



unopar

**CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS
MESTRADO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE LEITE E
DERIVADOS**

ANA AMÉLIA NUNES PUPPIO

**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE UMA BEBIDA
MICROFILTRADA DE SORO DE LEITE E SUCO DE
LARANJA**

Londrina
2015

ANA AMÉLIA NUNES PUPPIO

**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE UMA BEBIDA
MICROFILTRADA DE SORO DE LEITE E SUCO DE
LARANJA**

Dissertação apresentada à UNOPAR, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Leite e derivados.

Orientador: Prof. Dr. Rafael Fagnani

Londrina

2015

ANA AMÉLIA NUNES PUPPIO

PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE UMA BEBIDA MICROFILTRADA DE
SORO DE LEITE E SUCO DE LARANJA

Dissertação apresentada à UNOPAR, no Mestrado em Ciência e Tecnologia de Leite e derivados, área e concentração em Tecnologia de Leite e Produtos Lácteos como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre conferida pela Banca Examinadora formada pelos professores:

Prof. Dra. Giselle Aparecida Nobre Costa
UNOPAR

Prof. Dr. Marly Sayuri Katsuda
UTFPR

Prof. Dr. Rafael Fagnani
UNOPAR

Londrina, 26 de junho de 2015.

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer ao meu dedicado orientador de curso Prof. Dr. Rafael Fagnani, professor competente que soube me direcionar com muita sabedoria. Agradeço pelos ensinamentos, conselhos, paciência e na confiança depositada em mim ao longo desses meses de trabalho. A banca avaliadora que dispôs de seu valioso tempo para avaliar o meu trabalho.

A todos os professores deste curso, pessoas de grande valor e sabedoria. Fico muito feliz e honrada pela oportunidade de poder atuar e aprender ao lado desses excelentes profissionais, incansáveis na tentativa de ensinar e consolidar os ensinamentos adquiridos durante todo o curso.

A banca que se disponibilizou a corrigir o meu trabalho com toda dedicação.

Aos atenciosos técnicos de laboratório e estagiários que estiveram ao meu lado, agradeço pela doação do seu tempo e disposição ao meu trabalho e suas inúmeras repetições.

Aos meus colegas do mestrado pelos ensinamentos, orientações e ajuda sempre que precisei.

A CAPES, por financiar este estudo e facilitar a busca ao conhecimento.

Muito obrigada!

“Talvez não tenha conseguido fazer o melhor, mas lutei para que o melhor fosse feito. Não sou o que deveria ser, mas Graças a Deus, não sou o que era antes” (Marthin Luther King)

PUPPIO, Ana Amélia N. **Produção e caracterização de uma bebida microfiltrada de soro de leite e suco de laranja**. 2015. 88fls. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Leite e derivados) – Centro de Ciências Agrárias, Universidade do Norte do Paraná, Londrina, 2015.

RESUMO

O soro de leite é considerado um subproduto da indústria leiteira, e um dos seus usos em destaque é a formulação de bebidas a base de soro e suco de frutas. Porém, sabe-se que os processos de tratamento do mesmo para eliminar a contaminação microbiológica e estender sua vida útil são em sua maioria térmicos, que causam alterações sensoriais e nutricionais no produto final. Como processos de esterilização alternativos a microfiltração mantém as características originais do produto, por não exigir aquecimento, porém pode ocorrer o entupimento das membranas causado pelos compostos do produto utilizado que podem ocasionar problemas. O objetivo deste trabalho foi avaliar a viabilidade tecnológica de produzir uma bebida microfiltrada composta de soro de leite em pó e suco de laranja. Foram avaliadas a qualidade microbiológica, físico química, sensorial e a vida útil do produto durante 28 dias. Em relação ao fluxo do permeado o mesmo se iniciou com valores médios de 173 L/hm² e devido ao *fouling* da membrana chegou a 124 L/hm² no final do processo. A bebida produzida manteve os valores de gordura, pH e cinzas sem diferença significativa da matéria-prima, porém os teores de proteína, extrato seco, viscosidade ($p < 0,05$), absorvância e transmitância foram reduzidos após o processamento. Na contagem microbiológica de aeróbios mesófilos a redução foi de 3,71 ciclos logarítmicos, e a contagem de leveduras e coliformes a 35°C também reduziram significativamente, enquanto os de bolores e *E.coli* se mantiveram estáveis pelo fato de as contagens iniciais já serem baixas, como no caso da *E.coli*. que estava totalmente ausente. Em relação à vida de prateleira, durante os 28 dias que foram avaliados o pH e a contagem microbiológica do produto se manteve sem alterações significativas. Na análise sensorial a bebida teve boa aceitabilidade, tendo o índice de aceitabilidade de 70,3% para impressão global do produto, exceto para os quesitos aroma, sabor e acidez que podem ser melhorados. Sendo assim, pode-se concluir que a bebida produzida teve resultados físico-químicos desejáveis. Porém, ainda se fazem necessários novos estudos para avaliar a vida de prateleira da bebida acima de 28 dias, analisar outros compostos nutricionais e desenvolver estratégias para evitar o entupimento da membrana reduzindo à retenção de partículas desejáveis a composição da bebida.

Palavras-chave: microfiltração, membrana, fruta.

PUPPIO, Ana Amélia N. **Production and characterization of a microfiltered whey beverage and orange juice**. 2015. 88fls. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Leite e derivados) – Centro de Ciências Agrárias, Universidade do Norte do Paraná, Londrina, 2015.

ABSTRACT

Whey is a by-product of the dairy industry, and their use is highlighted in the formulation of beverages based on fruit juice and whey. However, it is known that the same treatment process to eliminate microbial contamination and to extend its lifetime are for the most heat, which cause sensory and nutritional changes in the final product. As alternative sterilization processes microfiltration retains the properties of the product, by not requiring heating, but can occur clogging of the membranes caused by the compounds used product that can cause problems. The objective of this study was to assess the technological feasibility of producing a beverage made up of micro-filtered whey powder and orange juice. The microbiological quality, chemical physical, sensory and shelf life of the product were evaluated for 28 days. In relation to the same permeate flux began with mean values of 173 L/hm² and due to fouling of the membrane reached 124 L/hm² the end of the process. The beverage produced kept fat, pH and ash no significant difference in raw materials, but the protein, dry matter, viscosity ($p < 0.05$), absorbance and transmittance were reduced after processing. In mesophilic aerobic microbial count reduction was 3.71 log cycles, and enumeration of yeasts and coliforms at 35°C also significantly lowered, while the molds and E.coli were stable because the initial counts are already low, as in E. coli. It was totally absent. With regard to shelf life, during the 28 days were evaluated the pH and microbial count of the product was maintained without significant changes. In sensory evaluation the beverage had good acceptability, having 70.3% acceptability to the overall impression of the product, except for questions aroma, flavor and acidity that can be improved. Thus, it can be concluded that the beverage produced has desirable physical and chemical results. However, still are necessary further studies to evaluate the shelf life of the drink over 28 days to analyze other nutritional compounds and develop strategies to prevent clogging of the membrane by reducing the particle retention desirable composition of the drink.

Keywords: microfiltration, membrane, fruit.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1** - Classificação das membranas quanto a sua seletividade 22
- Figura 2** - Mecanismo proposto na rejeição de solutos durante a ultrafiltração de lodos ativados 31
- Figura 3** - Diagrama da microfiltração em escala piloto, com manômetros de pressão (P1, P2 e P3) 49
- Figura 4** - Fluxo do permeado ao longo do tempo 55
- Figura 5** – Média e intervalo de confiança (95%) para viscosidade, pH, porcentagem de proteína, gordura, extrato seco total (EST), cinzas, absorvância e transmitância de uma bebida composta de soro de leite e suco de laranja antes (matéria prima) e depois do processo de microfiltração (permeado)..... 58
- Figura 6** - Medianas para contagens de aeróbios mesófilos (Am), bolores (Bol), leveduras (Lev), coliformes à 35oC (Ct), E.coli (Ec) e pH de uma bebida composta de soro de leite e suco de laranja durante o armazenamento à 4°C durante 28 dias 66
- Figura 7** - Frequência absoluta de 87 provadores agrupados conforme o gênero, prática de atividade física e idade 68
- Figura 8** - Mediana, quartis (25%-75%) e intervalo (mín-máx) de escores sensoriais da impressão global, aroma, sabor, cor, doçura, acidez e intenção de compra de uma bebida microfiltrada de soro de leite e suco de laranja em uma população de 87 provadores 68

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Mediana, média e desvio padrão (DP) para contagens de aeróbios mesófilos, bolores, leveduras, coliformes à 35°C e *E.coli* de uma bebida composta de soro de leite e suco de laranja antes (matéria prima) e depois do processo de microfiltração (permeado) 64

Tabela 2 - Mediana (Med), média e desvio padrão ($\bar{x} \pm \sigma$) de escores sensoriais da impressão global, aroma, sabor, cor, acidez e intenção de compra de bebida microfiltrada de soro de leite e suco de laranja, realizados com 87 provadores agrupados segundo o gênero, prática de atividade física e idade 71

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Componentes e vitaminas do leite e do soro	16
--	----

SIGLAS UTILIZADAS

MF – Microfiltração

UF - Ultrafiltração

NF - Nanofiltração

RO –Osmose reversa

nm - nanômetro

µm - micrômetro

WPC – concentrado de proteína do soro do leite

IWP – Whey protein

IMP – isolado de leite

TIA – Tecnologia industrial aplicada

CCS - Contagem células somáticas

UHT - Ultra high temperature

β-LG - betalactoglobulina

α – LA - alfa-lactoalbumina

IBGE - Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística

FDA - Food and Drug Administration

PCA – Plate Count Agar

UFC – Unidades formadoras de colônias

DP – desvio padrão

PSM – Processo de separação por membranas

EST – extrato seco

UA – absorvância

MWCO - Molecular Weight Cut-Off's

IA – índice de aceitabilidade

PTM - pressão transmembrana

NTU – unidades nefelométricas de turbidez

mPa.s – pascal-segundo

J – fluxo do permeado

FCV – fator de concentração volumétrica

ESL - Extended Shelf Life Milk

PFR – Taxa de fluxo de permeado

Qf – fluxo de água do permeado

SUMÁRIO

1. Revisão Bibliográfica	15
1.1. Soro de leite	15
1.2. Panorama da tecnologia de membranas	18
1.3. Processos de membrana	20
1.3.1. Características da Microfiltração	25
1.3.2. Limitações dos processos de filtração ou separação de micro-organismos	29
1.4. Suco de laranja	33
Referências	35
2. Objetivos	43
2.1. Geral	43
2.2. Específicos	43
3. Artigo para publicação	44
Resumo	45
Abstract	46
3.1. Introdução	47
3.2. Material e métodos	48
3.2.1. Matérias-primas	48
3.2.1.1. Equipamentos	49
3.2.2. Produção da bebida	50
3.2.2.1. Processo de fabricação	50
3.2.2.2. Avaliação do fluxo do permeado	51
3.2.2.3. Análise físico-química	51
3.2.2.4. Análise microbiológica	52
3.2.2.4.1. Avaliação do efeito da microfiltração na redução da carga microbiana	52
3.2.2.4.2. Avaliação da vida útil da bebida proposta processada por microfiltração	53
3.2.2.5. Análise sensorial.....	53
3.3. Estatística.....	54
3.4. Resultados e discussão.....	55

3.4.1. Fluxo do permeado.....	55
3.4.2. Análise Físico-química.....	58
3.4.3. Contagem microbiológica.....	63
3.4.4. Análise sensorial.....	66
3.5. Conclusão.....	72
Referências.....	73
3. Conclusões gerais.....	79
Anexos.....	80
Anexo A – Rótulo soro em pó.....	81
Anexo B – Rótulo suco concentrado.....	82
Anexo C – Parecer Comitê de Ética.....	83
Apêndices.....	84
Apêndice A – Fichas sensorial.....	85
Apêndice B – Termo de Consentimento Livre e Esclarecido.....	87

1. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

1.1 SORO DE LEITE

De acordo com a Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA) a produção brasileira de queijo em 2006 foi de 495.000 toneladas, gerando cerca de 4,45 milhões de litros de soro de queijo (BRASIL, 2007a). Por outro lado, apesar desta grande produção, o Brasil ainda é um grande importador de produtos de soro, como por exemplo, o soro em pó. No ano de 2005 foram importadas em torno de 31,7 mil quilos destes produtos, enquanto no ano de 2006, entre os meses de janeiro a julho, estes valores atingiram o total de 17 mil quilos (BRASIL, 2007b).

O soro do leite é um líquido amarelo-esverdeado com aproximadamente 20% das proteínas solúveis do leite, quase todo o açúcar (lactose) e cerca de 50% de todos os nutrientes do leite (SANTOS et al., 2008). Essas proteínas solúveis possuem elevado teor de aminoácidos essenciais, lhe conferindo um alto valor nutricional. Com sabor ligeiramente ácido ou doce, sua composição pode variar de acordo com o processamento pelo qual foi extraído do leite (OLIVEIRA, 2011).

Quando obtido através da coagulação das caseínas, pode ser classificado em ácido ou doce. Segundo Ordóñez (2005), o ácido, é procedente da coagulação ácida do leite em pH em torno de 4,5. Por sua vez, o soro doce é procedente da coagulação enzimática do leite em pH próximo de 6,4. Soro doce, ácido e desmineralizado têm sido igualmente usados extensivamente em aplicações industriais para a fabricação de bebidas, iogurtes e outros produtos com base láctea (TAGLIARI, 2011).

Todos os tipos de soro apresentam alta digestibilidade e todos os aminoácidos essenciais, sendo que as suas proteínas são rapidamente absorvidas pelo organismo, estimulando a síntese de proteínas sanguíneas (TAGLIARI, 2011). Os principais componentes e vitaminas do leite e do soro estão listados no quadro abaixo:

Quadro 1 – Componentes e vitaminas do leite e do soro

<i>Componentes (%)</i>	<i>Leite</i>	<i>Soro de Leite</i>
Umidade	87,1	93,4
Proteína	3,3	0,8
Gordura	2,6	0,5
Lactose	4,6	4,9
Cinzas	0,7	0,5
<i>Minerais</i>	mg/L	mg/L
Cálcio	1170	430
Sódio	480	500
Magnésio	110	88
Potássio	1430	1600
Fósforo	950	400
<i>Vitaminas</i>	mg/L	mg/L
Tiamina	0,44	0,38
Riboflavina	1,7	1,2
Ácido nicotínico	1,3	0,85
Ácido pantotênico	3,5	3,4
Piridoxina	0,5	0,42
Cobalamina	0,004	0,00003
Ácido ascórbico	15	2,2

FONTE: (PAULA, 2005)

O soro contém uma grande quantidade de proteínas e peptídeos biologicamente ativos, além das principais proteínas que são a beta-lactoglobulina, alfa-lactoalbumina, o glicomacropeptídeo, a protease peptona, as imunoglobulinas e a albumina sérica bovina. Todas essas proteínas têm efeitos nutricionais e fisiológicos, como melhora no desempenho físico, na recuperação após o exercício, na prevenção da atrofia muscular; na saciedade e controle de peso; na saúde cardiovascular, efeitos anti-cancerígenos; no tratamento de feridas e reparação celular; no controle de infecções; na nutrição infantil e no combate ao envelhecimento (SMITHERS, 1998).

Cada mil litros de soro contém em média 50Kg de lactose, 8Kg de sais

minerais, 8Kg de proteínas (albuminas e globulinas de alto valor nutricional), 4Kg de gordura, além de outros componentes em baixa concentração (OLIVEIRA, 2006).

No Brasil, o soro representa um grande volume para as queijarias, sendo boa parte destinada à alimentação animal ou a produção de derivados com baixo valor agregado, como a ricota (LIZIERE; CAMPOS, 2001). Quando o mesmo é despejado junto aos demais resíduos das indústrias de laticínios, pode significar duplicação do sistema de tratamento, pois possui elevada demanda biológica de oxigênio (GIROTO; PAWLOWSKY, 2001). O componente mais valorizado do soro pelas indústrias alimentícias, em virtude de suas importantes propriedades funcionais, é a proteína. Dentre essas propriedades destacam-se a solubilidade, ligação e absorção de água, viscosidade, geleificação, elasticidade, emulsificação e formação de espuma (MARQUES, 2012).

De acordo com Reis (2013) o desenvolvimento de alternativas para o aproveitamento apropriado do soro de leite como na elaboração de derivados lácteos é de extrema importância em função de sua qualidade nutricional, volume produzido e poder poluente. O tratamento do soro é um dos processos da indústria de laticínios que mais utiliza membranas, sendo quatro delas amplamente usadas: a osmose reversa, a NF, a UF e a MF (LIRA et al. 2009).

No Brasil, o soro ainda pode ser melhor aproveitado, visto que grande parte não recebe o tratamento adequado, sendo desperdiçado sob a forma líquida em efluentes e gerando prejuízos sociais, econômicos e ambientais. Uma importante fonte de proteínas e lactose a um baixo custo poderia ser melhor aproveitada gerando empregos diretos e indiretos, aumentando a renda dos empresários do ramo e criando maior circulação de capitais, além de diminuir os gastos com tratamentos de efluente, e danos ambientais (OLIVEIRA, 2006).

Nos Estados Unidos o consumo de bebidas enriquecidas nutricionalmente expandiu muito nos últimos dez anos. Este tipo de produto tem despertado o interesse de diversos setores da sociedade, não só o dos esportistas, tendo em vista uma maior preocupação da população com o bem estar físico e com a saúde. Sendo assim, a utilização de soro de leite na elaboração de bebidas constitui uma forma racional de aproveitamento, além de apresentar excelente valor nutritivo e fornecer alta qualidade protéica com um baixo teor de gordura

(ALMEIDA; BONASSI; ROÇA, 2001).

Atualmente, as bebidas contendo soro de leite são realidade no mercado brasileiro, com uma gama consumidora bastante promissora, podendo ser processadas de diversas maneiras: UHT, pasteurizada, fermentadas semelhantes ao iogurte, carbonatadas e em diversos sabores. Segundo Bosi et al. (2013), bebidas elaboradas com até 60% de soro de leite podem constituir uma boa alternativa de aproveitamento desse subproduto em laticínios. No entanto, são necessários estudos complementares para avaliação da vida útil dos produtos.

O aroma do soro, particularmente do soro ácido, é mais compatível com aromas cítricos, principalmente laranja e limão. Várias bebidas experimentais aromatizadas com frutas cítricas já foram desenvolvidas e obtiveram grande aceitação junto ao mercado consumidor (BRUNNER; FINLEY; BLANKELY, 1969).

Em relação a novas tecnologias para o reaproveitamento do soro a MF visa reduzir o desperdício e produzir produtos com segurança microbiológica e mantendo os sabores originais (BALDASSO, KANAN, TESSARO, 2011). Esse produto ainda pode ser utilizado na produção de etanol, biomassa, leveduras para panificação, fórmulas infantis, hidrolisados, concentrados, produção de ácido propiônico, sais orgânicos, ácido acético, elaboração de ricota, bebidas fermentadas, películas comestíveis e outros produtos (HUERTAS, 2009).

1.2 PANORAMA DA TECNOLOGIA DE MEMBRANAS

A tecnologia de filtração por membranas teve seu primeiro uso destacado no ano de 1960, cujo objetivo era a dessalinização da água. Já em escala comercial seu desenvolvimento emergiu em 1980, nos Estados Unidos e na Noruega. A descoberta da MF na indústria leiteira surgiu na década de 1980 com o desenvolvimento de novas membranas cerâmicas que compreendem uma geometria e um suporte de canais altamente permeáveis. Atualmente, o leite microfiltrado não é comercializado no mercado brasileiro. Entretanto, países como a França, Itália, EUA e Canadá, já o comercializam, com uma validade de quinze dias, desde 1998 (HABERT et al., 2000; MULDER, 2000; SCHNEIDER, TSUTIYA, 2001).

Apesar do elevado volume de soro de leite produzido anualmente no Brasil, o país importa um alto volume deste subproduto, pois seu beneficiamento requer a aplicação de tecnologias ainda não adaptadas à realidade nacional. O processo de industrialização do soro, em geral, requer a utilização de instalações industriais com um determinado grau de complexidade, o que demanda um investimento financeiro considerável. A tendência é a instalação de unidades centrais de processamento, que recebam o soro produzido pelas queijarias de uma determinada região (ALVES, et al., 2014).

Dentro dessa produção de soro encaixa-se o processo de separação por membranas, que proporciona a remoção parcial da água com o aumento do teor de sólidos e, conseqüentemente, melhora a conservação do produto, e reduz os custos de transporte. No entanto, muitas indústrias ainda consideram o soro como um efluente, o qual, quando indevidamente tratado, gera um sério problema ambiental devido à sua elevada carga orgânica. Estes fatores tornam importante o desenvolvimento de alternativas para um adequado aproveitamento do soro de leite (ALVES, et al., 2014).

Os processos de membrana também são úteis para o desenvolvimento de novos produtos de valor agregado por separação dos compostos menores, como peptídeos bioativos, fatores de crescimento e de oligossacarídeos do leite. A tecnologia de membranas ainda não está totalmente explorada na indústria de laticínios, principalmente por causa da baixa demanda ou da imaturidade do mercado (POULIOT, 2008).

O soro de leite tem sido privilegiado para a extração de fatores de crescimento, como as imunoglobulinas, devido a sua fácil disponibilidade. No entanto, uma vez que o colostro bovino contém tipicamente 10-15 vezes a quantidade de leite em termos de fatores de crescimento, que tem atraído recentemente alguma atenção, e foram propostas técnicas baseadas em separações MF/UF para a extração de imunoglobulinas e fatores de crescimento para produzir ingredientes de saúde (PIOT et al., 2004).

Para que a indústria de membranas consiga um destaque ainda maior se fazem necessárias algumas inovações, como o desenvolvimento de novos tipos de cerâmicas e materiais poliméricos que compõe a membrana e que as mesmas consigam ser eficiente em grandes variações de pH e temperatura e que tenham uma resistência química melhor e uma maior duração da mesma

(HAIRSTON, 2000).

1.3 PROCESSOS DE MEMBRANA

Processo de membrana é qualquer processo de separação de componentes de um fluido através de uma membrana semipermeável. Essa tecnologia pode ser usada para concentrar ou fracionar os componentes de um líquido, obtendo-se produtos que diferem em sua composição. O processo de separação baseia-se na permeabilidade seletiva da membrana em relação ao tamanho molecular dos componentes do fluido. A membrana pode ser composta de materiais feitos a partir de alumina (que são os mais desenvolvidos), carbono, aço inoxidável. As membranas podem ser constituídas de polímeros orgânicos ou inorgânicos, metal, cerâmica, camadas químicas, líquidos ou gases (RIBEIRO et al., 2005; DELCOLLE, 2010).

