

Área: Engenharia de Alimentos

ULTRAFILTRAÇÃO DO SORO DE LEITE À TEMPERATURAS DE REFRIGERAÇÃO

Sidiane Iltchenco^{1*}, Juliana Steffens¹, Eunice Valduga¹, Alana M. De Cezaro¹.

¹ Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, Departamento Engenharia de Alimentos.

*E-mail: sidiane.i@hotmail.com

RESUMO – O soro de leite é um subproduto produzido pela indústria de laticínios durante a fabricação de queijos e caseína. Apresenta relevante importância, devido não somente ao grande volume de produção, mas também devido à riqueza dos seus constituintes. A ultrafiltração vem sendo empregada pelas indústrias de laticínios, pois permite concentrar, purificar e fracionar os constituintes do soro. O objetivo do estudo foi avaliar os efeitos das variáveis temperatura (°C) e pressão (bar) sob os fluxos de permeado de água e de soro de leite empregando metodologia de planejamento de experimentos. Foi utilizada membrana plana de ultrafiltração de polisulfona amida com massa molar de corte de 100 KDa com área de 0,001134 m², com volume de operação de 200 ml e um planejamento fatorial 2², com temperaturas e pressões variando na faixa de 5 a 15°C e 1 a 3 bar respectivamente. Verificou-se que os fluxos de permeado de soro apresentaram-se inferiores aos obtidos para água em todos os ensaios devido à presença de sólidos na corrente de alimentação. O ensaio operado as 15°C e 3 bar apresentou maiores fluxos tanto para o soro como para água. Através da superfície de resposta foi verificado em maiores pressões e temperatura obteve-se maiores fluxos médios de soro. No entanto o aumento da temperatura deve ser analisado com cautela.

Palavras-chave: Ultrafiltração, Soro de leite, Temperatura, Fluxo permeado.

1 INTRODUÇÃO

O soro de leite corresponde à fração líquida remanescente obtida após a coagulação do leite e remoção de caseína durante a fabricação de queijo, sendo resultante do fabrico de qualquer tipo de queijo. É um subproduto de relevante importância visto que representa cerca de 85 a 90% do volume total do leite utilizado durante a produção de queijos e contém, aproximadamente, 55% dos nutrientes do leite (BRANDELLI, et al., 2015, PALATNIK et al., 2015). De acordo Barukčić et al., (2014) a produção de soro de leite no mundo gira em torno de 160 milhões de toneladas por ano, com uma taxa de crescimento anual de 1-2%. Cerca de 70% desse soro de leite é processado em diferentes produtos, no entanto aproximadamente 30% é destinado para a alimentação de suínos ou outros usos semelhantes.

Para aumentar a utilização de soro de leite para a nutrição humana, são necessárias técnicas de processamento alternativas, tais como processos de separação por membrana (PSM). Dentre os PSM, a

ultrafiltração (UF) tem sido utilizada na indústria de laticínios para a recuperação e o fracionamento dos componentes do leite. A UF é um procedimento de separação mediante membranas microporosas, que permite uma variação na relação de concentração entre os vários componentes do soro, devido a retenção seletiva de proteína e outros materiais coloidais, retenção de compostos nitrogenados mais simples e da permeação da lactose, sais minerais e outros compostos com menor massa molar (BARUKČIĆ et al., 2014; BAGUENA et al., 2015).

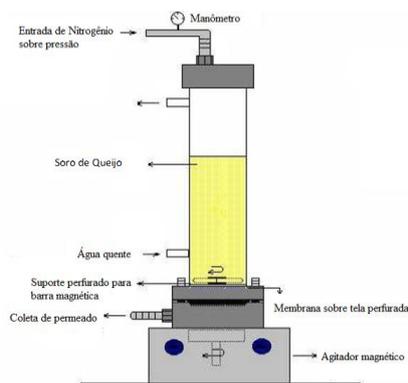
De acordo com Liu et al., (2014) e Crowley et al., (2015), temperaturas baixas de filtração podem apresentar benefícios adicionais reduzindo a desnaturação de proteínas do soro, a incrustação na membrana causada por fosfatos de cálcio, além de reduzir o crescimento de bactérias termófilas. No entanto, as temperaturas mais baixas reduzem difusividade, e, portanto o coeficiente de transferência de massa, resultando em velocidades de fluxo inferiores a UF realizada a temperaturas mais elevadas, independentemente do tamanho dos poros da membrana. Neste sentido, o objetivo deste trabalho foi avaliar o fluxo de permeado de água e soro e de soro leite empregando temperaturas de refrigeração mediante metodologia de planejamento de experimentos.

