando o béquer em um banho-maria contendo água à temperatura ambiente.

- 2) Solução 2: Dissolver 8g de DNS (ácido monohidrato ou sal monossódico) em aproximadamente 500mL de água destilada. Dissolver o mais completamente possível. Pode-se usar agitador magnético.
- 3) Solução 3: Pesar 5g de fenol e dissolve-lo em aproximadamente 80mL de água. Usar banho-maria (45 a 50°C) para facilitar a dissolução do fenol.
- 4) Solução 4: Adicionar, no agitador magnético, 15mL da solução 1 na solução 3.
- 5) Solução 5: Adicionar lentamente o restante da solução 1 na solução 2 e misturar para dissolver.
- 6) Solução 6: Adicionar 200g de tartarato de sódio e potássio na solução 5 e misturar até dissolução completa e não mais observar liberação de bolhas de gás.
- 7) Solução 7: Adicionar 5g de sulfitoácido de sódio (NaHSO_3) ou (6,1g de sulfito de sódio Na_2SO_3) na solução de fenol (Solução 4) e misturar até dissolver.
- 8) Solução 8: Adicionar a solução 7 na solução 6 e misturar. Completar o volume para 1 litro de solução e misturar.
- 9) Filtrar a solução 8 em funil de vidro sinterizado de 100mL. Adicionar ao filtrado 5g de NaHSO_3 ou 6,1g de sulfito de sódio Na_2SO_3 e misturar bem até dissolver.
- 10) Guardar a solução de DNS em frasco inerte, escuro, em condições mínimas de luz até o uso. Pode-se envolver o frasco com papel alumínio. Rotular e datar.

Observação: Todas as transferências das soluções e reagentes devem ser quantitativas.

Lavar o recipiente que as continha com pequenas porções de água destilada e cuidar para não ultrapassar o volume final de 1.000mL.

Preparação da Curva Padrão de Glicose + Frutose (1g/L)

- 1) A solução padrão de glicose + frutose pode ser preparada contendo 1 ou 2g de glicose + frutose/litro de solução. Pesar 0,5g de cada açúcar, dissolver em água, e deixar em repouso na geladeira por no mínimo 3 horas antes do uso. Retirar num erlenmeyer uns 100mL e deixar atingir o equilíbrio térmico com a temperatura ambiente.
- 2) A curva padrão de glicose + frutose é preparada de acordo com a metodologia indicada na tabela 17, para as soluções de 1g/l. No caso de 2g/l, adota-se a mesma sistemática observando-se que a concentração de glicose + frutose (coluna 4) será o dobro da indicada nesta tabela.

Tabela 17:Concentração da curva padrão de Glicose + Frutose (solução 1g/l).

<i>Tube n°</i>	<i>Volume da Solução Glicose + Frutose (ml)</i>	<i>Volume de água (ml)</i>	<i>Concentração Glicose + Frutose (mg/ml)</i>
1	0	4	0
2	0,2	3,8	0,05
3	0,4	3,6	0,1
4	0,6	3,4	0,15
5	0,8	3,2	0,2
6	1	3	0,25
7	1,2	2,8	0,3
8	1,4	2,6	0,35
9	1,6	2,4	0,4
10	1,8	2,2	0,45
11	2	2	0,5
12	2,2	1,8	0,55
13	2,4	1,6	0,6
14	2,6	1,4	0,65
15	2,8	1,2	0,7
16	3	1	0,75
17	3,2	0,8	0,8
18	3,4	0,6	0,85

19	3,6	0,4	0,9
20	3,8	0,2	0,95
21	4	0	1

- 3) De cada tubo (1 a 11) pipetar 0,5mL tomando o cuidado de trocar o ponteiro das pipetas cada vez que trocar de amostra. Fazer cada amostra (1 a 11) em duplicata.
- 4) Adicionar, com auxílio de dispensete, exatamente 2,5mL de solução de DNS (etapa 10), tampar os tubos.
- 5) Levar a estante contendo os tubos para um banho de água fervente, cuidando para que o volume de água esteja acima do volume da amostra nos tubos. Acionar o cronômetro e deixar ferver durante 10 minutos.
- 6) Retirar a estante do banho fervente e colocarem um banho com água equilibrada à temperatura ambiente. Deixar resfriar durante 3 – 5 minutos.
- 7) Adicionar, com auxílio de dispensete, exatamente 3mL de água destilada. A cor é estável durante 30 minutos.
- 8) Agitar em agitador “vortex” e ler a absorbância a 600nm, zerando o aparelho com o branco da amostra (tubo nº1). Observa-se que deve-se começar a ler as cubetas em ordem crescente de intensidade de cor e não lavar as cubetas com água, entre uma amostra e outra.
- 9) Construir um gráfico de “absorbância em função da concentração de glicose + frutose (mg/mL)”. Encontrar a equação de ajuste por regressão linear.