Nos processos de membrana as moléculas de tamanho inferior ao do poro da membrana passam através dela, enquanto as de tamanho superior ficam retidas. O fluido que atravessa a membrana é chamado de filtrado ou permeado, enquanto o fluido que fica retido é chamado de concentrado ou retentado (GIRALDO-ZUNIGA et al., 2004; ORDÓNEZ, 2005).

As forças motrizes mais comumente utilizadas para promover processos de separação por membranas são gradientes de pressão, de campo elétrico, ou ainda, um potencial químico. Quando a força responsável por movimentar o fluido é um gradiente de potencial químico o processo recebe o nome de diálise e a separação depende primordialmente das diferenças na difusibilidade das espécies. Quando a força motriz é um gradiente de potencial elétrico, o processo é denominado eletrodiálise e a separação depende de diferenças dimensionais e de densidade de carga elétrica das espécie (ARMOA; JUNIOR, 2011).

Pode-se ainda fazer combinações entre mais de uma força motriz, como no caso das separações por permeação gasosa, nas quais se usam gradientes de pressão e potencial químico. De acordo com a dimensão dos poros da membrana determina-se o fenômeno do transporte dominante no processo de permeação apresentados a seguir (ARMOA; JUNIOR, 2011).

As membranas podem ser classificadas em duas classes de acordo com a sua composição química, em membranas orgânicas e inorgânicas. As

orgânicas são constituídas por polímeros orgânicos (acetato de celulose, poliamidas ou polisulfonas) e amplamente utilizadas nos processos comerciais de osmose reversa. Porém, apresentam algumas limitações em seu emprego quanto às condições de utilização por apresentarem sensibilidade a variações de temperatura, pH e pressão, a ação de alguns solventes e também a ataques por micro-organismos. Por sua vez as inorgânicas são constituídas por óxidos tais como sílica, titânia, zircônia e alumina, , que podem ser utilizados isoladamente ou combinados, como é o caso das membranas compostas. Há também outros tipos, inclusive anteriores historicamente em relação a estas, como é o caso das membranas de carbono microporoso, preparadas a partir da pirólise controlada de polímeros orgânicos em atmosfera inerte, prestando-se a uma ampla utilização para purificação de líquidos ou gases em sua plenitude, devido à grande área de superfície e conseqüente capacidade de adsorção em seus poros, que apresentam tamanho da ordem de 2 nm (BURGGRAFF, KEIZER, 1991; ZAHID, 1993).

As membranas também são classificadas de acordo com sua morfologia, em densas ou porosas. Membranas densas não possuem poros na superfície em contato com a solução a ser processada e o transporte de moléculas envolve etapas de sorção e desorção dos componentes na superfície da membrana. Em processos que utilizam membranas porosas, a capacidade seletiva está associada à relação entre o tamanho dos poros da membrana e o tamanho das espécies presentes, que devem ser inertes em relação ao material que constitui a membrana (KASTER, 2009).

Assim dentre os processos de separação por membranas destacam-se a microfiltração (MF), ultrafiltração (UF), a nanofiltração (NF) e a osmose reversa (OR), que são classificadas de acordo com a permeabilidade e apresentam, nesta sequência, a diminuição dos poros, como é possível observar na imagem abaixo (OSTERGAARD, 1989; MIERZWA et al., 2008) (Figura 1). À medida que se diminui o diâmetro médio dos poros das membranas tem-se o aumento da pressão: 0,2 bar a 3,45 bar, para a MF; 0,5 bar e 5 bar, para a UF; 1,5 bar e 40 bar, para a NF; e de 20 bar a 100 bar, para a OR (TEIXEIRA, 2001).

Figura 1 - Classificação das membranas quanto a sua seletividade



FONTE: MIERZWA et al. (2008).

O tamanho dos poros da membrana de MF pode variar entre 0,05 μm e 5 μm . As pressões transmembrana empregadas como força motriz para o transporte são baixas, geralmente não ultrapassando 3 bar. A MF é capaz de remover partículas cujo tamanho varia de 0,1 a 10 μm (partículas coloidais, bactérias) dos meios de filtrados (RIBEIRO, et al., 2005; SMORADA, BÚGEL, KANUCHOVÁ, 2012).

Por sua vez a UF é um processo que utiliza tipicamente uma PTM (pressão transmembrana) de 275 kPa e o diâmetro dos poros variam entre 0,05 μm e 1 nm, sendo utilizado na separação de macromoléculas com peso molecular superior a 1 kDa. É constituída de materiais poliméricos como polisulfonas, derivados de celulose e policarbonitrila (MARELLA, MUTHUKUMARAPPAN, METZGER, 2011; RODRIGUES et al., 2013). Ela compreende um processo de separação por membrana, tipicamente usado para retenção de macromoléculas do leite, permitindo uma variação na concentração dos componentes do soro de leite ou leite, devido à retenção de proteínas e permeabilidade seletiva de lactose, minerais, água e compostos de baixa massa molar (BALDASSO, BARROS, TESSARO, 2011). Este permeado obtido tem características osmolíticas e apresentam nutrientes naturais, o que mostra ser promissora a sua utilização como base na formulação de produtos destinados a auxiliar a hidratação após atividade física (FONTES et al., 2015).

A NF possui poros entre 0,5-1 nm e tem a capacidade de concentrar, fracionar ou purificar soluções aquosas de solutos orgânicos com um peso molecular entre 100 e 1000 Da, retendo moléculas divalentes como os sais minerais e permitindo a passagem apenas de íons. As pressões médias utilizadas são maiores, variando entre 1 e 4MPa. A maioria das membranas de NF é suportada por materiais compostos de substrato de polímeros como poliamidas e polisulfonas (SALEHI et al., 2011).

Uma das aplicações promissoras de NF na indústria de alimentos está relacionada com as indústrias de bebidas, devido aos pequenos íons monovalentes serem retidos pela membrana enquanto as moléculas maiores, como os açúcares são retidos. Além disso, o processo de NF pode ser utilizado em produtos alimentares fermentados, como exemplo, a cerveja e o vinho (SALEHI, 2014).

Na indústria dos laticínios, o processo de NF é utilizado para concentrar e desmineralizar parcialmente o soro de leite líquido, tendo a capacidade de concentrar e separar minerais. Devido à seletividade das membranas aos íons monovalentes e aos ácidos orgânicos, algumas moléculas de lactose podem passar pela membrana (SALEHI, 2014).

Membranas de OR são caracterizados por um MWCO (Molecular Weight Cut-Off) de aproximadamente 100Da, e o processo envolve pressões de 5-10 vezes maior do que aqueles utilizado na UF. Ele utiliza pressões entre 4 e 10 MPa e tem a capacidade de reter moléculas monovalentes como os íons (BAKER, 2004)

NF e OR têm sido muito utilizadas na concentração de soro de leite e têm permitido o desenvolvimento de uma ampla gama de concentrados de proteína sérica. Entre as aplicações atuais promissoras para a tecnologia de membranas em processamento de soro de leite são as que se destinam para aumentar o teor de proteína de WPC e fracionamento proteínas de soro de leite (SALEHI, 2014).

A UF desde 1981, tornou-se uma das técnicas mais utilizadas para recuperar as proteínas solúveis do soro, o uso da diafiltração, que é um modo de separação da UF em que ocorrer adição de água em algumas etapas, durante o processo, foi um fator significativo para a intensificação do uso desse processo na purificação e concentração de proteínas (BRANS et al., 2004).

Os processos de separação por membranas estão presente na indústria farmacêutica, na indústria química (VADI; RIZVI, 2001), no tratamento de águas residuais (WEND et al., 2003), nos procedimentos médicos (hemodiálise) (MENESES, et al.,2014), na biotecnologia (fracionamento e purificação de proteínas) (CHERYAN, 1998) e na indústria de alimentos (DEY et al., 2004; WEND et al., 2003).

As principais características dos processos de separação por membranas (PSM) é que são energeticamente favoráveis e extremamente simples do ponto de vista operacional e em termos de ampliação de escala (NOBREGA, BORGES, HABERT, 2005). Outras vantagens que encontramos nos processos de separação por membranas são a alta seletividade; simplicidade de operação e escalonamento; possibilidade de separação de componentes sem a necessidade de utilização de altas temperaturas, resultando em produtos de maior qualidade, com mínimas modificações sensoriais e nutritivas; além de menor gasto energético (ORDÓNEZ, 2005; DEBON, 2009).

Especificamente na clarificação de sucos, tais processos apresentam diversas vantagens, como a eliminação do uso de terra diatomácea, reduzindo tanto o custo operacional quanto o custo para o seu descarte; o aumento da qualidade do produto pela redução da sua turbidez; o aumento do rendimento do processo; a redução de custos e do tempo de trabalho e a possibilidade de recuperação de enzimas presentes no próprio suco. A MF e a UF atuam ainda como uma pasteurização a frio, preservando o valor nutricional e sensorial do produto (MATTA, CABRAL, SILVA, 2004).

Segundo Rosenberg (1995) a indústria de leites e derivados tem utilizado e estudado outros processos que podem ser realizados com os processos de membrana como saneamento de leite desnatado ou soro de leite por MF para remover bactérias e esporos; concentração de leite ou proteína de soro de leite ou fracionamento por UF, para se obter produtos de alto valor, como o leite (MPC) ou soro de leite (WPC) concentrado de proteína, isolado leite (IMP) ou Whey Protein (IWP), purificado α -lactalbumina, β -lactoglobulina, etc; obtenção de leite desnatado ou soro concentração para 20-22% de sólidos totais por OR; tratamento de águas residuais de laticínios por UF.

1.3.1 CARACTERÍSTICAS DA MICROFILTRAÇÃO

A MF é um processo amplamente usado com muitas aplicações na indústria de alimentos. Além do clareamento de cerveja e suco de frutas há um grande interesse para aplicações em produtos lácteos (SABOYA, MAUBOIS, 2000). As aplicações da MF na indústria leiteira incluem a remoção de bactérias, esterilização do leite para a produção de queijo, separação da caseína micelar e gordura do leite, purificação do soro de leite e uso em salmouras (MOUROUZIDIS – MOUROUZIDIS, KARABELAS, 2008).

Comercialmente, os tubos cerâmicos porosos para MF são formados por duas partes: um substrato e uma membrana, ambos porosos, mas com finalidades distintas. O substrato proporciona resistência mecânica em uso, apresenta porosidade na faixa de 30 a 40%, poros de 1 a 3 μm de diâmetro e espessura de parede em torno de 2 mm. Por sua vez a membrana é localizada sobre a parede interna do equipamento é utilizada para a MF das emulsões. Ainda segundo a literatura, para uma alta eficiência durante a MF, os valores de fluxo devem estar na faixa de 15 a 90 ($\text{l/m}^2\text{h bar}$) e o coeficiente de rejeição deve ser maior que 99%. Este coeficiente indica a capacidade do filtro na redução do teor de impurezas da emulsão. Caso esses parâmetros não forem seguidos a eficiência da membrana não será total e o risco de entupimento será maior (ROSA, SALVINI, PANDOLFELLI, 2006).

De acordo com a evolução tecnológica, as membranas podem ser classificadas em três classes distintas. Na primeira geração estão as membranas derivadas de acetato de celulose que foram desenvolvidas originalmente para dessalinização da água do mar. São sensíveis ao pH (3 a 8) e a temperatura (máximo 50°C) e susceptíveis aos micro-organismos e desinfetantes (CHERYAN, 1998). As da segunda geração são elaboradas com polímeros sintéticos, principalmente derivados de polissulfona ou poliolefina. Foram introduzidas a partir de 1975, com diferentes composições químicas e propriedades funcionais, tais como as de poliamidas e polibenzimidazóis que são resistentes à hidrólise e ao ataque de micro-organismos, porém degradam na presença de cloro.

As membranas de terceira geração são membranas constituídas de material cerâmico a base de óxido de zircônio ou alumina depositados sobre superfície

de grafite ou outros materiais. Apresentam grande resistência mecânica, suportam altas pressões, toleram toda faixa de pH (0 a 14) e temperaturas superiores a 400°C. São quimicamente inertes e de custo muito elevado (SUTHERLAND, FREE, 1991).

Surge então como inovação alguns tipos de membranas como a GP® (Société des Céramiques et Techniques, France) e Isoflux® (Tami, France) para minimizar os problemas de incrustação. Esses materiais diminuem o risco de contaminação e aumenta a qualidade do produto final. Os novos sistemas são simples e adaptáveis aos equipamentos convencionais, aumentando ainda mais a sua viabilidade. Outra inovação é o Microsieve®, uma micropeneira que possui poros muito estreitos associados ao nitreto de silício, tornando sua superfície mais lisa e evitando o fouling (GARCIA, BLANCO, RODRIGUÉZ, 2013).

Os sistemas de micro e UF podem ser de dois tipos quando consideramos a direção e o fluxo do fluido, o primeiro é o convencional ou “dead end”, onde o fluido passa pela membrana em apenas uma direção e o cross-flow ou tangencial que ocorre em duas direções (PAULSON, WILSON e SPATZ, 1984).

No sistema de filtração convencional, o escoamento do fluido (líquido ou gasoso) é perpendicular à superfície da membrana. Isso provoca o depósito dos solutos sobre a mesma, sendo necessária a interrupção do processo para limpeza ou substituição do filtro. Na filtração tangencial por membranas, o escoamento do fluido é paralelo à superfície da membrana. Devido à alta velocidade ocorre o arraste dos solutos que tendem a se acumular na superfície, o que torna esse processo mais eficiente (PAULSON, WILSON e SPATZ, 1984).

MF de fluxo cruzado (cross-flow) ou tangencial é um processo eficiente e de menor gasto energético, que é utilizado para separar partículas finas (na gama de 0,1 a 10 µm) em indústrias químicas, biotecnológicas e de processamento de alimentos. Na indústria de laticínios, a MF de fluxo cruzado é usada para a remoção de bactérias e gordura, o fracionamento de proteínas do leite e na separação de micelas de caseína e as proteínas do soro. A principal aplicação da MF é o pré-tratamento de soro de leite para produzir a proteína de soro de leite concentrada durante a UF. Isto serve para remover componentes indesejáveis, tais como gordura e micelas de caseína (CANCINO, ESPINA,

ORELLANA, 2006; HWANG, LIAO, TUNG, 2008; CHUANG, WU, 2008).

Em processos de filtração tangencial, a parte da solução que não atravessa a membrana (retentado ou concentrado) é geralmente recirculada como o objetivo de extrair a maior quantidade possível de microfiltrado e/ou concentrar determinado(s) componente(s) do retentado. A espessura da membrana é de cerca de 3-5 mm (REZZADORI, 2010). As membranas cerâmicas são as únicas que satisfazem todas as exigências de aplicações na indústria de laticínios, ou seja, um forte resistência mecânica que permite que a utilização velocidades de recirculação de alta viscoso MF retentados, uma grande tolerância para o pH (0,5 a 13,5), permitindo seu uso para a limpeza no local de soda cáustica (até 3%), de ácido nítrico (2%) acrescentado de ácido fosfórico e fluorídrico (SABOYA, MAUBOIS, 2000).

A MF tangencial tem sido aplicada com sucesso para alguns sucos altamente termossensíveis, resultando em um produto microbiologicamente estável que preserva a maior parte do aroma original do fruto. Além disso, que elimina a as etapas convencionais de clarificação de sumos, reduzindo o tempo, energia e mão de obra necessária bem como os custos da clarificação. A indústria precisa encontrar métodos eficientes para clarificar o suco natural, a fim de melhorar a qualidade das bebidas e clarificados para reduzir ou eliminar a utilização de agentes de refinação tradicionais (CASSANO et al., 2003).

A clarificação de vinhos, cervejas e sucos também tem sido realizada pelos processos de MF, sem alterar as propriedades sensoriais dos produtos. Outra aplicação é a utilização em substituição aos processos de filtração que empregam terra diatomácea como auxiliar de filtração (KASTER, 2009).

A separação de componentes do soro utilizando membranas cerâmicas pode levar não só à produção de constituintes com elevado grau de pureza mas também à obtenção de produtos comercialmente esterilizados e com aplicação na fabricação de novos derivados lácteos. Vários pesquisadores têm utilizado a MF por membranas cerâmicas com o fim de separar e fracionar lipídios do leite integral, remover bactérias e esporos em leite desnatado, concentrar micelas de caseína de leite desnatado e recuperar proteínas de soro de leite (BRANS, 2004; HANEMAAIJER, 1985; XU et al., 2000).

O tipo de MF mais utilizado nos laticínios é a MF tangencial que possui três principais aplicações: a remoção de bactérias, remoção de gordura do soro de

leite e enriquecimento da caseína micelar nos queijos, remoção de esporos e mais inúmeras outras aplicações estão sendo investigadas, como a separação de células somáticas do leite cru leite integral, fracionamento da proteína do leite ou separação de gordura do leite (SABOYA, MAUBOIS, 2000; TOMASULA et al., 2011).

Outras aplicações da MF na indústria láctea envolve a remoção de células somáticas (ROSENBERG, 1995); separação dos glóbulos de gordura do leite (GOUDÉDRANCHE; FAUQUANT; MAUBOIS, 2000), fracionamento dos glóbulos de gordura (BRANS et al., 2004; GIRALDO-ZUNIGA et al., 2004) entre outras.

Normalmente a remoção de bactéria pela MF resulta em um permeado com baixa contagem de bactérias (BRANS et al., 2004; GIRALDO-ZUNIGA et al., 2004), podendo variar entre 97 % e 99 % na remoção de bactérias (PAFYLAS et al., 1996; SABOYA; MAUBOIS, 2000) sem afetar o sabor do leite, e fornece uma vida útil mais prolongada que a do leite pasteurizado (BRANS et al., 2004; BEOLCHINI, VEGLIO, BARBA, 2004).

Em relação à remoção de células somáticas, não implica necessariamente na reversão dos efeitos negativos que a alta concentração de CCS (contagem de células somáticas) acarreta na composição e qualidade do leite, uma vez que muitas das alterações ocorrem ainda no leite dentro do úbere, antes da ordenha. A elevação da CCS no leite está associada à alteração da composição e vida útil do leite e dos derivados lácteos, resultando em prejuízos para produtores e indústria de laticínios, em razão da ação de lipases sobre os triacilglicerídeos, o que resulta no aparecimento de alterações sensoriais, como a rancidez. Os neutrófilos e macrófagos compõem a maioria das células somáticas do leite de vacas com mastite e apresentam grande variedade de enzimas proteolíticas e lipolíticas, as quais são liberadas durante o mecanismo de morte intracelular de micro-organismos, e contribuem com o aumento da proteólise e lipólise dos constituintes do leite (SANTOS, BARBANO, 2003; AULDIST, HUBBLE, 1998; SANTOS et al., 2003).

A tecnologia de MF aplicada para aumentar a vida útil do leite fluído é um conceito denominado “Extended Shelf Life Milk” (ESL) ou leite de vida útil estendida. Usualmente, o beneficiamento de leites ESL combina a MF e a pasteurização rápida, garantindo a inocuidade. Esses produtos são

comercializados em países que possuem boa qualidade microbiológica da matéria prima e rigoroso controle sanitário dos animais de produção, como Canadá e Estados Unidos. Porém, alguns países da Europa permitem a comercialização de produtos que foram apenas microfiltrados, como a França (HENYON, 1999; RYSSTAD, KOLSTAD, 2006).

Como os leites pasteurizados apresentam uma vida curta desenvolveu-se o leite UHT como forma de prolongar esse tempo de vida útil, e então esse produto ganhou ampla aceitação e popularidade em alguns países, porém em outros esse produto não foi bem aceito, pelo fato de alegarem que o mesmo apresenta gosto de “cozido” ocasionado pelo uso de altas temperaturas. Então, surge a necessidade de se aumentar a vida do leite pasteurizado sem utilizar temperaturas tão elevadas como as do processo UHT (RYSSTAD, KOLSTAD, 2006).

Os produtos com vida útil estendida fornecem alguns benefícios como a possibilidade de distribuição em longas distâncias, menos e mais eficientes locais de processamento, e maior disponibilidade aos consumidores nos mercados e com taxa de rotatividade mais lenta. Além disso, essa extensão da vida útil funciona como um incentivo aos consumidores a aumentarem o consumo de leite fluido, pois os mesmos teriam uma confiança maior na validade e o sabor ficaria fresco por mais tempo (CAPLAN, BARBANO, 2013).

1.3.2 LIMITAÇÕES DOS PROCESSOS DE FILTRAÇÃO OU SEPARAÇÃO DE MICRO-ORGANISMOS

Uma das principais desvantagens dos processos de separação por membranas é o declínio do fluxo permeado durante a filtração. Esse declínio se deve ao acúmulo de componentes na superfície ou no interior dos poros da membrana. O estudo das condições operacionais do processo, como temperatura, velocidade tangencial e pressão transmembrana, é importante para avaliar o efeito de cada variável durante a filtração, visando obter altos fluxos permeados (PAULA et al., 2002).

Quando a concentração de partículas próximas à superfície filtrante excede seu limite de solubilidade, ocorre a formação de uma camada de gel polarizada, devido à precipitação por supersaturação das macromoléculas,

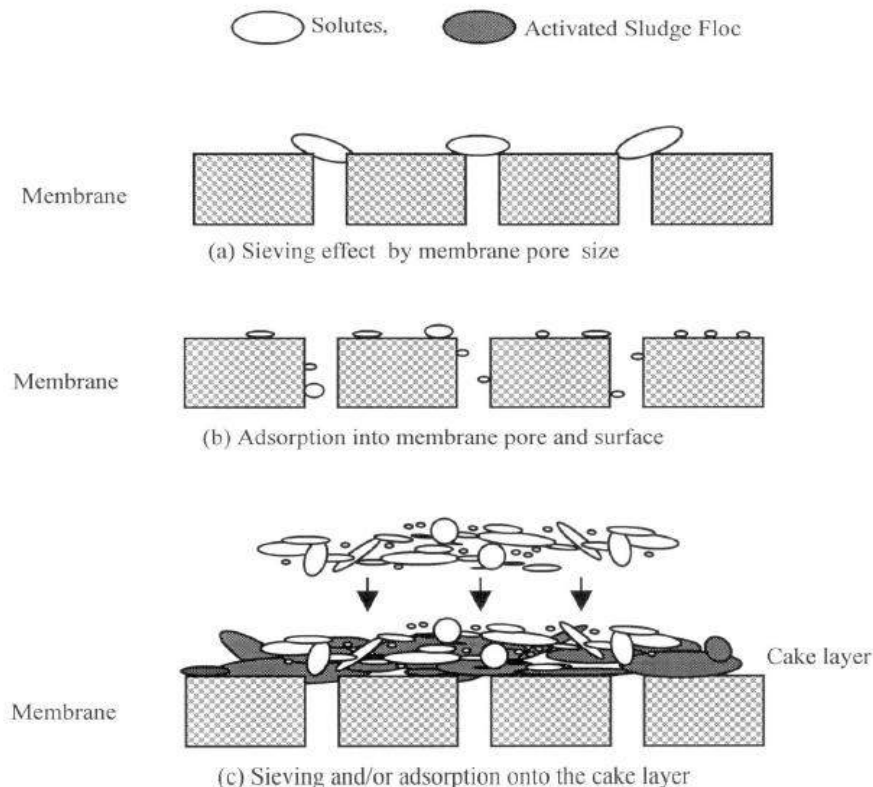
ocasionando um aumento na resistência ao fluxo permeado (CHERYAN, 1998). A polarização da concentração é considerada um fenômeno reversível, e pode ser minimizado pelas simples mudanças nas condições de operação. O *fouling* é caracterizado pelo declínio irreversível de fluxo permeado, e ocorre quando há deposição e acúmulo de componentes da alimentação na superfície e/ou dentro dos poros da membrana, por adsorção ou bloqueio físico dos poros. Tal declínio só pode ser revertido mediante uma limpeza química (DEBON, 2009).