2 MATERIAL E MÉTODOS

O soro de leite utilizado neste estudo foi fornecido pela Indústria Relat Laticínios Renner de Estação – RS. A matéria-prima foi transportada em recipientes de plásticos de 1 L, resfriado a temperatura de 4 °C, para posteriormente ser utilizado para o processo de UF.

Os experimentos foram realizados na Usina Piloto de leite e derivados, localizada na URI-Erechim. A unidade de UF era composta por um banho ultratermostato (Servilab, SE- 100AG) utilizado para manter a temperatura constante do sistema, por meio do encamisamento do módulo da membrana, nas temperaturas definidas experimentalmente. A unidade também era constituída de um cilindro de nitrogênio (N₂ analítico 5.0- White Martins) de 25 Kg com a função de pressurizar o sistema, um agitador magnético (ARE Heating Magnetic Stirrer- Velp científica) e um módulo de separação com membrana (sistema em batelada com volume de 200 mL, de aço, dividido em 3 peças: parte inferior, central e parte superior). Um esquema do módulo é mostrado na Figura 1.

Figura 1: Esquema do módulo com membrana da escala de laboratório.



Utilizou-se membrana polimérica de polisulfona amida (Ultrafilic) de 100^oKDa. As mesmas foram cortadas em discos planos com área de permeação de 0,001134 m² de forma que coubessem exatamente no sistema. Antes de iniciar os testes, as membranas foram, e condicionadas por imersão em etanol (Vetec 99,8 %) por 12 h e posteriormente por 2 h em água mili-Q.

O estudo do efeito da temperatura e pressão de alimentação sob o fluxo de permeado de água e soro de leite foi realizado de acordo um planejamento fatorial 2², com temperaturas e pressões variando na faixa de 5 a 15°C e 1 a 3 bar respectivamente de acordo com a Tabela 1. Os níveis de temperatura foram baseados em uma indústria processadora de soro de leite por processos de membranas enquanto que a faixa de pressão de pressão foi determinada em função das limitações do equipamento.

Tabela 1: Variáveis independentes e níveis utilizados no planejamento fatorial 2²

Variáveis		Níveis		
Independentes*	Códigos	-1	0	+1
Temperatura (°C)	X ₁	5	10	15
Pressão (bar)	X ₂	1,0	2,0	3,0

*Variáveis independentes fixas: volume de alimentação (200 mL).

Inicialmente, os ensaios de UF foram realizados com água destilada para verificar o fluxo de permeado e o comportamento das membranas e posteriormente com o soro de leite de acordo com matriz do planejamento fatorial 2². Após a montagem e ajuste do sistema de UF o mesmo era alimentado com o volume inicial de 200 mL de amostra e a partir do momento que começava a permear, marcava-se um tempo de residência de 10 min, para estabilizar o sistema. Para água realizaram-se medidas de permeado a cada minuto durante 10 min. Para os ensaios utilizando soro seguiu-se os mesmos procedimentos realizados com água, no entanto, mediu-se o volume de permeado a cada 10 min, durante 90 min. A cada ensaio empregava-se uma nova membrana.

O fluxo volumétrico de permeado foi calculado segundo a Equação 2.1

$$J_p = \frac{V}{A \cdot t} \quad \text{Equação 2.1}$$

Onde J_p é o fluxo do permeado em (L.m⁻² h⁻¹); A é a área permeável da membrana (m²); V é o volume de permeado coletado (L) em função do tempo (t) para permeação (h). Os resultados obtidos foram tratados estatisticamente, com auxílio do software Statistica versão 8.0, com nível 95 % de confiança.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na indústria dos laticínios, o termo "frio", como aplicado a processos de separação de membrana, atualmente engloba uma gama de temperatura relativamente ampla e pode incluir quaisquer temperaturas do

processo de filtração <20 °C. Temperaturas baixas de filtração podem ter benefícios adicionais distintas na redução da desnaturação de proteínas do soro de leite (CROWLEY et al., 2015). A Tabela 2 apresenta a matriz do planejamento fatorial 2² (valores reais e codificados) e respostas do fluxo médio do permeado de água e de soro de leite obtidos do processo de UF.

Tabela 2: Matriz do planejamento fatorial 2² (valores reais e codificados) e resposta em termos de fluxo de permeado médio (L/m²h) para água pura e soro de leite