Observação: Sempre que utilizar um reagente novo, fazer uma nova curva padrão.

Determinação da Glicose + Frutose

- 1) Tomar 0,5mL da amostra que contém glicose + frutose, adicionar 2,5mL do reagente de DNS e proceder como indicado nas etapas (14) à (18).

2) Com o auxílio da curva padrão de glicose + frutose, determinar a quantidade de açúcares redutores, expressos como glicose + frutose presentes na amostra, não esquecendo de levar em consideração a diluição da amostra.

Observação: Sempre que se fizer uma análise de açúcares redutores, analisar três pontos da curva padrão com a solução estoque de glicose + frutose. Se os valores divergirem acima de 5% do valor original, preparar nova solução de glicose + frutose e obter uma nova curva padrão. (PRATO, 2003).

7.1.3 *Ácido ascórbico ou vitamina c*

Material

- Béquer de 250mL;
- Papel de filtro quantitativo;
- Frasco de erlenmeyer de 300mL;
- Pipetas de 1 e 10mL;
- Bureta de 25mL.

Reagentes

- Solução de ácido Sulfúrico a 20% (v/v);
- Solução de iodeto de potássio a 10% (p/v);
- Solução de amido a 1% (p/v).

Metodologia da preparação de Reagente

- *Solução de iodato de potássio 0,1N*: Coloque 5g de iodato de potássio na estufa a 110°C até peso constante. Pese 3,5668g para um litro de água (num balão volumétrico), sendo que 1mL de iodato 0,1N equivale a 8,806mg de ácido ascórbico.
- *Solução de iodato de potássio 0,01N*: Pipete 10mL de iodato de potássio 0,1N e dilua até 100mL, em balão volumétrico com água. (1mL de iodato 0,01N equivale a 0,8806mg de ácido ascórbico).

Procedimento de análise

Pese em um b quer de 250mL uma quantidade da amostra de tal forma que contenha ao redor de 5mg de vitamina C. Adicione 10mL da solu o de  cido sulf rico, a 20%. Homogeneize. Filtre. Receba o filtrado em um erlenmeyer de 300mL, lavando o filtro com 10mL da solu o de  cido sulf rico. Adicione 1mL da solu o de iodeto de pot ssio, 1mL da solu o de amido e agite. Titule com solu o de iodato de pot ssio at  colora o azul. (Dependendo da quantidade de vitamina C contida na amostra, utilize a solu o de iodato de pot ssio 0,1N ou 0,01N).

C culo

$(100 \times V \times F) / P = \text{mg de vitamina C por cento (p/p)}$

onde:

V   o volume de iodato de pot ssio gasto na titula o;

F   o fator de multiplica o que vale 0,8806;

P   o n  de g da amostra.

7.1.4  cidez Total Titul vel**Material**

- Proveta de 500mL;
- Erlenmeyer de 125 mL;
- Bureta de 25 mL;
- Vidro de rel gio.

Reagentes

- Indicador fenoftale na;
- Solu o de NaOH 0,01 N ou 0,1 N;

Procedimento

Pese 1 grama da amostra em um vidro de rel gio. Transfira para o frasco erlenmeyer de 125 mL, com aux lio de 50 mL de  gua. Adicione 2 gotas do indicador fenoftale na. Titule em solu o de NaOH at  colora o rosa

7.2 Anexo II

Modelo de teste de escala Hedônica.

Laboratório de Análise Sensorial		
Nome: _____	Data: / / _____	
Teste de Escala Hedônica		
Prove as amostras na seqüência apresentada, da esquerda para direita, coloque os números nos quadros abaixo a esquerda e atribua um valor de 1 a 9 de acordo com a escala		
AMOSTRA	VALOR	ESCALA
<input style="width: 80px; height: 20px;" type="text"/>	<input style="width: 80px; height: 20px;" type="text"/>	9 – Gostei MUITÍSSIMO
AMOSTRA	VALOR	8 – Gostei Muito
<input style="width: 80px; height: 20px;" type="text"/>	<input style="width: 80px; height: 20px;" type="text"/>	7 – Gostei Moderadamente
AMOSTRA	VALOR	6 – Gostei Ligeiramente
<input style="width: 80px; height: 20px;" type="text"/>	<input style="width: 80px; height: 20px;" type="text"/>	5 – Nem Gostei / Nem Desgostei
AMOSTRA	VALOR	4 – Desgostei Ligeiramente
<input style="width: 80px; height: 20px;" type="text"/>	<input style="width: 80px; height: 20px;" type="text"/>	3 – Desgostei Moderadamente
AMOSTRA	VALOR	2 – Desgostei Muito
<input style="width: 80px; height: 20px;" type="text"/>	<input style="width: 80px; height: 20px;" type="text"/>	1 – Desgostei MUITÍSSIMO
Comentários: _____		