Em se tratando de produtos lácteos, o *fouling* é um fenômeno muito complexo, em virtude de diferentes componentes do leite. Os maiores problemas da MF de produtos lácteos são exatamente a presença de glóbulos de gordura, que apresentam diâmetro entre 0,2 μm e 15 μm (DEBON, 2009). Desta forma Saboya e Maubois (2000) sugerem que o leite deve ser primeiramente desnatado, porque além de causarem o *fouling* da membrana, os glóbulos de gordura apresentam diâmetros similares ao da maioria das bactérias, ou seja, entre 0,2 μm e 6 μm .

A incrustação é o principal problema que causa perda de produtividade especialmente no caso de fluidos biológicos. Na verdade, ele reduz a eficiência do equipamento, aumenta o custo de produção por limpeza repetitiva e pode induzir problemas de contaminação devido ao crescimento de micro-organismos na superfície da membrana (HASSAN et al., 2013).

Essa incrustação é causada pela as interações físico-químicas específicas entre os componentes do leite e a membrana. A incrustação pode ocorrer tanto por causa da deposição de solutos rejeitados e partículas na superfície da membrana (incrustação externa) ou pela constrição dos poros por partículas alimentadoras (*fouling* interno). Partículas com diâmetros muito menores do que o dos poros da membrana normalmente causa a constrição dos poros, aquelas partículas com um diâmetro próximo ao do poro da membrana pode causar bloqueio dos mesmos, e as partículas maiores do que os poros podem ser retidos sobre a superfície da membrana (TAN, WANG, MORARU, 2014). O mecanismo de retenção de solutos foi ilustrado pelos autores Chang, Bag e Lee (2001) podendo ser observado na Figura 2.

Figura 2 - Mecanismo proposto na rejeição de solutos durante a ultrafiltração de lodos ativados



FONTE: CHANG, BAG, LEE, 2001.

Na MF de sucos de frutas quando o processo de filtração por membrana é iniciado, a permeação reduz constantemente até atingir uma taxa uniforme que também é conhecido como o estado estacionário (MOHAMMADI; KAZEMIMOGHADAM, SAADABADI, 2003; CASSANO et al., 2003). A ocorrência da incrustação na microfiltração de sucos é devido à presença dos polissacarídeos presentes na parede das frutas tais como lenina, celulose e pectina, na superfície da membrana ou no interior dos seus poros, o que pode levar a uma perda considerável de frutas, desperdício de energia, redução da taxa de rendimento e pode prejudicar a qualidade do suco produzido (BARROS et al., 2003; MOHAMMADI; KAZEMIMOGHADAM, SAADABADI, 2003).

O declínio do fluxo do permeado pode ser causado por diversos fatores como a deformação mecânica da microestrutura da membrana, fenômeno de polarização de concentração, adsorção de solutos, formação da camada gel e entupimento dos poros. A polarização de concentração consiste em um fenômeno reversível causado pelo aumento da concentração de solutos rejeitados pela membrana que se acumulam próximos à superfície da

membrana e estabelecem um gradiente de concentração positivo na direção oposta ao fluxo de permeado. O termo *fouling* inclui diferentes processos, tais como a adsorção de moléculas na superfície da membrana ou dentro dos poros e a formação da camada de torta. A formação da camada de torta é uma importante causa do declínio do fluxo na filtração de suspensões coloidais, como no caso do processamento de sucos. Para limitar a formação da camada de torta a limpeza da membrana é usualmente aplicada, sendo efetiva se a camada for reversível (GOMES, 2006).

As proteínas são consideradas o principal contribuinte para a incrustação na separação de membrana de fluxos de lácteos, tanto pela a sua interação com a membrana como pelas interações proteína-proteína, as quais levam à formação de aglomerados (JAMES et al., 2003). Vários estudos relataram que proteínas do soro e os seus agregados são quase inteiramente responsáveis pela incrustação em MF de fluidos lácteos (TAN, WANG, MORARU, 2014).

Quanto ao *fouling* causado por proteínas do soro, já foi observado que a beta lactoglobulina (β -LG) contribui para a formação de depósitos devido à sua tendência para se associar e formar dímeros (MOUROUZIDIS-MOUROUZIS, KARABELAS, 2008). Por sua vez, a alfa lactalbumina (α -LA) tem a capacidade para se ligar fortemente ao Ca^{+2} , o que resulta em um sal de cálcio com alto potencial para entupir os poros da membrana. Entre os minerais, o fosfato de cálcio, é considerado uma das principais causas de incrustações na membrana e declínio de fluxo . O precipitado de fosfato de cálcio pode formar depósitos na superfície da membrana e no interior dos seus poros (RICE et al., 2009; TAN, WANG, MORARU, 2014).

Diferentes estratégias têm sido desenvolvidas para reduzir o efeito de incrustação. Estudos indicam que a melhor solução é o pré-tratamento do produto, a escolha de material de membrana, a manipulação de fluxo, o uso do cisalhamento, que é a tensão causada por forças aplicadas em sentidos iguais ou oposta com diferentes intensidades, e a pulverização de gás. Alguns desses métodos para controlar incrustantes são eficazes, enquanto alguns ainda precisam de melhorias. Dependendo da aplicação comercial específica, uma abordagem diferente deve ser feita para evitar o entupimento da membrana (BRANS et al., 2004).

1.4 SUCO DE LARANJA

Entre as frutas mais consumidas pela população brasileira está a laranja. Sua produção, distribuição e consumo são amplos no país. Atualmente, o Brasil é o maior produtor mundial de laranja (FAO, 2009). Segundo o IBGE, a laranja é a principal fruta produzida no Brasil, com 17,6 milhões de toneladas colhidas em 2009, correspondendo a 42,7% do volume total da fruticultura nacional (PARANÁ, 2010).

A maior parte da produção brasileira de laranjas destina-se a indústria do suco, a qual se concentra no estado de São Paulo que é responsável por 70% das laranjas e 98% do suco que o Brasil produz (ABECITRUS, 2013).

O suco de laranja possui vitaminas e nutrientes, e é considerado um alimento saudável pelo FDA (Food and Drug Administration – EUA), além de possuir quantidades de gordura e sódio dentro dos padrões saudáveis. Seus principais nutrientes são a vitamina C e B, potássio, fibra e ferro (SUGAI, et al., 2002). O suco da laranja também possui importantes propriedades funcionais, sendo um dos motivos a presença de hesperidina auxiliando na redução dos níveis de gordura sanguíneos (RAMÍREZ, HÜBSCHER, 2011).

No entanto, o suco de laranja natural apresenta uma vida de útil muito limitada. Sugai et al. (2002) mostra que grande parte do suco de laranja natural comercializado tem sua qualidade comprometida devido aos micro-organismos deteriorantes.

Um método comum para alcançar a inocuidade de sucos de frutas é a pasteurização. Porém, esse tratamento provoca alteração do sabor como sumo fresco e redução da disponibilidade de nutrientes. Devido a esses efeitos adversos, alternativas tecnológicas para melhorar o sabor e manter a composição nutricional estão sendo exploradas (LEE et al., 2012).

Durante o processo de MF, o suco de laranja também pode causar o entupimento da membrana devido à presença de polissacarídeos, como lenina, celulose e pectina. Esses componentes causam *fouling* tanto na parede da membrana como no interior dos seus poros (RAZI, AROUJALIAN, MAHDI, 2012).

A pectina é um polissacarídeo constituído de uma cadeia principal linear

de unidades monoméricas de ácido galacturônico conectadas por ligações glicosídicas, com regiões esterificadas por grupamentos metílicos. Ramificações são observadas ao longo da cadeia, constituídas essencialmente de açúcares neutros. A estrutura da cadeia lateral e o grau de esterificação caracterizam a capacidade de geleificação, de solubilização e de agregação da pectina em soluções, o que justifica uma das causas do *fouling* na MF. O *fouling* ocorre pelos fenômenos de interação do soluto com a membrana, destacando-se a obstrução mecânica do poro e adsorção na superfície da membrana. Esses fenômenos são irreversíveis durante o processamento de um produto, pois a recuperação do fluxo depende da limpeza (BRANDÃO, ANDRADE, 1999; DE BRUJIN et al., 2003).

Nesse contexto, a MF do suco de laranja já foi realizada em algumas pesquisas. Os resultados mostram que mesmo após a MF, o aroma e a quantidade de vitamina C, foram mantidas, sem diferenças em comparação ao produto fresco, o que não é normalmente mantido em processos térmicos. Porém, os carotenóides foram retidos pela membrana. Além disso, foi detectado a entupimento da membrana pelos compostos já citados anteriormente presentes no suco de laranja. Apesar dessas pesquisas, esse produto ainda não é encontrado disponível no mercado (CISSE et al., 2005; FILHO, DORNIER, BELLEVILLE, 2003; PAGLIERO, OCHOA, MARCHESE, 2011).

As diferentes tecnologias de membrana (MF, UF, NF e OR) eventualmente combinadas com outros métodos de separação como a cromatografia, trazem novas perspectivas para o fracionamento de numerosos componentes do leite, especialmente proteínas. Observa-se então a necessidade do trabalho conjunto entre indústrias laticinistas e pesquisadores da área de lácteos para expandir a capacidade dos processos de membrana, com o objetivo de melhorar a qualidade do leite, criar novos derivados, realizar o reaproveitamento do soro e criar novas bebidas a base de soro de leite e suco de frutas, de forma a atender às necessidades constantes de novidade dos consumidores de lácteos.

REFERÊNCIAS

ALMEIDA, K.E.; BONASSI, I.A.; ROÇA, R.O. Características físicas e químicas de bebidas lácteas fermentadas e preparadas com soro de queijo Minas Frescal. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.21, n.2, p.187-192, maio-ago. 2001.

ABECITRUS - Associação Brasileira dos Exportadores de Cítricos (2007) Exportações de FCOJ - Safra Atual. Disponível em: <http://www.abecitrus.com.br>. Acessado em abril de 2015.

ALVES, M.P.; MOREIRA, R.O; JUNIOR RODRIGUES, P.H.; MARTINS, M.C.F; PERRONE, I.T.; CARVALHO, A.F. Soro de leite: tecnologias para o processamento de coprodutos. **Revista Instituto Laticínios Cândido Tostes**, Juiz de Fora, v. 69, n. 3, p. 212-226, mai/jun, 2014.

ARMOA, M.H.; JUNIOR, M.F. Princípios e aplicações de processos de separação por membranas inorgânicas. **Ciência & Tecnologia: FATEC-JB**, Jaboticabal, v. 2, n. 1, p. 80-97, 2011.

AULDIST, M. J.; HUBBLE, I. B. Effects of mastitis on raw milk and dairy products. **Australian Journal of Dairy Technology**, v. 53, p. 28-36, 1998.

BALDASSO, C.; BARROS, T.C.; TESSARO, I.C. Concentration and purification of whey proteins by ultrafiltration. **Desalination**, v.278, p.381-386, 2011.

BALDASSO, C.; KANA, J.H.C.; TESSARO, I.C. An investigation of the fractionation of whey proteins by two microfiltration membranes with nominal pore size of 0.1 μm . **International Journal of Dairy Technology**, v. 64, n. 3, 2011.

BAKER, R.W. **Membrane technology and applications**. 2 Ed. New York, J. Whey & Sons, 2004. 538 p.

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

BEOLCHINI, B.; VEGLIO, F.; BARBA, D. Microfiltration of bovine and ovine milk for the reduction of microbial content in a tubular membrane: a preliminary investigation. **Desalination**, v.161, p.251-258, 2004.

BOLAÑOS, C.A.; PANTOJA, J.C.F.; ALVES, A.C.; RISETTI, R.M.; LISTONI, F.J.P.; RIBEIRO, M.G. Cows milk quality created in forestry pastoral system in Valle del Cauca, Colombia. **Pesquisa Veterinária Brasileira**, v.34, n.2, p.134-140, 2014.

BOSI, M.G.; BERNABÉ, B.M.; LUCIA, S.M.D.; ROBERTO, C.D. Bebida com adição de soro de leite e fibra alimentar prebiótica. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v.48, n.3, p.339-341, mar. 2013.

BRANDÃO, E. M.; ANDRADE, C. T. Influência dos fatores estruturais no processo de geleificação de pectinas de alto grau de metoxilação. **Polímeros**, v. 9, n. 3, p. 38- 44, 1999.

BRANS, G.; SCHOREN, C.G.P.H.; VAN DER SMAN, R.G.M.; BOOM, R.M. Membrane fractionation of milk: state of the art and challenges. **Journal of Membrane Science**, v. 243, n. 2, p. 263-272, 2004.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Embrapa Gado de Leite. **Produção Mundial de Queijos 2000/2006*. Tabela 04.23**. Disponível em: <http://www.cnpqgl.embrapa.br/estatisticasdoleite/leiteemnumeros/industria/tabela04.3.php>. Acesso em: 18 dezembro de 2014a.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Embrapa Gado de Leite. **Importação Brasileira de produtos lácteos 1999/2006*. Tabela 06.10**. Disponível em: <http://www.cnpqgl.embrapa.br/estatisticasdoleite/leiteemnumeros/mercado/tabela06.0.php>. Acesso em: 18 dezembro 2014b.

BRUNNER, J.R.; FINLEY, J.W.; BLANKELY, Y.L. Whey forms base for new dairy drinks. **American Dairy Review**, v.31, n.6, p.60-63, 1969.

BURGGRAFF, A.J.; KEIZER, K. Synthesis of inorganic membranes. **Van Nostrand Reinhold**, 1991.

CANCINO, B.; ESPINA, V.; ORELLANA, C., Whey concentration using microfiltration and ultrafiltration. **Desalination**, p. 557–558, 2006.

CAPLAN, Z.; BARBANO, D.M. Shelf life of pasteurized microfiltered milk containing 2% fat. **Journal Dairy Science**, v.96, p. 8035–8046. 2013.

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

CHANG, I-S.; BAG, S-O.; LEE, C-H. Effects of membrane fouling on solute rejection during membrane filtration of activated sludge. **Process Biochemistry**, v.36, p.855–860, 2001.

CHERYAN, M. **Ultrafiltration and Microfiltration Handbook**. Lancaster: Technomic Publishing Company, 1998. 527p.

CHUANG, C.J.; WU, C.Y.; WU, C.C. Combination of crossflow and electric field for microfiltration of protein/microbial cell suspensions. **Desalination**, p.295–302, 2008.

CISSE, M.; VAILLANT, F.; PEREZ, A.; DORNIER, M.; REYNES, M. The quality

of orange juice processed by coupling crossflow microfiltration and osmotic evaporation. **International Journal of Food Science and Technology**, v.40, p. 105–116, 2005.

COIMBRA, J. S. DOS R.; TEIXEIRA, J. A. **Engineering aspects of milk and dairy products**. New York: Taylor and Francis Group, 2010. 673p.

CORREIA, L.F.M.; MAUBOIS, J.; CARVALHO, A.F. Aplicações da tecnologias de membranas na indústria de laticínios.

DEBON, J. **Emprego da Microfiltração tangencial na obtenção de leite fermentado probiótico**. 2009. 122f. Dissertação apresentada ao curso de pós graduação em engenharia de alimentos do centro tecnológico da universidade federal á obtenção do título de mestre em engenharia de alimentos. Florianópolis. 2009.

DE BRUIJN, J. P. F.; VENEGAS, A.; MARTÍNEZ, J. A.; BÓRQUEZ, R. Ultrafiltration performance of Carbosep membranes for the clarification of apple juice, **LWT. Food Science and Technology**, v. 36, n. 4, p. 397-406, 2003.

DELCOLLE, R. **Projeto e manufatura de membranas cerâmicas via prensagem isostática para separação de emulsões óleo vegetal/água por microfiltração tangencial**. 2010. 148 f. Tese apresentada á Escola de engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo com requisito para obtenção de título de doutora em Engenharia Mecânica. São Carlos. 2010.

DEY, B.K.; HASHIM, M.A.; HASAN, S.; GUPTA, B.S. Microfiltration of water-based paint effluents. **Advances in Environmental Research**, v.8, p.455-466, 2004.

FAO. Food and Agriculture Organization. Country rank in the world by commodity. 2009. Disponível em: <<http://faostat.fao.org>>. Acesso em: 18 may 2015.

FILHO VENTURINI, W.G.; DORNIER, M.; BELLEVILLE, M.P. Tangential microfiltration of Orange juice in bench pilot. **Ciência e Tecnologia Alimentar**, n.23, v.3, 2003.

FONTES, E.A.F.; ALVES, Y.P.C.; FONTES, P.R.; MINIM, V.P.R. Bebida eletrolítica a base de permeado da ultrafiltração de leite: avaliação física, química e microbiológica durante o armazenamento. **Ciência Rural**, Santa Maria, v.45, n.2, p.342-348, fev, 2015.

GARCIA, L.F.; BLANCO, S.S.; RODRÍGUEZ, F.A.R. Microfiltration applied to dairy streams: removal of bacteria. **Journal Science Food Agricola**, v. 93, p.187-196, 2013.

GIRALDO-ZUNIGA, A. D.; COIMBRA, J.S.R.; GOMES, J.C.; MINIM, L.A.; ROJAS, E.E.G.; GADE, A.D. Tecnologias aplicadas ao processamento do soro de queijo. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, v. 59, n. 340-

341, p. 53-66, 2004.

GIROTO, J.M.; PAWLOWSKI, U. O soro de leite e as alternativas para seu beneficiamento. **Brasil Alimentos**, São Paulo, n.10, p.43-46, set-out 2001.

GOMES, M. da S. Estudo da pasteurização de suco de laranja utilizando ultrafiltração. 2006. 72 f. Dissertação de mestrado apresentada como requisito parcial para obtenção de título de mestre em engenharia. Universidade Federal do Rio grande do Sul. Pós graduação em engenharia química. Porto Alegre. 2006.

GOUDÉDRANCHE, H.; FAUQUANT, J.; MAUBOIS, J. Fractionation of globular milk fat by membrane microfiltration. **Lait**, v.80, p.93–98, 2000.

HABERT, A., C; BORGES, C.P.; NÓBREGA, R. Processos **de Separação com Membranas**. Rio de Janeiro: E-papers Serviços Editoriais Ltda, 2006. 180p.

HANEMAAIJER, J. H. Microfiltration in whey processing. **Desalination**, v. 53, n. 1, p.143-155, 1985.

HENYON, D. K. Extended shelf-life milks in North America: a perspective. **International Journal of Dairy Technology**, v. 52, p. 95–101, 1999.

HASSAN, I.B.; ENNOURI, M.; LAFFORGE, C.; SCHMITZ, P.; AYADI, A. Experimental study of membrane fouling during crossflow microfiltration of yeast and bacteria suspensions: towards and analysis at the microscopic level. **Membranes**, v.3, p.44-68, 2013.

HAIRSTON, D. Membranes put the squeeze on cryogenics. **Chemical Engineer Journal**, v.107, n. 33., 2000.

HUA, F.L.; TSANG, Y.F.; WANG, Y.J.; CHAN, S.Y.; CHUA, H.; SIN, S.N. Performance study of ceramic microfiltration membrane for oily wastewater treatment. **Chemical Engineering Journal**, v. 128,p. 169-175, 2007.

HUERTAS, R.A.P. Lactosuero: importancia em la industria de alimentos. **Revista Facultad Nacional de Agronomía Medellín**, v. 62, n.1, p. 4967-4982, 2009.

HWANG, K.J.; LIAO, C.Y., TUNG, K.L. Effect of membrane pore size on the particle fouling in membrane filtration. **Desalination**, p.16–23, 2008.

KASTER, B. Efeitos das condições operacionais na microfiltração do suco de maçã. 2009. 83f. Dissertação submetida ao programa de pós graduação em engenharia de alimentos da universidade federal de santa Catarina como requisito parcial para obtenção do grau de mestre em engenharia de alimentos. Florianópolis, 2009.

LEE, S.Y.;SAGONG, H.G.; RYU,S.; KANG, D.H. Effect of continuous ohmic heating to inactivate *Escherichia coli* O157:H7, *Salmonella Typhimurium* and

Listeria monocytogenes in orange juice and tomato juice. **Journal of Applied Microbiology**, v.112, p.723-731, 2012.

LIRA, H.L.; SILVA, M.C.D; VASCONCELOS, M.R.S.; LIRA, H.L.; LOPEZ, A.M.Q. Microfiltração do soro de leite de búfala utilizando membranas cerâmicas como alternativa ao processo de pasteurização. **Ciência e Tecnologia Alimentar**, Campinas, v. 29, p.33-37, jan-mar. 2009.

LIZIEIRE, S.M.C.G; CAMPOS, O.F. **Soro de queijo “in natura” na alimentação do gado de leite**: instrução técnica para o produto de leite. Juiz de Fora: Embrapa Gado de Leite, 2001.

LONDOÑO, M., SEPÚLVEDA, J., HERNÁNDEZ, A., PARRA, J.Y. Bebida fermentada de suero de queso fresco inoculada con *Lactobacillus casei*. **Revista Facultad Nacional Agronomía Medellín**, v.61, n.1, p. 4409-4421, 2008.

MADAENI, S.S., YASEMI, M., DELPISHEH, A. Milk sterilization using membranes. **Journal of Food Engineering**, v.34, p.1071-1085, 2011.
MARELLA, C.; MUTHUKUMARAPPAN, K.; METZGER, L. evaluation of commercially available, wide-pore ultrafiltration membranes for production of α -lactalbumin-enriched whey protein concentrate. **Journal Dairy Science**, v. 94 , p.1165-1175, 2011.

MARQUES, A.P. **Desenvolvimento de bebida láctea fermentada a base de soro lácteo e café solúvel com atividade probiótica**. 2012. 111f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Alimentos) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2012.