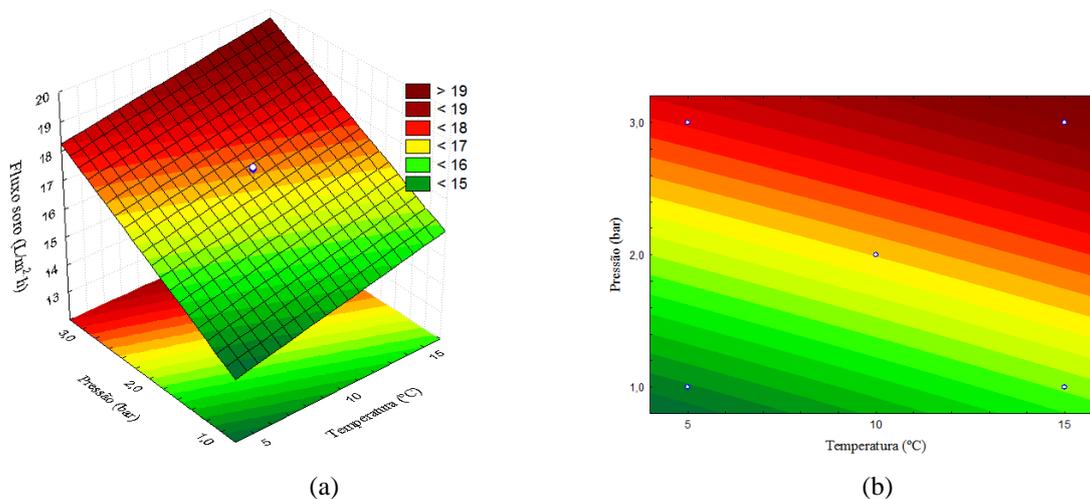
Ensaio	Variáveis independentes*		Fluxo de permeado (L/m ² h)	
	X ₁	X ₂	Água pura	Soro de leite
1	5 (-1)	1,0 (-1)	114,86	14,17
2	15 (1)	1,0 (-1)	170,97	15,53
3	5 (-1)	3,0 (1)	392,22	17,53
4	15 (1)	3,0 (1)	434,04	18,73
5	10 (0)	2,0 (0)	226,02	17,70
6	10 (0)	2,0 (0)	230,78	17,73
7	10 (0)	2,0 (0)	222,84	17,76

*X₁= Temperatura (°C); X₂= Pressão (bar). Variáveis independentes fixas: volume de alimentação (200 mL).

É possível observar através da Tabela 2 que os maiores fluxos tanto para a água (434,04 L/m²h), quanto para o soro (18,73 L/m²h) foram obtidos no Ensaio 4 operando a pressão e temperatura máximas do planejamento (15 °C e 3 bar). Enquanto que os menores fluxos para a água e soro de 114, 86 e 14,17 L/m²h respectivamente foram obtidos no Ensaio 1 o qual operou a menor pressão 1 bar e menor temperatura 5°C. Observa-se ainda que o fluxo para o soro de leite apresenta-se bem inferior aos obtidos para a água em todos os ensaios. O menor fluxo observado para o soro em relação à água justifica-se pela presença de sólidos na corrente de alimentação, criando uma camada polarizada na superfície da membrana e/ou bloqueando poros. Para Arguello et al., (2002) quando ha presença de solutos na alimentação é inevitável que ocorra a redução de fluxo de permeação, em função dos efeitos como polarização por concentração e incrustações. Além disso, o modo de escoamento utilizado nesse estudo (modo convencional) pode ter participado em grande parte para a redução do fluxo de permeado de soro uma vez que nesse tipo de escoamento tem se uma maior concentração de partículas na região próxima à membrana com o decorrer do tempo ocasionando uma queda maior do fluxo permeado em função do aumento da resistência à filtração.

Os resultados apresentados referentes ao fluxo médio de soro foram tratados estatisticamente. A Figura 2 apresenta a superfície de resposta e curva de contorno obtidos para o soro de leite.

Figura 2: Superfície de resposta (a); Curva de contorno (b) para o fluxo médio de soro de leite (L/m^2h) obtida do processo de UF



Pode se observar através da Figura 2 (a) e (b) que os maiores fluxos médios de permeado de soro foram obtidos sem pressões mais elevadas (acima de 2,5 bar) e temperaturas superiores a $10^{\circ}C$. Desta forma se os limites de pressão e temperatura forem aumentados provavelmente haverá um aumento do fluxo médio de permeado de soro de leite. Este efeito é esperado uma vez que a pressão é a força motriz do processo e o aumento da temperatura diminui a viscosidade da solução, facilitando a passagem desta pela membrana. Atra et al., (2005) investigando utilização da UF para a concentração de proteína do leite e de soro de leite verificou que em maiores pressões e temperaturas isoladamente tinha-se um aumento da taxa de fluxo de permeado. De acordo com esses autores o efeito da temperatura sobre o fluxo de permeado pode ser compreendido a partir do seu efeito sobre as propriedades da corrente de alimentação. O aumento da temperatura pode resultar numa diminuição na viscosidade do leite e soro de leite e um aumento a difusividade do soluto e da taxa de transporte de solutos a partir da superfície da membrana para o fluxo de massa.