MATA, V.M. da; CABRAL, L.M.C.; SILVA, L.F.M. Suco de acerola microfiltrado: avaliação da vida de prateleira. **Ciência e Tecnologia Alimentar**. Campinas, v.24, n.2, p. 293-297. Abril-jun:2004.

MENESES, A.M.C.; SAITO, M.E.; MORAES, C.C.G.; SOUZA, N.F.; BASTOS, R.K.G.; LUZ, M.A.; SEIXAS, L.S.; MELCHERT, A.; CAMARORI, J.C.T. Avaliação da biocompatibilidade da membrana de acetato de celulose em cães com insuficiência renal aguda submetidos à hemodiálise. **Revista Brasileira de Medicina Veterinária**, v.36, n.4, p. 362-366, 2014.

MIERZWA, J.C.; SILVA, M.C.C. da.; RODRIGUES, L.D.B.; HESPANHOL, C. Tratamento de água para abastecimento público por ultrafiltração: avaliação comparativa através dos custos diretos de implantação e operação com os sistemas convencional e convencional com carvão ativado. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, v.78, n.13, p.78-87, 2008.

MOHAMMADI, T.; KAZEMIMOGHADAM, M.; SAADABADI, M. Modeling of membrane fouling and flux decline in reverse osmosis during separation of oil in water emulsions. **Desalination**, v. 157, p.369-375, 2003.

MOUROUZIDIS-MOUROUZIS, S. A.; KARABELAS, A. J. Whey protein fouling

of microfiltration ceramic membranes- Pressure effects. **Journal Membrane Science**, v. 282, p. 124–132, 2008.

MULDER, M. Basic principles of membrane technology, center for membrane science and technology, **University of Twente, Enschede, The Netherlands**, 2000. 564p.

NOBREGA, R., BORGES, C.P., HABERT, A.C. **Processos de separação por membranas**. In: JUNIOR, A.P., KILIKIAN, B.V. Purificação de produtos biotecnológicos. Editora Manole Ltda, São Paulo, 2005. p37-88.

OLIVEIRA, V.M. **Formulação de bebida láctea fermentada com diferentes concentrações de soro de queijo, enriquecida com ferro: caracterização físico-química, análises bacteriológicas e sensoriais**. 2006. 78 f. Dissertação (Mestrado em Higiene e Veterinária e Processamento Tecnológico de Produtos de origem animal) – Universidade Federal Fluminense, Niterói, 2006.

OLIVEIRA, F.A. **Desenvolvimento de bebida láctea não fermentada com soro de leite ácido**. Trabalho de conclusão de curso – título de tecnólogo de alimentos no curso superior de tecnologia em alimentos da universidade tecnológica federal do Paraná. 2011.

ORDÓÑEZ, J.A. **Tecnologia de alimentos** – Componentes dos alimentos e processos. Porto Alegre: Artmed, v.1, 2005.

OSTERGAARD, B. Applications of Membrane Processing in the Dairy Industry. **Oxford: Elsevier Applied Science Publishers**, p.133-145, 1989.

PAFYLAS, I.; CHERYAN, M.; MEHAIA, M.A.; SAGLAM, N. Microfiltration of milk with ceramic membranes. **Food Research International**, v. 2, n.2, p.141-146. 1996.

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

PARANÁ (Estado). Secretaria da Agricultura e do Abastecimento. Análise da Conjuntura Agropecuária da Safra 2010/2011. Curitiba, 2010. 9 p. Disponível em: <<http://www.seab.pr.gov.br>>. Acesso em: 10 abril 2015.

PAGLIERO, C.; OCHOA, N.A.; MARCHESE, J. Orange juice clarification by microfiltration: effect of operational variables on membrane fouling. **Latin American Applied Research**, n.41, p. 279-284, 2011.

PAULA, B. de; MORAES I.V. ; GOMES, F.S. SILVA, L.F.M.; MATTA, V.M.; CABRAL, L.M.C. Microfiltração de suco de maracujá. **XVIII congresso brasileiro de ciência e tecnologia de alimentos**, 2010.

PIOT, M.; FAUQUANT, J.; MADEC, M. N.; MAUBOIS, J. L. Preparation of serocolostrum by membrane filtration. **Lait**, v.84, p.333–341, 2004.

POULIOT, Y. Membrane process in dairy technology – from a simple idea to worldwide panacea. **International Dairy Journal**. v.18, p. 735-740, 2008.

RAMÍREZ. E. J. A.; HÜBSCHER. G. H. Orange: in defense of its use as a functional food. **Journal of the Brazilian Society for Food and Nutrition**, São Paulo, SP, v. 36, n. 3, p. 79-91, dez. 2011.

RAZI, B.R.; AROUJALIAN, A.; MAHDI, F. Modeling of fouling layer deposition in cross-flow microfiltration during tomato juice clarification. **Food and Bioproducts processing**, n.90, p.841-848, 2012.

REIS, D.L. **Qualidade e inocuidade microbiológica dos derivados lácteos fermentados produzidos no Distrito Federal, Brasil**. 2013. 76f. Dissertação (Mestrado em Saúde Animal) - Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária, Universidade de Brasília, Brasília, 2013.

REZZADRI, K. **Pasteurização térmica e com membranas de caldo de cana adicionado de suco de maracujá**. 2010. Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos do Centro Tecnológico da Universidade Federal de Santa Catarina à obtenção do título de Mestre em Engenharia de Alimentos. Engenharia de Alimentos Florianópolis - SC Abril, 2010.

RIBEIRO, A.P.B; SOARES, M.S.; MOURA, J.M.L.N; CÁCERES, M.C.; GONÇALVES, L.A.G. Aplicações da tecnologia de membranas no processamento de óleos vegetais. **Centro de Pesquisa e processamento de alimentos**, Curitiba, v. 23, n. 1, p. 1-22, jan./jun. 2005.

RICE, G., A.; BARBER, A.; O'CONNER, G.; STEVENS, S.; KENTISH. Fouling of NF membranes by dairy ultrafiltration permeates. **Journal Membrane Science**, v.330, p. 117–126. 2009.

RODRIGUES, S.L.C.; MOREIRA, L.R.S., CARDOSO, M.H., MERÇON, F. Avaliação de parâmetros de ultrafiltração de suco de banana. **Ciência e Tecnologia Alimentar**, Campinas, v.23, p.98-101, dez, 2013.

ROSA, D.S.; SALVINI, V.R.; PANDOLFELLI, V.C. Processing and evaluation of porous ceramics for microfiltration of emulsion. **Ceramica**, v.52, p.167-171, 2006.

ROSENBERG, M. Current and future applications for membrane processes in the dairy industry. **Trends in Food Science & Technology**, v.6, n.1, p.12-19, 1995.

RYSSTAD, G.; KOLSTAD, J. Extended shelf life milk – advances in technology. **International Journal of Dairy Technology**, v.59, n.2, 2006.

SABOYA, L.V.; MAOUBOIS, J-L. Current developments of microfiltration technology in the dairy industry. **Lait**, p. 541-553. REVIEW. 2000.

SALEHI, F.; RAZAVI, S.M.A.; ELAHI, M. Purifying anion exchange resin regeneration effluent using polyamide nanofiltration membrane. **Desalination**, v.278, p. 31-35, 2011.

SALEHI, F. Current and future applications for nanofiltration technology in the food processing. **Food and Bioproducts Processing**, v.92, p.161-177, 2014.

SANTOS, C.T.; COSTA, A.R.; FONTAN, G.C.R.; FONTAN, R.C.I.; BONOMO, R.C.F. Influência da concentração de soro na aceitação sensorial de bebida láctea fermentada com polpa de manga. **Alimentos e Nutrição**. Araraquara: v.19, n.1, p.55-60, jan-mar. 2008.

SANTOS, M. V.; MA, Y.; BARBANO, D. M. Effect of somatic cell count on proteolysis and lipolysis in pasteurized fluid milk during shelf-life storage. **Journal of Dairy Science**, v. 86, p. 2491-2503, 2003.

SANTOS, M. V. et al. Sensory threshold of off-flavors caused by proteolysis and lipolysis in milk. **Journal of Dairy Science**, v. 86, p. 1601-1607, 2003.

SCHNEIDER, R.P.; TSUTIYA, M.T. Membranas filtrantes para o tratamento de água, esgoto e água de reuso. **São Paulo: Associação Brasileira de Engenharia Sanitária e Ambiental**. 2001. 234p.

SMITHERS, G.W. Whey and whey proteins: from “gutter” to gold. **International Dairy Journal**, v.18, n.1, p.99-104.1998.

SMORADA, M.; BÚGEL, M.; KANUCHOVÁ, M. Effect of pressure gradient on the membrane Separation in ceramic microfiltration membrane –FCCER. **International Journal of engineering**, v.1, p.203-208, 2012.

SUGAI, A.Y.; SHIGEOKA, D.S.; BADOLATO, G.G.; TADINI, C.C. Análise físico-química e microbiológica do suco de laranja minimamente processado armazenado em latas de alumínio. **Ciência e Tecnologia Alimentar**, Campinas, v.22, p.233-238, set-dez. 2002.

SUTHERLAND, J.; FREE, M.J. A method for monitoring leakage through membranes during ultrafiltration of milk. **Journal Dairy Technology**, Austr, v.46, n.1 p.40-42, 1991.

TAGLIARI, M. **Influência de diferentes hidrocolóides no comportamento reológico de Bebidas Lácteas não fermentadas**. 2011. 75 f. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia Mauá - Centro Universitário do Instituto Mauá de Tecnologia, São Caetano do Sul, 2011.

TAN, T.J; WANG, D., MORARU, C.I. A physicochemical investigation of membrane fouling in cold microfiltration of skim milk. **Journal Dairy Science**, v. 97, p. 4759-4771, 2014.

TEIXEIRA, M.M.C.G.R. **Ultrafiltração no tratamento de água para consumo humano**. 2001. Dissertação de mestrado – Departamento de Ciências e

Engenharia do Ambiente, Universidade Nova Lisboa, Lisboa,POR.2001.

TOMASULA, P.M.; MUKHOPADHYAY, S.; DATTA, N.; PORTO-FETT, A.; CALL, J.E.; LUCHANSKY, J.B.; RENYE, J.; TUNICK, M. Pilot-scale cross-flow microfiltration and pasteurization to remove spores of *Bacillus anthracis* (Sterne) from milk. **Journal Dairy Science**, n. 94, p.4277-4291, 2011.

VADI, P.K.; RIZDI, S.S.H. Experimental evaluation of a uniform transmembrane pressure crossflow microfiltration unit for the concentration of micellar casein from skim milk. **Journal of Membrane Science**, v.189, p.69-82, 2001.

WALSTRA, P. et al. **Dairy Technology**. New York: Basel, 1999. p.169-202.
WEND, C.F.; STEWART, P.S.; JONES, W.; CAMPER, A.K. Pretreatment for membrane water treatment systems: a laboratory study. **Water Research**, v.37, p.3367-3378, 2003.

XU, Y.; SLEIGH, R.; HOURIGAN, J.; JOHNSON, R. Separation of bovine immunoglobulin G and glycomacropptide from dairy whey. **Process Biochemistry**, v. 36, n. 5, p. 393-399, 2000.

2. OBJETIVOS

2.1 GERAL

- Produzir e caracterizar uma bebida microfiltrada composta de soro de leite em pó integral e suco de laranja concentrado.

2.2 ESPECÍFICOS

- Avaliar o efeito da variação da relação soro de leite/suco de laranja na pressão transmembrana na análise centesimal;
- Avaliar as características físico-químicas do produto;
- Analisar o efeito da microfiltração na redução da carga microbiana inicial;
- Avaliar a vida útil da bebida proposta processada por microfiltração;
- Avaliar a aceitação e a intenção de compra da bebida produzida;

3. ARTIGO PARA PUBLICAÇÃO

**BEBIDA MICROFILTRADA DE SORO DE LEITE COM SUCO DE LARANJA:
TECNOLOGIA DE FABRICAÇÃO**

RESUMO

O soro de leite é considerado um subproduto da indústria leiteira, e um dos seus usos em destaque é a formulação de bebidas a base de soro e suco de frutas. Porém, sabe-se que os processos de tratamento do mesmo para eliminar a contaminação microbiológica e estender sua vida útil são em sua maioria térmicos, que causam alterações sensoriais e nutricionais no produto final. Como processos de esterilização alternativos a microfiltração mantém as características originais do produto, por não exigir aquecimento, porém pode ocorrer o entupimento das membranas causado pelos compostos do produto utilizado que podem ocasionar problemas. O objetivo deste trabalho foi avaliar a viabilidade tecnológica de produzir uma bebida microfiltrada composta de soro de leite em pó e suco de laranja. Foram avaliadas a qualidade microbiológica, físico química, sensorial e a vida útil do produto durante 28 dias. Em relação ao fluxo do permeado o mesmo se iniciou com valores médios de 173 L/hm² e devido ao *fouling* da membrana chegou a 124 L/hm² no final do processo. A bebida produzida manteve os valores de gordura, pH e cinzas sem diferença significativa da matéria-prima, porém os teores de proteína, extrato seco, viscosidade ($p < 0,05$), absorvância e transmitância foram reduzidos após o processamento. Na contagem microbiológica de aeróbios mesófilos a redução foi de 3,71 ciclos logarítmicos, e a contagem de leveduras e coliformes a 35°C também reduziram significativamente, enquanto os de bolores e *E.coli* se mantiveram estáveis pelo fato de as contagens iniciais já serem baixas, como no caso da *E.coli*. que estava totalmente ausente. Em relação à vida de prateleira, durante os 28 dias que foram avaliados o pH e a contagem microbiológica do produto se manteve sem alterações significativas. Na análise sensorial a bebida teve boa aceitabilidade, tendo o índice de aceitabilidade de 70,3% para impressão global do produto, exceto para os quesitos aroma, sabor e acidez que podem ser melhorados. Sendo assim, pode-se concluir que a bebida produzida teve resultados físico-químicos desejáveis. Porém, ainda se fazem necessários novos estudos para avaliar a vida de prateleira da bebida acima de 28 dias, analisar outros compostos nutricionais e desenvolver estratégias para evitar o entupimento da membrana reduzindo à retenção de partículas desejáveis a composição da bebida.

Palavras-chave: Microfiltração, membrana, fruta.

ABSTRACT

Whey is a by-product of the dairy industry, and their use is highlighted in the formulation of beverages based on fruit juice and whey. However, it is known that the same treatment process to eliminate microbial contamination and to extend its lifetime are for the most heat, which cause sensory and nutritional changes in the final product. As alternative sterilization processes microfiltration retains the properties of the product, by not requiring heating, but can occur clogging of the membranes caused by the compounds used product that can cause problems. The objective of this study was to assess the technological feasibility of producing a beverage made up of micro-filtered whey powder and orange juice. The microbiological quality, chemical physical, sensory and shelf life of the product were evaluated for 28 days. In relation to the same permeate flux began with mean values of 173 L/hm² and due to fouling of the membrane reached 124 L/hm² the end of the process. The beverage produced kept fat, pH and ash no significant difference in raw materials, but the protein, dry matter, viscosity ($p < 0.05$), absorbance and transmittance were reduced after processing. In mesophilic aerobic microbial count reduction was 3.71 log cycles, and enumeration of yeasts and coliforms at 35°C also significantly lowered, while the molds and E.coli were stable because the initial counts are already low, as in E. coli. It was totally absent. With regard to shelf life, during the 28 days were evaluated the pH and microbial count of the product was maintained without significant changes. In sensory evaluation the beverage had good acceptability, having 70.3% acceptability to the overall impression of the product, except for questions aroma, flavor and acidity that can be improved. Thus, it can be concluded that the beverage produced has desirable physical and chemical results. However, still are necessary further studies to evaluate the shelf life of the drink over 28 days to analyze other nutritional compounds and develop strategies to prevent clogging of the membrane by reducing the particle retention desirable composition of the drink.

Keywords: Microfiltration, membrane, fruit.

3.1 Introdução

De acordo com a Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA) a produção brasileira de queijo em 2006 foi de 495.000 toneladas, gerando cerca de 4,45 milhões de litros de soro de queijo (BRASIL, 2007). O aproveitamento do soro de leite no mercado nacional ainda pode ser explorado. Considerando toda a produção brasileira, apenas 20% é aproveitada para a alimentação humana. O restante é destinado às lagoas de tratamento ou à alimentação animal. A maioria da parcela aproveitada, fica restrita à produtos com baixo valor agregado, como bebidas lácteas e ricota (MAGALHÃES et al., 2011).

Esse cenário é resultante da baixa qualidade microbiológica do soro brasileiro, o que restringe a sua utilização para produtos com alto valor de mercado, como isolados proteicos e suplementos alimentares para atletas, idosos ou lactentes. Para suprir essa deficiência, o Brasil importa soro de outros países, o que pode desestimular a indústria nacional (SERPA, PRIAMO, REGINATTO, 2009; PANESAR et al., 2007).

Dessa forma, novas tecnologias para o seu reaproveitamento são bem vindas, uma vez que os custos para sua industrialização são baixos e seus produtos possuem grande aceitabilidade no mercado (LONDOÑO et al., 2008). As bebidas contendo soro de leite são uma realidade no mercado brasileiro, que continua sendo promissor, podendo ser processadas de diversas maneiras: UHT, pasteurizada, fermentadas, carbonatadas e ainda possuir diversos sabores (BOSI et al., 2013).

Entretanto, esses processos térmicos podem alterar os sabores originais do produto e desagradar o paladar do consumidor, além de diminuir a disponibilidade de alguns componentes nutricionais, como proteínas e vitaminas (MADAENI, YASEMI, DELPISHEH, 2009). Como alternativa, é possível utilizar a tecnologia de membranas, como a MF.

A MF utiliza tamanhos de poros de diâmetro 0,2-2 μ m e pressões de funcionamento de 0,05-0,2 MPa, o que permite a retenção de todas as partículas de leite, como células somáticas, bactérias, glóbulos de gordura e micelas de caseína (WALSTRA et al., 2006; COIMBRA, TEIXEIRA, 2010). Infelizmente, a MF aplicada na indústria de laticínios para a remoção de bactérias é uma tecnologia incomum na América Latina (BOLAÑOS et al.,

2014).

Pesquisas atuais com nutrição esportiva apontam que as proteínas do soro possuem uma capacidade simultânea para hidratar e regenerar a musculatura após atividades físicas. Esses dados revelam que há potencial para o desenvolvimento de bebidas refrescantes e hidratantes à base de soro. Porém, o soro sozinho pode ser pouco atrativo em relação ao seu sabor. Esse desafio sensorial pode ser contornado a partir da harmonização entre o sabor do soro de leite com o sabor cítrico do suco de laranja, principalmente em regiões tropicais.

Em vários países o suco de laranja possui grande aceitabilidade e, especificamente no Brasil, onde a produção de laranjas é a maior do mundo, com quase 20 milhões de toneladas colhidas ao ano (PARANÁ, 2010). Porém, o suco de laranja apresenta uma vida útil limitada, fato que pode ser melhorado com a tecnologia de MF.

A principal limitação industrial da MF é o *fouling*. Agregados de proteínas do soro de leite e a presença de polissacarídeos naturais da laranja, como lenhina, celulose e pectina, podem causar declínio no fluxo do permeado, inviabilizando o processo. Dessa forma, pesquisas que elucidam os mecanismos de entupimento de membrana, bem como os processos que minimizam esse problema, podem ser úteis para as indústrias alimentícias (BARROS et al., 2003; MOHAMMADI, KAZEMIMOGHADAM, SAADABADI, 2003).

Conhecendo os diversos usos no reaproveitamento do soro de leite bem como o grande consumo de bebidas a base de soro de leite e suco de frutas aliado ao processo de microfiltração, o presente trabalho teve como objetivo avaliar a tecnologia de fabricação de uma bebida microfiltrada composta de soro de leite e suco de laranja, analisando o fluxo transmembrana, suas características físico-químicas, a redução da carga microbiana, vida útil e aceitação sensorial.

3.2 Materiais e Métodos

Os experimentos para o desenvolvimento da bebida láctea microfiltrada, bem como as análises propostas, foram realizados nos laboratórios do Mestrado em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados, da Universidade Norte

do Paraná, em Londrina – PR, unidade Piza.

3.2.1 Matérias-primas

Para a produção da bebida microfiltrada foram utilizados o soro de leite em pó integral (Confepar®) e suco de laranja concentrado (Citropoli®), com concentração de 70% de açúcar, cujas informações nutricionais seguem em anexo (ANEXO 1).

O soro em pó foi reidratado com água potável de acordo com o teor médio de sólidos do soro de 6,5% (WALSTRA et al., 1999). O suco concentrado de laranja foi previamente coado em trama de algodão a fim de minimizar o entupimento da membrana e assim adicionado na formulação.

3.2.1.1 Equipamentos

Foi utilizada uma unidade piloto de MF Marca TIA Brasil (TIA – Tecnologia Industrial Aplicada), Equipada com uma membrana mineral tubular de MF de alumina/alumina PALL EXEQUIA tipo Membralox P1940, medindo 1,020 m de comprimento, composta de 19 canais com diâmetro de 4 mm cada, área de filtração de 0,24m² e dimensão dos poros de 1,4 µm. A dimensão do equipamento é de 1000mm de largura, 1300mm de comprimento, 2100mm de altura e pesa 200Kg. O processo é de batch alimentado e foi realizado seguindo o diagrama esquemático na figura 3.

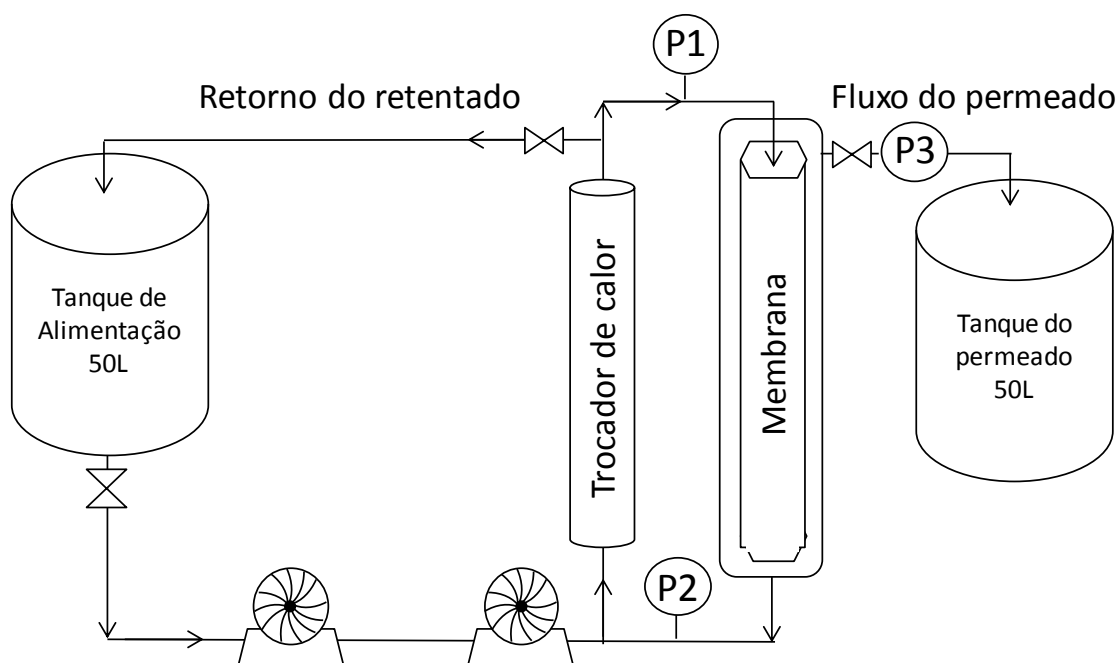


Figura 3 - Diagrama da microfiltração em escala piloto, com manômetros de pressão (P1, P2 e P3). Fonte:(OS AUTORES, 2015).

O sistema tem um reservatório de alimentação de 50 L em aço inoxidável e medidores para monitorar a pressão na entrada de alimentação (P1), saída de retentado (P2), e o permeado (P3). A temperatura da alimentação foi monitorada pelo termômetro na saída do trocador de calor. A pressão transmembrana (PTM) foi calculada a partir da seguinte equação, em que $PTM = [(P1 + P2) / 2] - P3$ conforme manual do fabricante.

Antes de cada experimento, o sistema de MF foi higienizado com solução de hipoclorito de sódio 200 ppm de a 20 ° C durante 20 minutos. Depois da sanitização, a solução era enxaguada com água desmineralizada até que o pH do fluxo do retentado e permeado se igualasse ao da água desmineralizada. Depois do enxágue, o fluxo de água e a resistência da membrana eram determinados utilizando água desmineralizada. A taxa de fluxo de permeado (PFR) foi medida utilizando um medidor de fluxo analógico e calculado a partir da equação: $PFR = Q_f \times \mu / (TMP \times 0,24)$, onde Q_f é o fluxo de água do permeado em Lh^{-1} , μ é a viscosidade da água (1,0 cP a 20 ° C), e 0,24 é a área da membrana de filtração. A PTM foi ajustada para 0,5 bar conforme manual do fabricante.

O fator de concentração volumétrico (FCV) da bebida produzida foi calculado conforme a equação abaixo: (BARROS, RIBEIRO, VIOTTO, 2005).

$$FC = \frac{\text{massa inicial matérias-primas}}{\text{massa inicial matérias-primas} - \text{massa do permeado}}$$

No início da MF da bebida, a água restante foi enxaguada com a própria bebida, até que o fluxo do permeado não apresentasse diluição. O trocador de calor foi alimentado com circulação de água quente até que todo o sistema chegasse à 50°C (±5°C).

3.2.2. Produção da bebida

3.2.2.1. Processo de fabricação

O processamento foi realizado em batelada, em lotes de 20 litros. A bebida foi formulada diretamente no tanque de alimentação da unidade de MF, previamente higienizada. Foram testadas pressões transmembrana de 1, 2 e 3 bar, porém a única pressão que permitiu o fluxo transmembrana foi a de 4,15

bar , com 5,2 bar de pressão de entrada e 3,1 bar de pressão de saída.

A MF da bebida foi iniciada ao se atingir a temperatura de 50°C ($\pm 5^\circ\text{C}$), e após a abertura da válvula de permeação não houve recirculação de permeado. Toda a bebida microfiltrada foi conduzida em sistema fechado previamente sanitizado para o tanque do permeado, um reservatório de aço inoxidável com capacidade de 50L (Figura 2). Após o processo, alíquotas da bebida foram coletadas diretamente do tanque do permeado para as análises físico-químicas e microbiológicas, sendo estocadas à 5°C. Todo o experimento foi feito em quintuplicata.

3.2.2.2 Avaliação do fluxo do permeado

A vazão do permeado foi medida durante todo o processamento da bebida, sendo acompanhado juntamente com a temperatura a cada 1 minuto do início até o final do processo. Com esses dados Através foram calculados o fluxo do permeado durante todo o processo de MF, através da fórmula obtida no Manual Piloto da MF disponível no site da marca TIA BRASIL.

3.2.2.3 Análise físico-química

As análises físico-químicas da bebida microfiltrada e das matérias primas utilizadas foram realizadas em triplicata e duplicata, variando de acordo com a metodologia recomendada. O pH foi determinado de acordo com a metodologia descrita no Manual de Análises do Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2011), através de um potenciômetro de bancada (Modelo Q-400^a, Quimis), introduzindo-se o eletrodo diretamente nas amostras para fazer a leitura. O percentual de proteínas foi avaliado pelo nitrogênio total, quantificado pelo método de Kjeldahl, usando 6,38 como fator de correção. O percentual de gordura foi determinado pelo método de Gerber, com uso de butirômetro para leite. Sólidos totais foram determinados por secagem em estufa a 105°C/16h. Cinzas por determinação de resíduo por incineração e MUFLA a 550°C/12h (BRASIL, 2006 não está no final). A viscosidade foi determinada no produto antes de microfiltrar, no permeado e no retentado, todas em triplicata, com amostras de 500ml colocadas em béquers com capacidade de 500ml, através do viscosímetro Lamy Rheology RM100, com disco ASTM n°2 e velocidade de 600rpm, durante 40 segundos, na programação LV3. Todas as amostras para determinação da viscosidade estavam a uma temperatura de 5°C. A absorvância e transmitância do produto antes de microfiltrar (matéria-prima), do

permeado e do retentado foram medidas pelo espectrofotômetro Femto 600 plus a uma velocidade de 500rpm, todas em triplicata e as amostras estavam à temperatura ambiente ($\pm 25^{\circ}\text{C}$).

3.2.2.4 Análise Microbiológica

As análises microbiológicas foram realizadas nas matérias primas, suco e soro em pó, na mistura dos ingredientes após serem colocadas na unidade e na bebida microfiltrada após a sua produção e durante a sua vida útil.

A metodologia para enumeração de mesófilos aeróbios foi à contagem de unidades formadoras de colônias (UFC) em placa de Petri com meio de cultura Plate Count Agar (PCA). A semeadura das amostras foi feita em profundidade, com incubação em estufa a $37^{\circ}\text{C}/48\text{h}$ (APHA, 2004). As análises de coliformes totais e *E.coli* foram feitas com incubação da amostra inoculadas em petrifilm 3MTM PetrifilmTM EC, a $37^{\circ}\text{C}/24\text{h}$ (Coliformes totais) e $37^{\circ}\text{C}/48\text{h}$ (*E. coli*), respectivamente. Para determinação da contagem total de bolores e leveduras foi utilizado o método de inoculação da amostra em Petrifilm 3M e incubação à 25°C por 5 dias (SILVA; JUNQUEIRA; SILVEIRA, 2010). Em todos os processos foram feitas diluições decimais seriadas em água peptonada a 0,1 %.

3.2.2.4.1 Avaliação do efeito da microfiltração na redução da carga microbiana

Para avaliar o efeito da MF na redução da carga microbiana inicial, uma alíquota de 300ml do produto foi coletada diretamente do tanque do permeado com pipetas esterilizadas e armazenada em bolsa plástica estéril (Nasco®) a 5°C , para posterior diluição e semeadura. Essa amostra foi avaliada no mesmo dia do processo com relação a sua contagem total de aeróbios mesófilos, coliformes a 35°C , *E.coli*, bolores e leveduras. Os experimentos foram realizados em duplicata (BRASIL, 2001).

3.2.2.4.2 Avaliação da vida útil da bebida proposta processada por microfiltração.

Além das alíquotas coletadas imediatamente após o processo de MF, outras quatro alíquotas de 300ml foram coletadas em bolsas plásticas estéreis (Nasco®) e armazenadas à 5°C . Essas alíquotas foram avaliadas a cada 7 dias após a produção, nos dias 7, 14, 21 e 28. Os parâmetros avaliados foram

pH, contagem total de aeróbios mesófilos, coliformes a 35°C, *E.coli*, bolores e leveduras.

3.2.2.5 Análise sensorial

Para avaliar a aceitabilidade da bebida formulada pelos consumidores foi realizada a análise sensorial com 87 provadores, voluntários do Campus da Universidade Norte do Paraná, sem distinção de gênero, idade ou profissão. Todos os voluntários assinaram o Termo de Consentimento Livre e Esclarecido (APÊNDICE B). O teste foi realizado em cabines individuais para o preenchimento das fichas. De acordo com Lawless e Heymann (2010) os testes de aceitação devem ser realizados com 75 a 100 participantes.

A análise sensorial foi realizada no Laboratório de Análise Sensorial da Universidade do Norte do Paraná (UNOPAR), em cabines individualizadas. Foram servidas amostras em copos descartáveis de 200ml, onde a bebida estava em uma temperatura média de 4°C, com um volume médio de bebida de 150ml, em ambiente claro (mesa branca), acompanhados de biscoito água e sal e um copo d'água, aplicando-se a ficha de avaliação sensorial apropriada.

Para o cálculo do Índice de Aceitabilidade da bebida foi adotada a expressão: $IA(\%) = A \times 100/B$, onde A = nota média obtida para o produto, e B = nota máxima dada ao produto. O IA com boa repercussão é $\geq 70\%$ (MONTEIRO, 1984).

Para análise da impressão global, sabor e aroma foram utilizados teste de aceitação por uma escala hedônica verbal estruturada com nove escalas: gostei muitíssimo; gostei muito; gostei moderadamente; gostei ligeiramente; nem gostei/nem desgostei; desgostei ligeiramente; desgostei moderadamente; desgostei muito; desgostei muitíssimo (APÊNDICE A).

O mesmo modelo foi aplicado para avaliar a intenção de compra da bebida, simultaneamente a ficha de avaliação da aceitação. Porém, com 5 escalas verbais estruturadas com as seguinte opções: certamente compraria, provavelmente compraria, talvez sim/talvez não, provavelmente não compraria e decididamente eu compraria (APÊNDICE A).

Referentes aos quesitos cor, doçura e acidez foram utilizados testes de aceitação específicos, com 9 escalas verbais estruturadas de acordo com os níveis de intensidade de cada quesito. Os termos verbais variaram dos extremos (extremamente mais forte ou extremamente mais fraco), e também

ponderaram o ideal (na medida certa da cor, doçura ou acidez) (APÊNDICE A).

A análise sensorial foi realizada mediante envio e aprovação do Comitê de Ética e Pesquisa da Universidade do Norte do Paraná (UNOPAR), mediante ao Parecer de aprovação 1.148.288, versão 2, CAAE: 44891315.6.0000.0108 (ANEXO C).

3.3. Estatística

O delineamento experimental foi inteiramente casualizado e ponderou o efeito da MF sobre a viscosidade, pH, porcentagem de proteína, absorvância e transmitância da bebida. Além disso, também ponderou o efeito da MF e vida útil (armazenamento durante 7, 14, 21 e 28 dias à 7°C) sobre as contagens de aeróbios mesófilos, bolores, leveduras, coliformes à 35°C e *E.coli*. Contagens abaixo do limite de detecção foram consideradas como o menor número sucessivo de uma casa decimal. Assim, ausência de crescimento microbiano em amostras integrais foi considerada como 0,9 UFC.ml⁻¹, possibilitando a análise da estatística descritiva.

Todas as variáveis acima não apresentaram normalidade e homocedastidade pelo teste de Kolmogorov-Smirnov e teste de Liliefors ($p < 0,05$). Dessa forma, diferenças antes e depois do processo de MF foram avaliadas pelo teste pareado de Wilcoxon com $p < 0,05$.

A população de provadores foi categorizada em função do gênero (masculino ou feminino), prática de atividade física (sim ou não) e idade (até 20 anos ou maior que 20 anos). O delineamento experimental ponderou eventuais diferenças sobre os escores da impressão global, aroma, sabor, cor, doçura, acidez e intenção de compra entre as categorias de gênero, atividade física e idade. O teste de Mann-Whitney foi utilizado com significância de 0,05. Todas as análises foram feitas no programa Statistica 7.0 (Statsoft).

3.4. Resultados e Discussão

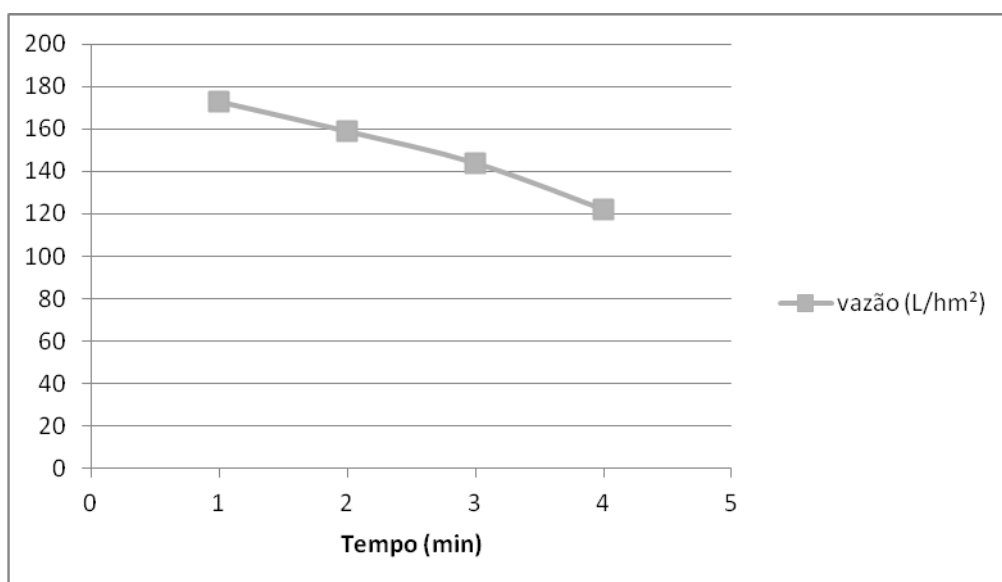
3.4.1. Fluxo do permeado

Foram testadas pressões de entrada de 1, 2, 3 e 4 bar com as formulações de suco:soro nas proporções 27:10, 8,6:10 e 2,4:10. Porém, não houve fluxo transmembrana em nenhuma dessas combinações, evidenciando *fouling* da membrana. A partir desses dados, foi utilizado o suco de laranja

diluído em soro na proporção 1:10, conforme orientações do fabricante do suco.

Foram produzidos lotes em batelada com um volume inicial médio de 19,615Kg e volume final de bebida de 10,252Kg. Em relação ao fluxo do permeado durante todo o processo de MF (Figura 5) pode-se notar que o mesmo já se iniciou com valores baixos (média de 173 L/hm²) mostrando que o *fouling* ocorreu logo no início do processo. O tempo de passagem médio de todo o produto foi de 5,8 minutos e o fluxo foi diminuindo substancialmente até que todo o produto fosse microfiltrado, e se encerrasse com um fluxo médio de 124 L/hm² (Figura 5).

Figura 5 – Fluxo do permeado ao longo do tempo (J)



Esse declínio do fluxo mostra que ocorreu o *fouling* da membrana mesmo o processo tendo durado em média 5,8 minutos. Esse *fouling* foi ocasionado pelos compostos presentes no suco de laranja e no soro de leite, além da temperatura e das pressões utilizadas.

Em relação ao suco concentrado utilizado sabe-se que o mesmo contém pectina em sua polpa o que pode ocasionar o entupimento da membrana, além da lenina e da celulose que estão presentes na sua composição. Esses componentes causam *fouling* tanto na parede da membrana como no interior dos seus poros (RAZI, AROUJALIAN, MAHDI, 2012).

Quanto ao *fouling* causado pelo soro, destaca-se as proteínas, onde já foi observado que a beta lactoglobulina (β -LG) contribui para a formação de

depósitos devido à sua tendência para se associar e formar dímeros (MOUROUZIDIS-MOUROUZIS, KARABELAS, 2008). Por sua vez, a alfa lactoalbumina (α -LA) tem a capacidade para se ligar fortemente ao Ca^{+2} , o que resulta em um sal de cálcio com alto potencial para entupir os poros da membrana. Entre os minerais, o fosfato de cálcio, é considerado uma das principais causas de incrustações na membrana e declínio de fluxo. O precipitado de fosfato de cálcio pode formar depósitos na superfície da membrana e no interior dos seus poros (RICE et al., 2009; TAN, WANG, MORARU, 2014).

Na pesquisa de Fritsch, Beliciu e Moraru (2005) o fluxo ao longo do tempo na microfiltração de leite cru desnatado em uma membrana de $1.4\mu\text{m}$, mostrou uma descida acentuada do fluxo de permeado após os primeiros momentos do processo, seguido de um lento fluxo, mas constante que foi diminuindo com o tempo. O que é confirmado por Nóbrega, Borges e Habert (2005) onde na operação de escoamento tangencial é comum a queda inicial nos valores de J (fluxo do permeado) com posterior estabilidade no decorrer do processo. Em nossos dados o fluxo reduziu também, mas como o tempo de MF foi curto, a redução não foi tão significativa.

Na pesquisa de Paula (2010) o processo de MF apresentou um fluxo final de permeado de 20L/hm^2 do suco de maracujá, que era inicialmente igual a 120L/hm^2 , mostrando o comportamento clássico dos processos de MF de sucos de polpa, mesmo a matéria prima inicial (polpa) tendo passado por uma despulpadeira antes do processo de microfiltração, onde o fenômeno da polarização de concentração provocou mesmo assim a queda do fluxo permeado ao longo do tempo de processo.

A formação da camada de incrustação altera significativamente o tamanho do poro da membrana, e torna-se praticamente a membrana que controla o processo de separação. É importante notar é que micro-organismos, resíduos de glóbulos de gordura ou as células somáticas não parecem desempenhar um papel na incrustação, mostrando que o maior papel se deve a outros componentes do soro e do suco concentrado (FRITSCHI, BELICIU, MORARU, 2005).

De acordo com Mirsaeedghazi et al. (2009) e Razi (2012) o mecanismo mais importante na formação da incrustação é a formação de bolo, e que o

mesmo ocorreu mais rapidamente quando foram utilizadas pressões mais elevadas, facilitando a entrada de partículas finas nos poros da membrana. Pode-se observar também que a temperatura influenciou na incrustação da membrana, mostrando que o aumento de temperatura aumenta o coeficiente de difusão de macromoléculas como a pectina que penetra nos poros e se deposita (WANG et al., 2005). Através dessa pesquisa sugere-se que um dos motivos do *fouling* ocorrido se deve ao fato das pressões elevadas utilizadas, da presença de pectina na matéria-prima e dos valores de temperatura em que o processo aconteceu.

Em outra pesquisa feita com suco de caju o fluxo médio de permeado no patamar estabilizado, foi de 184L/hm². A adição prévia de enzima, com atividade predominantemente pectinolítica, proporcionou um aumento do fluxo do permeado de aproximadamente 40% (CIANCI et al., 2005). Porém em outros estudos mesmo adicionando enzimas como tanase e celulase obtiveram-se fluxos da ordem de 70L/hm², e de 30 a 60L/hm² (BARROS, 2003).

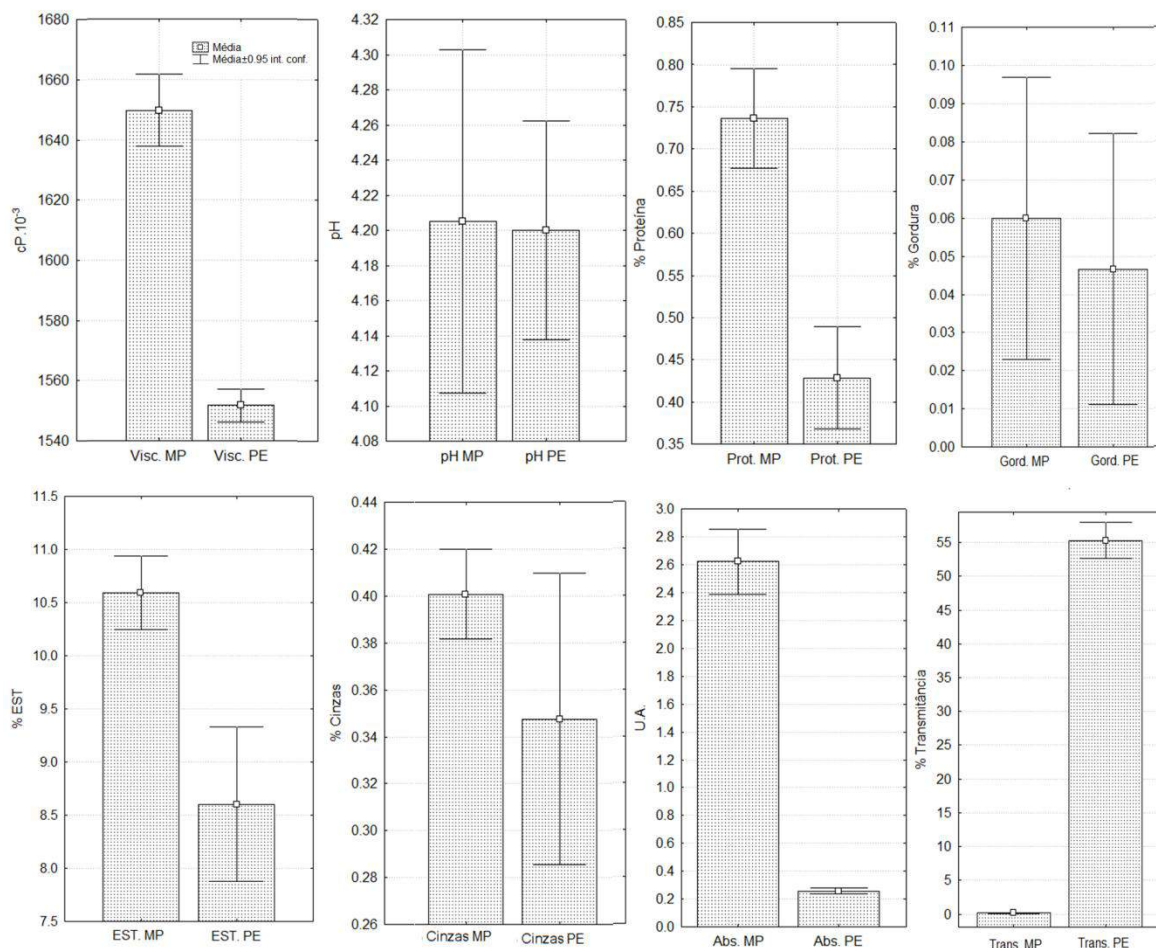
O fator médio de concentração volumétrica (FCV) foi de 2,09 considerando o volume médio inicial de bebida de 19.615Kg e o volume médio do permeado de 10.253Kg. Esse resultado mostrar que o fator de concentração do permeado foi o esperado de acordo com os poros da membrana utilizada, porém foi afetado pelo fato de ter ocorrido a incrustação da membrana pelas partículas retidas.