Porém o aumento da pressão e temperatura devem ser avaliados com cautela na UF do soro de leite, uma vez que pressões mais elevadas intensificam os fenômenos de polarização por concentração e entupimento da membrana e temperaturas mais elevadas podem levar a degradação de alguns compostos presentes no soro de leite, além de facilitar o desenvolvimento bactérias lácticas levando conseqüentemente a produção de ácido láctico e acidificação do soro (BARUKCIC et al.2014). Para Steinhauer et al., (2015), o crescimento de bactérias mesófilas ou de deterioração da flora só pode ser evitada na gama de temperaturas abaixo de $20^{\circ}C$ ou acima de $50^{\circ}C$. Em estudo sobre a microfiltração e ultrafiltração de soro de leite ácido e doce das temperaturas de 10 a $50^{\circ}C$, estes concluíram que para o processamento higiênico tanto do soro de leite doce e ácido por longo períodos, uma temperatura $\leq 10^{\circ}C$ parece ser mais adequada. Para os mesmos, embora altas temperaturas ocasionaram baixas viscosidades e portanto níveis iniciais de fluxo mais elevados, temperaturas de processamento mais elevadas aumentaram a incrustação da membrana durante ambos os processos de micro e ultrafiltração.

4 CONCLUSÃO

Os fluxos de soro de leite apresentaram valores relativamente menores aos obtidos para água nas mesmas condições de processo em função dos sólidos presentes na solução que dificultam a passagem pela membrana e dos efeitos de polarização por concentração e *fouling*. Os maiores fluxos de soro foram obtidos em maiores pressões e temperaturas, o que era esperado uma vez que pressão é força motriz do processo e maiores temperaturas tem-se menores viscosidades do soro facilitando sua passagem. A aplicação da UF do soro de leite a temperaturas de refrigeração torna-se uma alternativa interessante visto que de acordo com a literatura temperaturas de UF mais elevadas podem levar a degradação de compostos presentes no soro de e ao desenvolvimento bactérias lácticas levando a acidificação do soro podendo o tornar inviável para sua aplicação.

5 AGRADECIMENTOS

Agradeço a URI – Campus de Erechim pela infraestrutura disponibilizada. A Relat Laticínios Renner S.A pelo fornecimento da matéria prima e a CAPES , FAPERGS e ao CNPQ pelo apoio financeiro.

6 REFERÊNCIAS

- ARGUELLO, M.; ÁLVAREZ, S.; RIERA, F.A.; ÁLVAREZ, R. Enzymatic cleaning of inorganic ultrafiltration membranes fouled by whey protein. **Journal agriculture food chemical**, V.50 P. 1951-1958, 2002.
- ATRA, R.; VATAI, G.; BEKASSY-MOLNAR, E.; BALINT, A. Investigation of ultra- and nanofiltration for utilization of whey protein and lactose. **Journal of Food Engineering**. v. 67, p. 325-32, 2005.
- BÁGUENA, M.J.C.; BLANCO, S.A.; VELA, M.C.V. Fouling mechanisms of ultrafiltration membranes fouled with whey model solutions. **Desalination**, v. 360, p. 87-96, 2015.
- BARUKCIC, I.; BOZANIC, R.; KULOZIK, U. Effect of pore size and process temperature on flux, microbial reduction and fouling mechanisms during sweet whey cross-flow microfiltration by ceramic membranes. **International Dairy Journal**, v.39, n.1, p.08-15 2014.
- BRANDELLI, A.; DAROIT, D. J.; CORRÊA, A. P. F. Whey as a source of peptides with remarkable biological activities. **Food Research International**, v.73, p.149-161, 2015.
- CROWLEY, S.V.; CALDEO, V.; MCCARTHY, N.A.; FENELON, M.A.; KELLY, A.L.; O'MAHONY, J.A. Processing and protein-fractionation characteristics of different polymeric membranes during filtration of skim milk at refrigeration temperatures. **International Dairy Journal**, v.48, p.23-30, 2015.
- LIU, D.Z.; SEMANAS, M.G.; DUSTAN, D.E.; JO, G.M. Alterations to the composition of casein micelles and retentate serum during ultrafiltration of skim milk at 10 and 40 °C. **International Dairy Journal**, v.35, n.1, p.63-69, 2014.
- PALATNIK, D. R.; PORCEL, M. V. O.; GONZÁLEZ, U.; ZARITZKY, N.; CAMPDERRÓS, M.E. Recovery of caprine whey protein and its application in a food protein formulation. **LWT - Food Science and Technology**, v.63, p.331-338, 2015.
- STEINHAEUER, T.; HANÉLY, S.; BOGEDORFER, K.; KULOZIK, U. Temperature dependent membrane fouling during filtration of whey and whey proteins. **Journal of Membrane Science**, v.492, p.364-370, 2015.