Bottino et al. (2002) obteve FCV de 2,8 e de 2,5 quando processaram suco de tomate com 5,0 Brix, em membranas cerâmicas com tamanho de poro de 0,2m. Já na pesquisa de Dong et al. (2009) foi elaborado queijo muçarela a partir do leite microfiltrado com uma membrana de poros de 0,1µm e FC de 2,3, onde foi retirada toda a nata do produto.

3.4.2. **Análise Físico-química**

A partir da realização das análises físico-químicas na matéria-prima e no produto microfiltrado obtiveram-se os resultados que podem ser observados na Figura 4.

Figura 4: Média e intervalo de confiança (95%) para viscosidade, pH, porcentagem de proteína, gordura, extrato seco total (EST), cinzas, absorvância e transmitância de uma bebida composta de soro de leite e suco de laranja antes (matéria prima) e depois do processo de microfiltração (permeado).



A viscosidade do permeado foi menor ($p < 0,05$) em comparação com a viscosidade da matéria prima, podendo então ser observado que o processo de MF devido à retenção de partículas, causa a diminuição da viscosidade do produto, já que o retentado se torna mais viscoso com a concentração das partículas maiores que os poros da membrana. Esse resultado é confirmado por Gashi et al. (2014) que descreve que a MF com poros menores ou iguais 1,4 μ m destina-se a remover a matéria em partículas, tal como a turbidez e micro-organismos através de um mecanismo de peneiramento, produzindo permeados com qualidade superior a que seria possível com tratamentos térmicos convencionais.

A MF reduziu a turbidez da bebida, aumentando a transmitância e

diminuindo a absorbância no permeado (Figura 4). Esse resultado é devido à retenção de partículas pela membrana de MF, clarificando o produto e conseqüentemente, aumentando a passagem de luz (transmitância) e reduzindo a quantidade de luz absorvida (absorbância) devido ao produto ter se tornado mais claro e menos viscoso. De acordo com Saha; Balakrishnan; Ulbricht (2006) o permeado obtido da MF é caracterizado por alta clareza, baixa viscosidade e redução de cor. Em outra pesquisa realizada por Razi (2012) a turbidez do suco de tomate foi quase completamente removida sendo inferior a 2,0 NTU, o que era um dos objetivos do trabalho. O mesmo resultado foi encontrado por Li et al. (2012) onde após a MF a turbidez do produto diminuiu consideravelmente. Já nessa pesquisa sabe-se que esse não era o objetivo, porém esse resultado foi encontrado.

Em outro estudo onde foi realizada a MF do suco de maracujá ocorreu à completa remoção da polpa em suspensão no suco permeado, o que resultou em um suco clarificado, límpido e pouco viscoso, aumentando a sua luminosidade e diminuição da sua turbidez e viscosidade, que foi reduzida a 1/3 após a MF. Entretanto, o teor de carotenóides no suco microfiltrado diminuiu para valores próximos à zero, o que evidencia que a membrana de MF reteve os compostos responsáveis pela cor do produto (SILVA et al., 2005).

Confirmando as pesquisas anteriores Cisse et al. (2005) relatou a diminuição dos valores de carotenóides que foram completamente retidos pela membrana, e alguns compostos aromáticos, que foram parcialmente rejeitados pela membrana devido às suas propriedades apolares e associação com os sólidos insolúveis encontrados no retentado. Essa avaliação não foi realizada na pesquisa, porém sabe-se que devido à clarificação do produto final, provavelmente também tenha havido a retenção dos teores de carotenóides, o que é um ponto negativo nutricionalmente. Os carotenóides são precursores da vitamina A, que possui atividade antioxidante, auxilia no controle do sistema imunológico e saúde dos ossos e dos olhos (POORNIAMMAL, SARATHAMBAL, SAKTHI, ARUN, 2013).

O suco de laranja utilizado nessa pesquisa foi previamente coado antes de ser realizada a MF, com o objetivo de minimizar o entupimento da membrana devido à ação da pectina. Outros estudos apresentam métodos químicos para a redução da quantidade de pectina, como o tratamento

enzimático anterior a MF, hidrolisando a pectina e consequentemente diminuindo a viscosidade e o teor de polpa do suco (MATTA, CABRAL, SILVA, 2004).

Segundo de PAULA (2010) o teor de polpa no suco de maracujá passou de 15% no suco integral para 10% no permeado, que apresentou-se límpido e claro. A turbidez e a viscosidade aparente do suco foram reduzidas com o processamento, passando de 270 NTU e 6,9 mPa.s no suco integral para 1,2 NTU e 1,14 mPa.s no suco clarificado, respectivamente. Após a MF, observou-se uma perda da cor amarela no suco clarificado, que foi relacionada ao baixo teor de carotenóides desta fração, 0,01 ppm, indicando que a membrana de MF reteve estes componentes.

Em relação ao pH, % gordura e cinzas não houve alteração significativa entre a matéria prima e o permeado (Figura 4). Sabe-se que se a porcentagem de gordura fosse maior na matéria-prima, como a do leite integral, a mesma seria retida pela membrana devido ao tamanho dos poros que são de 1,4 μ m comparado ao tamanho molecular dos glóbulos de gordura do leite que variam de 0,2 a 15 μ m (WALSTRA, WOUTERS, GEURTS, 2006). Porém, devido à matéria-prima já possuir um baixo teor de gordura, esse componente não sofreu alteração significativa ao passar pelo processo de MF. Resultado similar foi encontrado na pesquisa de Debon (2009) onde 73% dos lipídeos contidos no leite para elaboração posterior do leite fermentado foram transferidos integralmente para o microfiltrado.

No presente estudo, não houve variação do pH no suco de laranja após o processo de MF. Este resultado pode ser considerado positivo, uma vez que a acidificação devida à ação de micro-organismos não é desejada, e pode levar à alterações sensoriais no produto. O mesmo foi observado na pesquisa de Paula (2010) e Matta, Cabral e Silva (2004), que não observaram alterações significativas do pH. Em produtos lácteos, o motivo mais comum de acidificação é devido à ação de micro-organismos aeróbios mesófilos, que metabolizam a lactose e produzem ácido láctico (CORTEZ, CORTEZ, 2008). Porém, no estudo de Li et al. (2012) houveram também alterações leves no pH após a MF.

Tratando-se da porcentagem de cinzas que se manteve estatisticamente estável durante o processo de MF, confirma-se que a membrana utilizada

permitiu a livre passagem de minerais pela mesma, possibilitando que o produto final mantivesse a sua concentração de sais muito próxima a da matéria-prima. Esse resultado também pode ser considerado positivo, pois permite o aproveitamento dos teores de sais minerais originais do soro e também do suco. Diversos estudos relatam o potencial hidratante desses alimentos, associando os teores de sais minerais a uma melhor absorção de água no trato intestinal (SOLAK, AKIN, 2012). Esse resultado permite que o produto seja utilizado como reidratante após a prática de atividade física.

Oposto ao resultado encontrado na pesquisa Matta, Cabral e Silva (2004) tiveram como resultado uma retenção significativa de minerais pela membrana de MF do suco de acerola previamente hidrolisado por enzimas, provavelmente devido à ligação com macromoléculas que não a permearam e à polarização da concentração. Essa retenção, entretanto, não comprometeu a qualidade do suco clarificado obtido por membranas com relação aos teores desses micronutrientes e a pressão utilizada foi de 1.2 bar e os poros da membrana eram de 0,3 μ m, muito menores do que a utilizada no nosso estudo.

Em relação à porcentagem de extrato seco total (EST) houve a diminuição após o processo de MF, o que condiz com a literatura que o processo de membranas retém partículas maiores que não conseguem passar. Na pesquisa de Debon (2009) o microfiltrado apresentou menores teores de sólidos totais quando comparado ao leite cru desnatado. Esse resultado pode ser explicado pela diminuição no teor de proteínas. Matta, Cabral e Silva (2004) também tiveram os sólidos solúveis retidos pela membrana.

Nesse estudo os resultados foram similares aos encontrados por Li et al. (2012), que observaram redução dos teores médios de amido, proteína, pectina e taninos após a MF. A pectina foi um dos componentes que mais variou, com uma média de redução maior que 50%, o que ajuda a explicar alguns motivos de *fouling* da membrana.

Sobre a porcentagem de proteína, como pode ser observado na Tabela 1 e Figura 3, houve retenção da mesma pela membrana, diminuindo o seu teor no permeado. Não era esperado que a membrana retivesse proteínas do soro, uma vez que o diâmetro médio das proteínas solúveis varia de 3 a 6 nm, menores que os poros da membrana (1,4 μ m) (GARCÍA, BLANCO, RODRIGUEZ, 2013). Porém, o bloqueio dos poros, causado primariamente

pela pectina e suas interações com os minerais do soro, podem alterar a permeabilidade original da membrana, causando a retenção de partículas de proteínas solúveis.

Esse fenômeno recebe o nome de “camada de torta” onde ocorre a polarização de concentração, que consiste em um fenômeno reversível causado pelo aumento da concentração de solutos rejeitados pela membrana que se acumulam próximos à superfície da membrana e estabelecem um gradiente de concentração positivo na direção oposta ao fluxo de permeado. Essa camada de torta é uma importante causa do declínio do fluxo na filtração de suspensões coloidais, como no caso do processamento de sucos. Para limitar a formação da camada de torta a limpeza da membrana é usualmente aplicada, sendo efetiva se a camada for reversível (GOMES, 2006).

Quando apenas soro de leite é permeado pela membrana, podemos observar resultados divergentes. Mourouzidis-Mourouzis e Karabelas (2008) encontraram percentuais de transmissão da proteína superiores a 96 %. Essas observações também estão de acordo com trabalhos anteriores realizados por Tracey e Davis (1994) que utilizaram a MF convencional e Guell e Davis (1996) no processo de MF tangencial, onde a retenção das proteínas foi inferior a 15 %. Esses dados ajudam a compreender o potencial da pectina para entupir os poros da membrana.

A bebida elaborada contém uma pequena concentração de proteína, sabe-se que as proteínas do soro de leite possuem alto valor biológico em comparação com outras fontes de proteína com o ovo e as carnes, e tem uma alta digestibilidade. O seu teor de aminoácidos é muito elevado e encontra-se na quantidade ideal que o corpo necessita (RICHARD, 2002).

Em relação ao retentado, o mesmo teve menor ($p < 0,05$) transmitância e maior absorbância em comparação ao permeado, com valores fora do limite de detecção do espectrofotômetro ($< 0,1\%$ ou $> 9999,9$) em todas as repetições. Esses dados indicam maior concentração molecular, o que pôde ser evidenciado ao mensurar a porcentagem de proteína, que apresentou maior ($p < 0,05$) porcentagem no retentado em comparação ao permeado, com valores médios de $1,13\% \pm 0,16$, o que confirma a retenção de proteína e outros compostos que reduzem a %EST no permeado e concentram os sólidos no retentado.

Por sua vez, os valores de pH não apresentaram diferenças ($p > 0,05$) em comparação à matéria prima ou ao permeado, com média de $4,20 \pm 0,06$.

Wattson et al. (2008) compararam o efeito de hidratação dos isotônicos comerciais com o leite desnatado e concluíram que a capacidade de hidratação não mudou quando o isotônico foi substituído pelo leite, comprovando a eficiência do leite desnatado na hidratação. Outra pesquisa mostra o efeito da β -lactoalbumina presente no soro na hidratação e na melhora do funcionamento intestinal (WERNIMONT et al., 2015). Essas pesquisas fornecem informações do potencial que a bebida formulada teria para hidratar praticantes de atividade física após o exercício, porém seriam necessárias mais análises para confirmar essa hipótese.

3.4.3. Contagem microbiológica

A contagem microbiológica das matérias-primas foi realizada antes da mistura da bebida ser preparada, e os valores encontrados para o soro foram: $<1\text{UFC.ml}^{-1}$ para *E.coli*, 14UFC.ml^{-1} para bolores, 81UFC.ml^{-1} para leveduras e 37UFC.ml^{-1} para aeróbios mesófilos. Já na contagem do suco concentrado de laranja foram encontrados valores de $<1\text{UFC.ml}^{-1}$ para *E.coli*, $<1\text{UFC.ml}^{-1}$ para bolores, $<1\text{UFC.ml}^{-1}$ para leveduras e para $<1\text{UFC.ml}^{-1}$ aeróbios mesófilos.

A contagem microbiológica da bebida preparada antes da MF em relação aos aeróbios mesófilos, foi em média de $5,75\text{UFC.ml}^{-1}$; para bolores foi de $1,00\text{UFC.ml}^{-1}$, em relação as leveduras foi encontrado a média de 15UFC.ml^{-1} , para coliformes a 35°C o valor médio foi de 301UFC.ml^{-1} e de *E. coli* o valor médio encontrado foi 1UFC.ml^{-1} (Tabela 1).

A MF foi capaz de reduzir, em média, 3,71 ciclos logarítmicos da contagem de aeróbios mesófilos da matéria prima. Também reduziu as contagens de coliformes à 35°C e leveduras (Tabela 1), mostrando uma eficiência da microfiltração na remoção de micro-organismos que têm o tamanho médio de 0,4 a $2,0\mu\text{m}$ (BRANS, 2004).

Tabela 1: Mediana, média e desvio padrão (DP) para contagens de aeróbios mesófilos, bolores, leveduras, coliformes à 35°C e *E.coli* de uma bebida composta de soro de leite e suco de laranja antes (matéria prima) e depois do processo de microfiltração (permeado).

		Mediana	Média±DP
Aeróbios mesófilos (logUFC.ml ⁻¹)	Matéria prima	5,75 ^a	5,57±2,85
	Permeado	1,79 ^b	1,86±0,58
Bolores (UFC.ml ⁻¹)	Matéria prima	1,00 ^a	5,36±6,06
	Permeado	0,90 ^a	1,34±0,60
Leveduras (UFC.ml ⁻¹)	Matéria prima	15,00 ^a	17,20±7,09
	Permeado	<1,00 ^b	<1±0,00
Colif. 35°C (UFC.ml ⁻¹)	Matéria prima	301,00 ^a	349,80±288,56
	Permeado	4,00 ^b	4,63±4,09
<i>E.coli</i> (UFC.ml ⁻¹)	Matéria prima	<1,00 ^a	<1,00±0,00
	Permeado	<1,00 ^a	<1,00±0,00

^{ab}Medianas seguidas de letras diferentes na mesma coluna apresentaram diferença (p<0,05) segundo o teste de Wilcoxon.

Pafylas et al. (1996), Guerra et al. (1997) e Saboya e Maubois (2000) afirmam que a redução bacteriana na MF do leite pode ser de 4 a 5 log UFC.ml⁻¹, porém poderá ser mais baixa, conforme afirmam Trouvé et al. (1991), em decorrência da menor contaminação bacteriana encontrada no leite cru, pelos parâmetros de operação e pelo tipo de membrana (MF). Esses resultados condizem com os encontrados nessa pesquisa onde em relação aos aeróbios mesófilos e as leveduras a redução foi próxima a pesquisa (3,7 log) e em relação a *E.coli* e Bolores a redução não foi significativa pela baixa contagem inicial.

No estudo de Debon (2009) verificou-se que o número médio de bactérias aeróbias mesófilas do soro não tratado diferiu significativamente daqueles do soro pasteurizado e do soro microfiltrado, visto que reduziu em cerca de 82% o número de bactérias aeróbias mesófilas, isto é, de 4,04 log UFC. .ml⁻¹ para 0,72 x log UFC.mL⁻¹. Outra pesquisa de Rektor e Vatai (2004) verificou que soro de queijo muçarela de leite de vaca filtrado em membrana

cerâmica de 0,2 µm apresentou seu número de células de *Lactobacillaceae* reduzido em 100%.

Outro processo realizado por Fritsch, Beliciu e Moraru (2005) foi extremamente eficaz em termos de eliminação física de micro-organismos a partir de leite desnatado cru, onde mais de 4 log de redução na microbiota foi alcançada por separação por membrana, a partir de uma carga microbiana de $5,25 \pm 0,3 \log \text{ UFC / ml}$ na matéria- leite desnatado, uma carga de UFC única $0,93 \pm 0,48 \log / \text{ ml}$ no leite CMF (permeado) foi obtida.

A contagem de bolores no permeado foi de $0,90 \text{ UFC.ml}^{-1}$; a de leveduras foi em média inferior a 1 UFC.ml^{-1} , e sem detecção de *E.coli* em nenhuma das repetições. Em relação às contagens de bolores e *E.coli*, não houveram reduções significativas ($p > 0,05$), uma vez que antes do processo de MF, as contagens desses micro-organismos já eram baixas, com média de $5,36 \text{ UFC.ml}^{-1}$ para bolores e $< 1,00 \text{ UFC.ml}^{-1}$ para *E.coli* (Tabela 2).

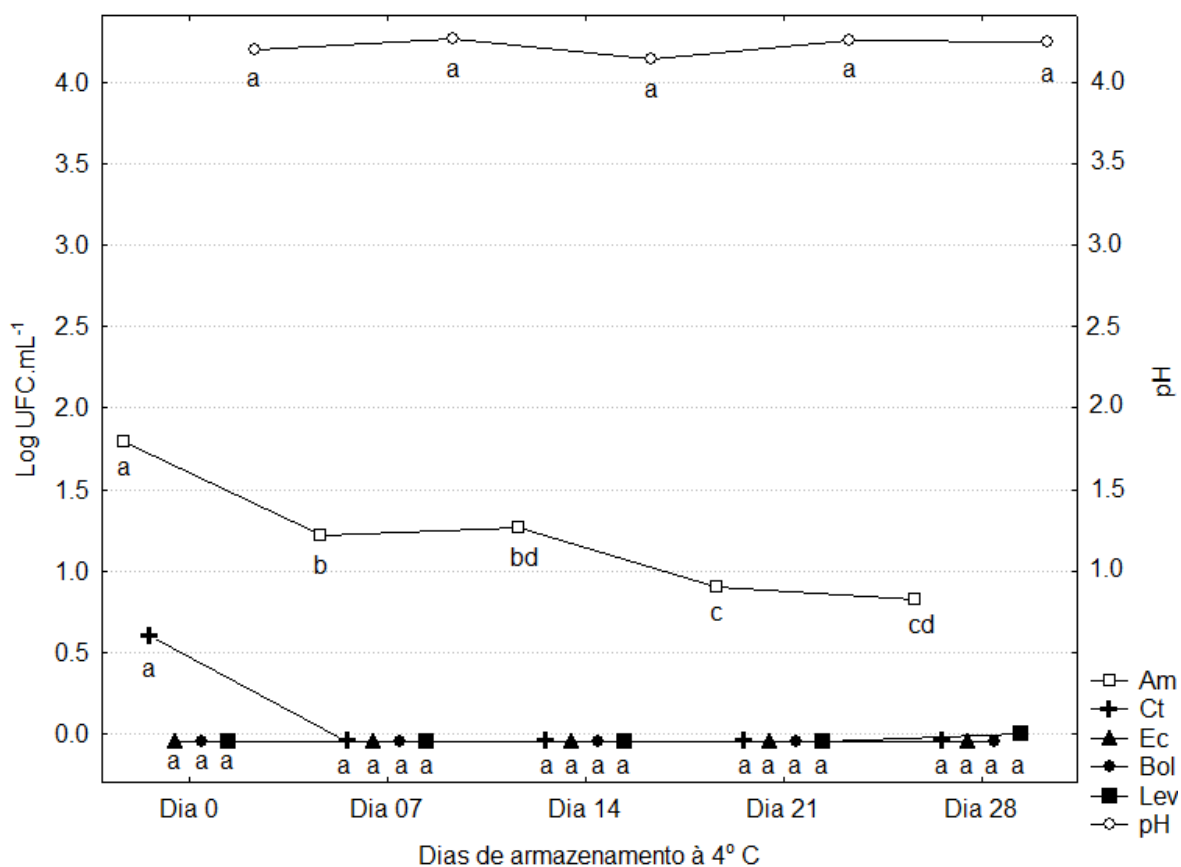
Na atual legislação brasileira, não existem valores de referências microbiológicas específicas para bebidas à base de soro de leite e suco de frutas. Bebidas similares podem ser encontradas no regulamento da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), como a bebida láctea e os sucos preparados com polpa de frutas. Nesses produtos, a RDC nº12 (BRASIL, 2001) permite no máximo 10 UFC.ml^{-1} de coliformes à 45° C para bebida láctea e $100 \text{ .ml}^{-1} \text{ UFC}$ para sucos de frutas. A bebida produzida nessa pesquisa está dentro dos limites máximos exigidos pela legislação para coliformes a 45° C em ambos os casos (BRASIL, 2001).

A ausência de coliformes a 45° C também foi observada no estudo de Rezzadori et al. (2014) onde foi realizada a microfiltração do suco de cana de açúcar em diferentes temperaturas e pressões, indicando uma boa qualidade higiênico sanitária no processo produtivo.

Em relação ao crescimento de micro-organismos durante o armazenamento da bebida a 5° C a população de aeróbios mesófilos da bebida microfiltrada apresentou uma tendência de queda durante o armazenamento a 4° C . Como pode ser observado na figura 5, as contagens de mesófilos apresentaram valores máximos de $1,79 \log \text{ UFC.ml}^{-1}$ logo após o processo de MF. As diminuições mais acentuadas ($p < 0,05$) ocorreram após 7 e 21 dias de armazenamento, alcançando valores médios de $1,22$ e $0,90 \log \text{ UFC.ml}^{-1}$

respectivamente. O pH e as contagens de bolores, leveduras, coliformes à 35°C e *E.coli* permaneceram sem variação ($p>0,05$) durante os 28 dias de armazenamento à 4°C. O que mostra que o produto em até 28 dias de vida útil manteve a sua qualidade microbiológica.

Figura 5: Medianas para contagens de aeróbios mesófilos (Am), bolores (Bol), leveduras (Lev), coliformes à 35°C (Ct), *E.coli* (Ec) e pH de uma bebida composta de soro de leite e suco de laranja durante o armazenamento à 4°C durante 28 dias. ^{abcd}Medianas seguidas de letras diferentes apresentaram diferença ($p<0,05$) pelo teste de Wilcoxon.



A contagem de mesófilos visa identificar a contaminação geral de um alimento e tem sido usada como indicador de qualidade higiênica dos alimentos, fornecendo uma ideia sobre seu tempo útil de conservação (FOX, 1993). Essa queda nos valores de mesófilos durante o tempo de armazenamento se explica pelo fato desses micro-organismos terem a sua temperatura ótima de crescimento entre 25 a 40°C.

Porém sabe-se que essa temperatura de refrigeração é favorável aos psicotróficos que se multiplica em alimentos refrigerados causando a sua deterioração, no entanto, como o nosso produto apresenta um baixo teor de

proteína, possivelmente essa multiplicação não foi tão intensa (FRANCO, LANDRGRAF, 2002). Na pesquisa de Antunes et al. (2014) onde foi realizada a pasteurização e posterior MF do leite, como esperado a contagem de aeróbios mesófilos diminuiu mas não ao longo dos dias, porém se manteve estável durante 28 dias de armazenamento.

Caplan e Barbano (2013) tiveram como resultado da MF associada a pasteurização a redução total de bactérias, esporos, coliformes, e contagem de células somáticas no leite desnatado possibilitando uma extensa vida útil (isto é, contagem de bactérias $<20.000 \text{ UFC.ml}^{-1}$). Matta, Cabral e Silva (2004) conseguiram obter um suco clarificado de acerola, pasteurizado a frio, e preservá-lo, durante três meses sob refrigeração (4°C), sem que ocorresse alteração significativa das suas principais características químicas.

No suco microfiltrado elaborado por Silva et al. (2005) foi possível conservar o suco microfiltrado de maracujá por 28 dias sob refrigeração (7°C), mostrando a eficiência do processo como método de conservação. A carga microbiana do permeado foi acompanhada Fritsch, Beliciu e Moraru (2005) durante o armazenamento sob refrigeração, e contagens inferiores a $1\log\text{UFC}/\text{ml}^{-1}$ foram mantidos mesmo após 38 dias.

3.4.4. Análise sensorial

As características da população de provadores estão apresentadas na figura 6. Houve homogeneidade da população amostral em relação ao gênero, prática de atividade física e idade, com 42,5% dos provadores do sexo masculino e 57,4% do sexo feminino, onde 51,7% praticam atividade física e 48,3% não praticam, e a idade média foi de 40 anos (18-62 anos). A frequência da atividade física praticada foi de 13,4% que praticam atividade física 1x por semana, 8,9% 2x por semana, 24,5% 3x por semana, 17,8% 4x por semana, 13,4% 5x por semana e 15,6% praticam diariamente.

Figura 6: Frequência absoluta de 87 provadores agrupados conforme o gênero, prática de atividade física e idade.

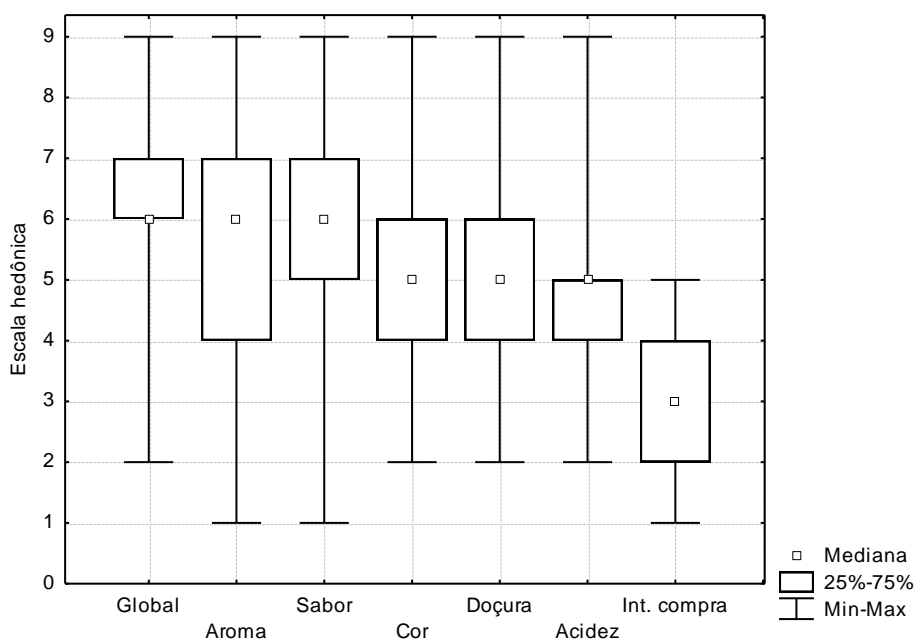
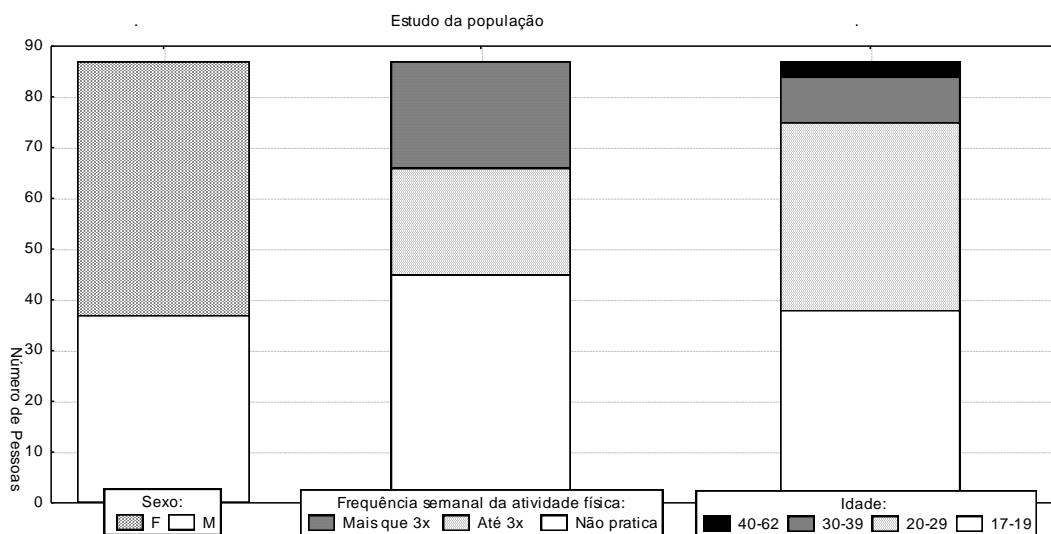


Figura 7 - Mediana, quartis (25%-75%) e intervalo (mín-máx) de escores sensoriais da impressão global, aroma, sabor, cor, doçura, acidez e intenção de compra de uma bebida microfiltrada de soro de leite e suco de laranja em uma população de 87 provadores.

O índice de aceitabilidade (IA) da impressão global da bebida foi de 70,3%, com 78% dos escores acima da classificação “gostei ligeiramente” (Figura 7). Sendo assim, considerando que para que um produto tenha uma

boa aceitação a frequência de respostas adorei e gostei devem ser superiores a 70% (FERREIRA et al., 2000), mostram que o produto foi bem aceito pelos consumidores. Os índices de aceitabilidade para aroma e sabor foram de 63,89% e 65,89% respectivamente, mostrando que ainda podem ser feitas melhorias no aroma e no sabor.

Na pesquisa de Rezzadori et al. (2014) foi observado que não houve diferença significativa entre o suco de cana de açúcar pasteurizado e o microfiltrado, exceto no sabor que o microfiltrado teve notas mais baixas. Uma possível razão para a diferença no sabor está relacionada com o fato de que a MF pode reter os compostos voláteis por adsorção por causa do seu tamanho molecular (CISSE et al., 2005). Além disso, pelo fato de ser um processo em contato direto com o ar atmosférico, podendo ocorrer a perda desses compostos, e também porque os mesmos podem ficar retidos pela membrana (REZZADORI et al., 2013).

No entanto, na pesquisa de Johnson; Braddock, Chen (2006) e Vaillant et al. (1999) observou-se perdas das frações que continham alguns compostos de aroma durante processos de filtração tangencial para laranja e suco de maracujá microfiltrado. Mas a respeito do sabor não houve diferença estatística ao comparar os sucos microfiltrados ou pasteurizados, porém em relação a outros atributos mostraram diferenças significativas, e os sucos pasteurizados receberam as melhores notas para aparência, sabor e global impressão. Já em relação à intenção de compra apenas 8% não comprariam os sucos microfiltrados.

No estudo de Pareek, Gupta e Sengar (2014) onde foi elaborada uma bebida carbonatada a base de soro de leite e suco de laranja, mostrou-se que a melhor aceitabilidade foi na proporção de 70:30 para o suco e o soro respectivamente; além disso foi constatado uma elevação no teor de nutrientes devido a adição do soro de leite. A bebida mais aceita foi aquela em que a cor laranja era mais intensa devido a maior proporção de suco concentrado de laranja, e nos quesitos de sabor, doçura e aparência tiveram notas mais baixas proporcionalmente a maior quantidade de soro adicionada. Porém em relação à acidez que foi maior nos produtos com maiores concentrações de suco este foi um ponto positivo para as bebidas com maiores teores de soro.

Shiby, Radhakrishna e Bawa (2013) elaboraram uma bebida liofilizada

energética a base de suco de frutas (romã e uva) e soro de leite, na proporção de 49:51 e 49:60 respectivamente. As bebidas com maiores proporções de suco de uva não tiveram muito aceitação devido a elevação da sua acidez, e as com elevado teor de suco de romã não foram bem aceitas pelo sabor adstringente; mostrando que os maiores teores de soro na bebida tiveram uma melhor aceitação, o que é um ponto positivo sendo que o soro é um subproduto das indústrias.

Os resultados dos escores sensoriais da bebida mostraram que as características de cor, doçura e acidez ficaram próximas às consideradas ideais pelos provadores, com pequena tendência da acidez estar classificada como “pouquíssimo fraca em relação à acidez ideal” (Figura 7). Esse resultado provavelmente se deve ao fator de uma parte da polpa do suco ter ficado retida pela membrana, o que reduziu a acidez característica da laranja.

A média dos escores da intenção de compra foi menor ($p < 0,05$) nos provadores do gênero feminino, apresentando valores de 2.80 ± 0.90 para mulheres e de 3.22 ± 0.98 para homens (Tabela 3). Em relação ao aroma, os escores de provadores com até 20 anos foi maior quando comparado com os provadores mais velhos (acima de 20 anos), com valores de 6.24 ± 1.90 contra 5.21 ± 2.04 (Tabela 3).

Não houve diferença sobre os escores da impressão global, aroma, sabor, cor, doçura, acidez e intenção de compra entre os praticantes e não praticantes de atividade física. Esses dados indicam que a bebida formulada apresentou preferência entre o público jovem e do gênero feminino, independentemente da prática de atividade física.

Tabela 2 - Mediana (Med), média e desvio padrão ($\bar{x} \pm \sigma$) de escores sensoriais da impressão global, aroma, sabor, cor, acidez e intenção de compra de bebida microfiltrada de soro de leite e suco de laranja, realizados com 87 provadores agrupados segundo o gênero, prática de atividade física e idade.

		Gênero		Atv. Fís.		Idade		Total n=87
		Masc (n=37)	Fem (n=50)	Não (n=42)	Sim (n=45)	Até 20 (n=45)	> 20 (n=42)	
Imp. Global	Med	6.00a	6.00a	6.00a	6.00a	6.00a	6.00a	6.00
	$\bar{x} \pm \sigma$	6.41±1.52	6.28±1.16	6.37±1.22	6.30±1.42	6.56±1.27	6.10±1.34	6.33±1.32
Aroma	Med	6.00a	6.00a	6.00a	6.00a	6.00a	5.00b	6.00
	$\bar{x} \pm \sigma$	5.81±2.18	5.70±1.92	5.60±1.97	5.89±2.09	6.24±1.90	5.21±2.04	5.75±2.02
Sabor	Med	6.00a	6.00a	6.00a	6.00a	6.00a	6.00a	6.00
	$\bar{x} \pm \sigma$	5.86±1.86	5.98±1.77	5.91±1.67	5.95±1.93	6.02±1.90	5.83±1.70	5.93±1.80
Cor	Med	5.00a	5.00a	5.00a	5.00a	5.00a	5.00a	5.00
	$\bar{x} \pm \sigma$	5.30±1.54	4.64±1.54	5.05±1.50	4.80±1.64	5.16±1.52	4.67±1.59	4.92±1.56
Doçura	Med	5.00a	5.00a	5.00a	5.00a	5.00a	5.00a	5.00
	$\bar{x} \pm \sigma$	5.19±1.58	4.96±1.26	4.93±1.26	5.18±1.53	5.09±1.47	5.02±1.33	5.06±1.40
Acidez	Med	5.00a	5.00a	5.00a	5.00a	5.00a	5.00a	5.00
	$\bar{x} \pm \sigma$	4.73±1.47	5.10±1.16	4.93±1.06	4.95±1.52	4.96±1.40	4.93±1.22	4.94±1.31
Int. compra	Med	3.00a	3.00b	3.00a	3.00a	3.00a	3.00a	3.00
	$\bar{x} \pm \sigma$	3.22±0.98	2.80±0.90	2.91±0.92	3.05±0.99	2.87±0.94	3.10±0.96	2.98±0.95

a,b: Medianas seguidas de letras distintas diferiram no teste de Mann-Whitney ($P < 0,05$)

3.5 Conclusão

Devido ao *fouling* da membrana, a produção da bebida foi possível apenas quando altas pressões transmembranas foram aplicadas no sistema de microfiltração. A proporção entre soro de leite e suco de laranja também foi determinante para que houvesse a passagem de fluxo da bebida pela membrana.

O processo de microfiltração permitiu aumentar a clareza da bebida, diminuindo sua viscosidade, turbidez e teor proteico, porém sem alterar a concentração natural de minerais. Essas características físico-químicas indicam que o produto possui uma boa capacidade de hidratação.

A bebida microfiltrada apresentou boa qualidade microbiológica, sem detecção *E.coli* no permeado e com baixas contagens de aeróbios mesófilos, coliformes a 35 ° C, bolores e leveduras. Dessa forma, foi possível armazenar a bebida durante 28 dias sob refrigeração sem aumento nas contagens microbiológicas e alterações físico-químicas.

Referente à análise sensorial da bebida, a aceitação global foi satisfatória e o produto teve maior preferência entre o público jovem e feminino. Porém, melhorias ainda podem ser feitas no aroma e sabor.

Sendo assim, pode-se concluir que a bebida produzida teve resultados físico-químicos e microbiológicos satisfatórios, mesmo sendo limitados pelo *fouling* da membrana; e, além disso, a mesma teve aceitação pelos provadores. Porém, ainda se fazem necessários novos estudos para avaliar a vida útil da bebida acima de 28 dias, analisar outros compostos nutricionais e desenvolver estratégias para evitar o *fouling* da membrana reduzindo a retenção de partículas desejáveis à composição da bebida.

REFERÊNCIAS

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION (APHA). **Standard methods for the examination of dairy products**. 17^a ed. Washington, 2004.

ANTUNES, A.E.C.; ALVES, A.T.S.; GALLINA, D.A.; TRENTO, F.K.H.S.; ZACARCHENCO, P.B.; VAN DENDER, A.G.F.; MORENO, I.; ORMENESE, R.C.S.C.; SPADOTI, L.M. Development and shelf-life determination of pasteurized, microfiltered, lactose hydrolyzed skim milk. **Journal Dairy Science**, v. 97, p.5337–5344, 2014.

Association of Official Analytical Chemists (AOAC). **Official Methods of Analysis of the Association Analytical Chemists**, 14th ed. Washington, DC: AOAC. 1998.

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

BARROS, C.M.V.; RIBEIRO, A.O.C.; VIOTTO, W.H. Influência do uso de retentados de baixo fator de concentração no rendimento do queijo prato com reduzido teor de gordura. 243 fls. Tese apresentada à Faculdade de Engenharia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos para a obtenção do título de Doutor em Tecnologia de Alimentos. Campinas – SP.

BOLAÑOS, C.A.; PANTOJA, J.C.F.; ALVES, A.C.; RISETTI, R.M.; LISTONI, F.J.P.; RIBEIRO, M.G. Cows milk quality created in forestry pastoral system in Valle del Cauca, Colombia. **Pesquisa Veterinária Brasileira**, v.34, n.2, p.134-140, 2014.

BOSI, M.G.; BERNABÉ, B.M.; LUCIA, S.M.D.; ROBERTO, C.D. Bebida com adição de soro de leite e fibra alimentar prebiótica. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v.48, n.3, p.339-341, mar. 2013.

BOTTINO, A.; CAPANNELLI, G.; TURCHINI, A.; VALLE, P. D.; TREVISAN, M. Integrated membrane processes for the concentration of tomato juice. **Desalination**, v.148, p. 73-77, 2002.

BRANS, G.; SCHOREN, C.G.P.H.; VAN DER SMAN, R.G.M.; BOOM, R.M. Membrane fractionation of milk: state of the art and challenges. **Journal of Membrane Science**, v. 243, n. 2, p. 263-272, 2004.

BRASIL. ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 12, de 02 de janeiro de 2001. Aprova o Regulamento Técnico sobre padrões microbiológicos para alimentos. ANVISA. Publicações eletrônicas. 2001.

BRASIL. **Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº68, de 12 de Dezembro de 2006**. Oficializa os Métodos Analíticos Oficiais Físicoquímicos, para controle de leite e Produtos Lácteos.

Diário Oficial da União da República Federativa do Brasil, Brasília-DF, 12 de Dezembro de 2006. Seção 1.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Embrapa Gado de Leite. **Produção Mundial de Queijos 2000/2006***. Tabela 04.23. Disponível em:

<http://www.cnpqgl.embrapa.br/estatisticasdoleite/leiteemnumeros/industria/tabela04.3.php>. Acesso em: 18 dezembro de 2014.

CAPLAN, Z.; BARBANO, D.M. Shelf life of pasteurized microfiltered milk containing 2% fat. **Journal Dairy Science**, v.96, p. 8035–8046. 2013.

CISSE, M.; VAILLANT, F.; PEREZ, A.; DORNIER, M.; REYNES, M. The quality of orange juice processed by coupling crossflow microfiltration and osmotic evaporation. **International Journal of Food Science and Technology**, v.40, p. 105–116, 2005.

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. **Food Science and Technology**, Campinas, v.25, n.3, p.579-583, jul.-set. 2005.

COIMBRA, J. S. DOS R.; TEIXEIRA, J. A. **Engineering aspects of milk and dairy products**. New York: Taylor and Francis Group, 2010. 673p.

CORTEZ, M.A.S.; CORTEZ, M.N.S. **Qualidade do leite: boas práticas agropecuárias e ordenha higiênica**. Niterói: EDUFF. 2008, 79p.

DEBON, J. **Emprego da Microfiltração tangencial na obtenção de leite fermentado probiótico**. 2009. 122f. Dissertação apresentada ao curso de pós graduação em engenharia de alimentos do centro tecnológico da universidade federal á obtenção do título de mestre em engenharia de alimentos. Florianópolis. 2009.

DONG, J.Y.; CHEN, L.J.; MAUBOIS, J.L.; MA, Y. Influence of medium-concentration factor microfiltration treatment on the characteristics of low-moisture Mozzarella cheese. **Dairy Science & Technology**, v.89, p.139–154, 2009.

FERREIRA, V.L.P. Análise sensorial: testes discriminativos e afetivos. **Sociedade brasileira de ciência e tecnologia de alimentos**, Campinas-SP, 2000. 127p.

FOX, P. F. **Cheese: chemistry, physics and microbiology**. London, Chapman London, Chapman Hall, 463 p., 1993. Hall, 463 p., 1993.

FRANCO, B.D.G.M.; LANDGRAF, M.; DESTRO, M.T. **Microbiologia dos Alimentos**. São Paulo: Atheneu, 1996. p.183.

FRITSCH, J.A.; BELICIU, C.; MORARU, C.I. Microbial retention and membrane fouling during low temperature microfiltration of skim milk using ceramic

membranes. **Journal of Food Engineer**, 2005.

GASHI, P.S.; GASHI, P.S.; DAVANTEL, S.T.B.; PEREIRA, N.C. Pretreatment with ceramic membrane microfiltration in the clarification process of sugarcane juice by ultrafiltration. **Acta Scientiarum Technology**, Maringá, v. 36, n. 2, p. 303-306, Apr.-June, 2014.

GUEDES, D.P.; GUEDES, J.E.P.G.; BARBOSA, D.S.; OLIVEIRA, J.O. Níveis de prática de atividade física habitual em adolescentes. **Revista Brasileira de Medicina do Esporte**, v. 7, n. 6, Nov/Dez, 2001.

GUELL, C.; DAVIS, R.H. Membrane fouling during microfiltration of protein mixtures. **Journal of Membrane Science**, v.119, p.269-284, 1996.

GUERRA, E.; JONSSON, G.; RASMUSSEN, A.; NIELSEN, E.W.; EDELSTEN, D. Low cross-flow velocity microfiltration of skim milk for removal of bacterial spores. **International Dairy Science**, v.7, p.879-861, 1997.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. IAL. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. São Paulo: Instituto Adolto Lutz, 2008. 1002p. Disponível em: http://www.ial.sp.gov.br/index.php?option=com_remository&Itemid=20 Acesso em: 03 de fevereiro de 2015.

JOHNSON, J.R.; BRADDOCK, R.J.; CHEN, C.S. Flavor losses in orange juice during ultrafiltration and subsequent evaporation. **Journal of Food Science**, v.61, p.540–543, 2006.

LAWLESS, H. T.; HEYMANN, H. Sensory Evaluation of Food – Principles and Practices. **Second Edition**, Springer New York Dordrecht Heidelberg, London, 2010.

LI, B.; HUANG, M.; FU, T.; PAN, L.; YAO, W.; GUO, L. Microfiltration process by inorganic membranes for clarification of tongbi liquor. **Molecules**, v.17, p.1319-1334, 2012.

LONDOÑO, M.; SEPÚLVEDA, J.; HERNÁNDEZ, A.; PARRA, J.Y. Bebida fermentada de suero de queso fresco inoculada con *Lactobacillus casei*. **Revista Facultad Nacional Agronomía Medellín**, v.61, n.1, p. 4409-4421, 2008.

LOPEZ, F.; PESCADOR, P.; GUELL, C.; MORALES, M.L.; GARCIA-PARRILA, M.C.; TRONCOSO, A.M. Industrial vinegar clarification by cross-flow microfiltration: effect on colour and polyphenol content. **Journal of Food Engineering**, v.68, p.133 136, 2005.

MADAENI, S.S.; YASEMI, M.; DELPISHEH, A. Milk sterilization using membranes. **Journal of Food Engineering**, v.34, p.1071-1085, 2011.

MAGALHÃES, K. T.; DRAGONE, G.; PEREIRA, G. V. M.; OLIVEIRA, J. M.; DOMINGUES, L.; TEIXEIRA, J. A.; SILVA, J. B. A.; SCHWAN, R. F.

Comparative study of the biochemical changes and volatile compound formations during the production of novel whey-based kefir beverages and traditional milk kefir. **Food Chemistry**, v.126, p.249-253, 2011.

MATA, V.M. da; CABRAL, L.M.C.; SILVA, L.F.M. Suco de acerola microfiltrado: avaliação da vida de prateleira. **Ciência e Tecnologia Alimentar**. Campinas, v.24, n.2, p. 293-297, Abril-jun, 2004.

MIRSAEEDGHAZI, H.; EMAM-DJOMEH, Z.; MOUSAVI, S.M.A. Concentration of pomegranate juice by membrane processing: membrane fouling and changes in juice properties. **Journal Food Science Technology**, v.46, n.6, p.538–542, 2009.

MOHAMMADI, T.; KAZEMIMOGHADAM, M.; SAADABADI, M. Modeling of membrane fouling and flux decline in reverse osmosis during separation of oil in water emulsions. **Desalination**, v. 157, p.369-375, 2003.

MONTEIRO, C.L.B. **Técnicas de avaliação sensorial**. 2.ed. Curitiba: CEPPA-UFPR, 1984. 101p.

MOUROUZIDIS-MOUROUZIS, S. A.; KARABELAS, A. J. Whey protein fouling of microfiltration ceramic membranes—Pressure effects. **Journal Membrane Science**, v. 282, p. 124–132, 2008.

NÓBREGA, R.; BORGES, C.P.; HABERT, A.C. **Processos de separação por membranas**. In: JUNIOR, A.P., KILIKIAN, B.V. Purificação de produtos biotecnológicos. São Paulo: Editora Manole Ltda, 2005. p.37-88.

PAFYLIAS, I.; CHERYAN, M.; MEHAIA, M. A.; SAGLAM, N. Microfiltration of Milk with ceramic membranes. **Food Research International**, v.29, n.2, p.141-146, 1996.

PANESAR, P. S.; KENNEDY, J. F.; GANDHI, D. N.; BUNKO, K. Bioutilization of whey for lactic acid production. **Food Chemistry**, v. 105, p. 1-14, 2007.

PARANÁ (Estado). Secretaria da Agricultura e do Abastecimento. Análise da Conjuntura Agropecuária da Safra 2010/2011. Curitiba, 2010. 9 p. Disponível em: <<http://www.seab.pr.gov.br>>. Acesso em: 10 abril 2015.

PAREEK, N.; GUPTA, A.; SENGAR, R. Preparation of healthy fruit based carbonated whey beverages using whey and orange juice. **Asian Journal of Dairy and Food Research**, v.33, n.1, p. 5 - 8, 2014.

PAULA, B. de; MORAES I.V. ; GOMES, F.S. SILVA, L.F.M.; MATTA, V.M.; CABRAL, L.M.C. Microfiltração de suco de maracujá. **XVIII congresso brasileiro de ciência e tecnologia de alimentos**, 2010.

POORNIAMMAL, R.; SARATHAMBAL, SAKTHI, A.R.; ARUN, S. Yeast carotenoids importance in food and feed industries and its health benefits- a review. **Agricultural Reviews**, v.34, n.4, p. 307-312, 2013.

RAZI, B.R.; AROUJALIAN, A.; MAHDI, F. Modeling of fouling layer deposition in cross-flow microfiltration during tomato juice clarification. **Food and Bioproducts processing**, n.90, p.841-848, 2012.

REKTOR, A.; VATAI, G. Membrane filtration of mozzarella whey. **Desalination**, v.162, p.279-286, 2004.

REZZADORI, K.; SERPA, L.; PENHA, F.M.; PETRUS, R.R.; PETRUS, J.C.C. Crossflow microfiltration of sugarcane juice – effects of processing conditions and juice quality. **Food Science Technology**, Campinas, v.34, n.1, p. 210-217, Jan.-Mar, 2014.

RICE, G., A.; BARBER, A.; O'CONNOR, G.; STEVENS, S.; KENTISH. Fouling of NF membranes by dairy ultrafiltration permeates. **Journal Membrane Science**, v.330, p. 117–126. 2009.

RICHARDS, N.S.P.S. Soro lácteo: perspectivas industriais e proteção ao meio ambiente. **Food Ingredientes**, n.17, 2002.

SABOYA, L.V.; MAOUBOIS, J-L. Current developments of microfiltration technology in the dairy industry. **Lait**, p. 541-553. REVIEW. 2000.

SAHA, N. K.; BALAKRISHNAN, M.; ULBRICHT, M. Polymeric membrane fouling in sugarcane juice ultrafiltration: role of juice polysaccharides. **Desalination**, v. 189, n. 1-3, p. 59-70, 2006.

SERPA, L.; PRIAMO, W. L.; REGINATTO, V. Destino ambientalmente correto a rejeitos de queijaria e análise de viabilidade econômica. **2º International Workshop Advances in Cleaner Production**. São Paulo, Brasil. Maio de 2009.

SHIBI, V.K.; RADHAKRISHNA, K.; BAWA, A.S. Development of whey-fruit-based energy drink mixes using D-optimal mixture design. **International Journal of Food Science and Technology**, v.48, p.742–748, 2013.

SILVA, N.D.; JUNQUEIRA, V.C.A; SILVEIRA, N.F.A. **Manual de métodos de análise microbiológica de alimentos**. 3 Ed. São Paulo: Varela, 2010.107p.

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**, Brasília, v.40, n.4, p.419-422, abr. 2005. A

SILVA, P.T.; FIALHO, E.; LOPES, M.L.M.; VALENTE-MESQUITA, V.L. sucos de laranja industrializados e preparados sólidos para refrescos: estabilidade química e físico-química. **Ciência e Tecnologia Alimentar**, Campinas, v.25, n.3, p. 597-602, jul.-set, 2005. B

SOLAK, B.B.; AKIN, N. Functionality of whey protein. **International Journal of Health & Nutrition**, v.3, n.1, p.1-7, 2012.

STATSOFT, Inc. STATISTICA 8.0 for Windows [Data analysis software system]. Tulsa: Statsoft, 2008.

TAN, T.J.; WANG, D., MORARU, C.I. A physicochemical investigation of membrane fouling in cold microfiltration of skim milk. **Journal Dairy Science**, v. 97, p. 4759-4771, 2014.

TEIXEIRA, M.M.C.G.R. **Ultrafiltração no tratamento de água para consumo humano**. 2001. Dissertação de mestrado – Departamento de Ciências e Engenharia do Ambiente, Universidade Nova Lisboa, Lisboa, POR. 2001.

TRACEY, E.M.; DAVIS, R.H. Protein fouling of track-etched polycarbonate micro filtration membranes. **Journal of Colloid and Interface Science**, v.167, p.104-116, 1994.

TROUVE, E.; MAUBOIS, J.L.; PIOF, M.M.N; FAUQUANT, J.; ROUAULT, A.; TABARD, J.; BRINKMAN, G. Retention de diferentes espèces microbiennes lors de l'épuration du lait par microfiltration en flux tangentiel. **Lait**, v.71, p.l-13, 1991.

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

VERRUMA, M.R.; SALGADO, J.M. Análise química do leite de búfala em comparação ao leite de vaca. **Scientia Agricola**, v.51, n.1, p.131-137, 1993.

WALSTRA, P. et al. **Dairy Technology**. New York: Basel, 1999. p.169-202.
.WALSTRA, P.; WOUTERS, J. T. M.; GEURTS, T. **Journal Dairy science and technology**. 2nd ed. Boca Raton: CRC, 2006. 60p.

WANG, K.; ZHOU, C.; HONG, Y.; ZHANG, X. A review of protein adsorption on bioceramics. **Interface Focus**, v. 2, p. 259–277, 2012.

WATSON, P.; LOVE, T.D.; MAYGHAN, J.; SHIRREFFS, S.M. A comparison of the effects of milk and a carbohydrate-electrolyte drink on the restoration of fluid balance and exercise capacity in a hot, humid environment . **European Journal of Applied Physiology**, p.104:633–642, 2008.

WERNIMONT, S.; NORTHINGTON, R.; KULLEN, M.J.; MANJIANG, Y. M.D.; BETTLER, M.A. Effect of an α -Lactalbumin-Enriched Infant Formula Supplemented With Oligofructose on Fecal Microbiota, Stool Characteristics, and Hydration Status: A Randomized, Double-Blind, Controlled Trial. **Clinical Pediatrics**, v.54, n.4, p.359-370, 2015.

5. CONCLUSÕES GERAIS

Conclui-se, portanto que a bebida microfiltrada elaborada possui uma qualidade nutricional e microbiológica, além de ter sido aceita pelos provadores. No entanto, sabe-se que o *fouling* prejudica o andamento e a eficiência do processo. Então, faz-se necessário a pesquisa e o uso de técnicas que evitem esse problema, pois a bebida produzida possui um grande potencial, pelo fato de ser um produto de baixo custo, possuir um sabor de ampla aceitabilidade pela população brasileira, ser fonte de nutrientes e devido a sua tecnologia ser de baixo custo e fácil processamento. Além disso, durante a realização dos testes de análise sensorial os participantes mostraram-se muito receptivos ao produto, pelo fato de ser inovador e rico em nutrientes.

ANEXOS

ANEXO A – RÓTULO SORO EM PÓ



Soro de Leite em Pó 25 kg

+	Informação Nutricional	% V.D. (*)
	Lactose	72%
	Proteínas	12%
	Sais Minerais	10%
	Gordura	1,5%

CÓDIGO DE BARRAS EAN 789.60916.1139-2

CÓDIGO NCM 0404.10.00

Citropoli do Brasil Ind. e Comércio Ltda.

Especificações Técnicas: Preparado líquido para refresco de frutas adoçado

Sabor	Laranja	Limão	Tangerina	Abacaxi	Goiaba	Caju	Manga	Maracujá
Código Produto	2001-1	215	208	217-2	212	211-1	214	203
Bolsa	65,0	65,0	65,0	65,0	57 - 60	60 a 60	65,0	65,0
% Açúcar (w/v)	2,4 a 2,8	2,0 a 2,4	2,4 a 2,8	2,2 a 3,0	2,0 a 2,5	2,4 a 2,8	2,0 a 2,8	2,4 a 3,0
Vitamina C (mg/200mg)	8	9	14	15	18	14	6	7
Reg M Anuclama	08141 00026-8	08141 00029-1	08141 00023-4	08141 00027-4	08141 00035-5	08141 00032-4	08141 00034-7	08141 00026-8
Cor	Característico	Característico	Característico	Característico	Característico	Característico	Característico	Característico
Sabor	Característico	Característico	Característico	Característico	Característico	Característico	Característico	Característico
% Polpa (1,5° Brix)	6 a 8	4 a 6	3	6	18	16	14	8
Leitantes de Sólido (ppm (ppm 211))	800	100	800	800	300	800	800	800
Densidade	1,33	1,30	1,30	1,30	1,28	1,30	1,335	1,29
Suspensão de Diluição	1+6 a 8	1+5 a 8	1+6 a 8	1+6 a 8	1+5	1+6 a 8	1+6 a 8	1+6 a 8
Validade	12 meses armaz. A -15°C	12 meses armaz. A -15°C	12 meses armaz. A -15°C	12 meses armaz. A -15°C	12 meses armaz. A -15°C	12 meses armaz. A -15°C	12 meses armaz. A -15°C	12 meses armaz. A -15°C
Validade	02 meses armaz. a temp. ambiente	02 meses armaz. a temp. ambiente	02 meses armaz. a temp. ambiente	02 meses armaz. a temp. ambiente	02 meses armaz. a temp. ambiente	02 meses armaz. a temp. ambiente	02 meses armaz. a temp. ambiente	02 meses armaz. a temp. ambiente
Condição de Uso (litros/l)	100 (máx)	100 (máx)	100 (máx)	100 (máx)	100 (máx)	100 (máx)	100 (máx)	100 (máx)
Bolsas e Leved (HE/L)	40 (máx)	40 (máx)	40 (máx)	40 (máx)	40 (máx)	40 (máx)	40 (máx)	40 (máx)
Embalagem (HDPE)	Balão (20 L) Bomba (50 L) Frasco (1000ml)	Balão (20 L) Bomba (50 L) Frasco (1000ml)	Balão (20 L) Bomba (50 L) Frasco (1000ml)	Balão (20 L) Bomba (50 L) Frasco (1000ml)	Balão (20 L) Bomba (50 L) Frasco (1000ml)	Balão (20 L) Bomba (50 L) Frasco (1000ml)	Balão (20 L) Bomba (50 L) Frasco (1000ml)	Balão (20 L) Bomba (50 L) Frasco (1000ml)

CITROPOLI DO BRASIL INDÚSTRIA E COMÉRCIO LTDA

Rua 03, s/nº - Nº 1044 - Rio Claro SP - CEP: 13502-210

Reg. Estabelecimento W.A. SP Nº 06141 - CNPJ 02908875/000148

IE 587.200.530-117 - Contax: 55 (19) 2112-4800

Email: laco.atc@citropoli.com.br - Site: www.citropoli.com.br

Responsável Técnico

Odair José Ivo

CPF: 91467242

ANEXO C – PARECER COMITÊ ÉTICA



UNIVERSIDADE NORTE DO
PARANÁ - UNOPAR



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: BEBIDA MICROFILTRADA DE SORO DE LEITE COM SUCO DE LARANJA: TECNOLOGIA DE FABRICAÇÃO

Pesquisador: Ana Amélia Nunes Puppio

Área Temática:

Versão: 2

CAAE: 44891315.6.0000.0108

Instituição Proponente: Universidade Norte do Paraná - UNOPAR

Patrocinador Principal: EDITORA E DISTRIBUIDORA EDUCACIONAL S/A

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 1.148.288

Data da Relatoria: 02/07/2015

Apresentação do Projeto:

O soro de queijo é um subproduto da indústria de queijos, que tem baixo custo e é produzido em grande quantidade. Esse soro pode ser reaproveitado para produção de diversos produtos, como as bebidas a base de frutas. Para tratamento dessas bebidas pode ser utilizada a microfiltração que é um processo de separação por membranas que permite reduzir a carga microbiana do soro em temperaturas amenas não prejudicando as características sensoriais, funcionais e nutricionais da bebida. O objetivo desse trabalho será elaborar uma bebida microfiltrada a base de soro de queijo e suco de laranja, a fim de criar um produto que não necessite de tratamento térmico, esteja isento de micro-organismos, tenha um sabor diferenciado e seja rico em vitaminas. As matérias-primas serão: suco concentrado de laranja, soro de queijo em pó integral reidratado na concentração original e açúcar refinado. A mistura será microfiltrada e serão feitas análises físico-químicas e microbiológicas antes e depois da microfiltração para verificar as possíveis alterações. As análises físicoquímicas serão acidez, ph, cinzas, umidade, gordura e frações protéicas; e as análises microbiológicas serão de coliformes a 35 e 45c, bolores e leveduras. Uma segunda etapa prevê a análise sensorial do produto e a intenção de compra.

Objetivo da Pesquisa:

Objetivo principal: Avaliar a viabilidade tecnológica de produzir uma bebida mista de soro de

Endereço: Rua Marselha, 591

Bairro: Jardim Piza

UF: PR

Telefone: (43)3371-9849

Município: LONDRINA

CEP: 86.041-140

E-mail: cep@unopar.br

APÊNDICES

APÊNDICE A – FICHAS SENSORIAL

FICHA DE ANÁLISE SENSORIAL

NOME: _____

SEXO: () feminino () masculino IDADE: _____ anos

PRÁTICA ALGUM TIPO ATIVIDADE FÍSICA? () SIM () NÃO. SE SIM, QUAL TIPO? _____

FREQÜÊNCIA DA ATIVIDADE FÍSICA: () 1x semana () 2x semana () 3x semana () 4x semana () 5x semana
() diariamente.

Avalie a amostra da BEBIDA e use a escala abaixo para indicar o quanto você gostou ou desgostou em relação a impressão global, aroma e sabor do produto:

- 9 - gostei muitíssimo
- 8 - gostei muito
- 7 - gostei moderadamente
- 6 - gostei ligeiramente
- 5 - nem gostei/nem desgostei
- 4 - desgostei ligeiramente
- 3 - desgostei moderadamente
- 2 - desgostei muito
- 1 - desgostei muitíssimo

IMPRESSÃO GLOBAL _____
AROMA _____
SABOR _____

Avalie a amostra da BEBIDA e assinale a escala abaixo para indicar o quanto você gostou ou desgostou em relação à COR do produto:

- 9 – Extremamente mais forte que a cor ideal
- 8 – Muito mais forte que a cor ideal
- 7 – Moderadamente forte em relação à cor ideal
- 6 – Pouquíssimo forte em relação à cor ideal
- 5 - Na medida certa da cor
- 4 - Pouquíssimo fraco em relação a cor ideal
- 3 – Moderadamente fraca que a cor ideal
- 2 – Muito mais fraca que a cor ideal
- 1 – Extremamente mais fraca que a cor ideal

Avalie a amostra da BEBIDA e assinale a escala abaixo para indicar o quanto você gostou ou desgostou em relação à DOÇURA do produto:

- 9 – Extremamente mais forte que a doçura ideal
- 8 – Muito mais forte que a doçura ideal
- 7 – Moderadamente forte em relação a doçura ideal
- 6 – Pouquíssimo forte em relação a doçura ideal
- 5 - Na medida certa da doçura
- 4 - Pouquíssimo fraco em relação a doçura ideal
- 3 – Moderadamente fraca que a doçura ideal
- 2 – Muito mais fraca que a doçura ideal
- 1 – Extremamente mais fraca que a doçura ideal

Avalie a amostra da BEBIDA e assinale a escala abaixo para indicar o quanto você gostou ou desgostou em relação a ACIDEZ do produto:

- 9 – Extremamente mais forte que a acidez ideal
- 8 – Muito mais forte que a acidez ideal
- 7 – Moderadamente forte em relação a acidez ideal
- 6 – Pouquíssimo forte em relação a acidez ideal
- 5 - Na medida certa da acidez
- 4 - Pouquíssimo fraco em relação a acidez ideal
- 3 – Moderadamente fraca que a acidez ideal
- 2 – Muito mais fraca que a acidez ideal
- 1 – Extremamente mais fraca que a acidez ideal

INTENÇÃO DE COMPRA

Se você encontrasse essa BEBIDA (produto) a venda, qual seria a sua atitude?

- 1- Decididamente eu compraria
- 2- Provavelmente eu compraria
- 3- Talvez sim / Talvez não
- 4- Provavelmente eu não compraria
- 5- Decididamente eu não compraria

Comentários:

APÊNDICE B – TERMO CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

I. DADOS SOBRE A PESQUISA

Título da pesquisa: **Bebida microfiltrada de soro de leite com suco de laranja: tecnologia de fabricação**

Você está sendo convidado (a) a participar desta pesquisa que tem a finalidade de avaliar as características sensoriais de uma bebida microfiltrada composta de soro de leite e suco de laranja produzida no Laboratório do Mestrado de Ciência e Tecnologia dos Leites e Derivados.

Essa pesquisa está sendo realizada pelas alunas do mestrado Ana Amélia Nunes Puppio (Nutricionista), Emely Zanon (estudante de química), sob orientação do Prof. Dr. Rafael Fagnani (Médico Veterinário), do Programa de Mestrado em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados da Universidade Norte do Paraná, UNOPAR, unidade Piza.

II. EXPLICAÇÕES DOS PESQUISADORES

Para participar desta análise, você deve ter entre 18 e 60 anos, ser consumidor de leite, sem nenhum tipo de manifestação de alergia ou intolerância, e você não pode estar gripado, resfriado ou indisposto. Atendendo à esses requisitos, você terá a oportunidade de participar da análises sensorial, provando a bebida microfiltrada de soro de leite e suco de laranja.

Essa pesquisa contará com a participação de 100 provadores e oferece um risco mínimo de probabilidade de que o indivíduo sofra algum dano como consequência imediata ou tardia do estudo.

A análise consiste em 1 etapa onde você irá provar uma bebida, e após provar irá responder a questões referentes a características gerais do produto, o sabor, aroma, cor, doçura e acidez. Você poderá expor as impressões obtidas nessa pesquisa em formulários próprios, no laboratório de análise sensorial da UNOPAR.

III. ESCLARECIMENTOS

Informamos que é de livre escolha a participação nesse estudo, não havendo remuneração financeira para os participantes da análise. O senhor(a) não terá nenhum tipo de despesa por participar da pesquisa. Ao participar desta pesquisa o senhor(a) não terá benefício direto, mas esperamos que este estudo traga informações importantes sobre os leites com baixa lactose comerciais. O senhor(a) tem a liberdade de desistir de participar da análise a qualquer momento, sem nenhum ônus. Todas as informações coletadas nesse estudo são confidenciais e somente os pesquisadores terão acesso aos dados individualmente e os mesmos serão divulgados de forma conjunta, sem citar nomes de participante, garantindo a privacidade dos provadores. As informações serão apresentadas no trabalho sem que haja a possibilidade de você ser identificado. Caso o provador queira saber mais informações sobre a pesquisa, nosso grupo de pesquisa estará à disposição para dar explicações à respeito ou fornecer literatura científica apropriada sobre o assunto.

IV. CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

“Após a leitura do documento e de ter tido a oportunidade de conversar com as pesquisadoras responsáveis para esclarecer todas as minhas dúvidas, declaro estar ciente do objetivo da análise, não apresento reação alérgica ou intolerância ao produto

analisado, tenho entre 18 e 60 anos, costume ingerir leite, não tenho nenhuma doença crônica, não estou fazendo tratamento médico e aceito participar dessa análise. Confiro que recebi cópia deste termo de consentimento, e autorizo a execução do trabalho de pesquisa e a divulgação dos dados obtidos neste estudo”.

Tendo em vista os itens acima apresentados, eu, de forma livre, esclarecida e espontânea, manifesto meu consentimento em participar da pesquisa.

Obs: Não assine esse termo se ainda tiver dúvida a respeito.

Nome _____ do
participante: _____

Idade: _____ anos Documento de Identidade nº: _____ Sexo: ()M ()F

Telefone: () _____ - _____

Assinatura do participante ou responsável legal

Assinatura do pesquisador 1

Assinatura do pesquisador 2

Assinatura do orientador da pesquisa

1- Ana Amélia Nunes Puppio- Mestrado em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados.

Telefone: (43) 8811-9822 e-mail: anaampuppio@hotmail.com

2- Emely Zanon - Estudante do curso de Química da Unopar.

Telefone: (43)9984-1628 e-mail: emely_zanon@hotmail.com

Orientador da pesquisa – Rafael Fagnani – Prof. Dr. Mestrado em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados.

e-mail: rafaelfagnani@hotmail.com

Av. Paris, 675, Jardim Piz, Londrina – PR. CEP: 86041-120.