

URI - CAMPUS ERECHIM
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS
PROGRAMA DE MESTRADO EM ENGENHARIA DE ALIMENTOS

**APLICAÇÃO DE TRATAMENTO ENZIMÁTICO COMBINADO A
MICROFILTRAÇÃO NA CLARIFICAÇÃO DE SUCO DE PÊSSEGO**

MÁRCIA MARIA SANTIN

Dissertação de Mestrado submetida ao Programa de Mestrado em Engenharia de Alimentos da URI-Campus de Erechim, como requisito parcial à obtenção do Grau de Mestre em Engenharia de Alimentos, Área de Concentração: Engenharia de Alimentos, da Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões – URI, Campus de Erechim.

ERECHIM, RS – BRASIL

ABRIL DE 2004

APLICAÇÃO DE TRATAMENTO ENZIMÁTICO COMBINADO A MICROFILTRAÇÃO NA CLARIFICAÇÃO DE SUCO DE PÊSSEGO

Márcia Maria Santin

Dissertação de Mestrado submetida à Comissão Julgadora do Programa de Mestrado em Engenharia de Alimentos como parte dos requisitos necessários à obtenção do Grau de Mestre em Engenharia de Alimentos, Área de Concentração: Engenharia de Alimentos.

Comissão Julgadora:

Prof. Marco Di Luccio, D.Sc.
Orientador

Prof. José Carlos Cunha Petrus, D.Sc.

Prof. Débora de Oliveira, D.Sc.

Erechim, 26 de abril de 2004

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA URI-
CAMPUS DE ERECHIM

Santin, Márcia Maria

S235a Aplicações de tratamento enzimático combinado a microfiltração na clarificação de suco de pêssego/ Márcia Maria Santin; orientação de Marco Di Luccio. - Erechim, RS: 2004.
79 p.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões.

1. Engenharia de Alimentos 2. Pêssegos-clarificação
I. Título II. Di Luccio, Marco

CDU: 66.0

Ao meu querido filho Lucas, a quem tanto amo
A meus pais, Lourdes e Remy, sem eles nada
seria possível

AGRADECIMENTOS

Às minhas irmãs Rô, Paula e Rê, o simples fato de saber que vocês existem já é o suficiente...mas não bastando...a amizade, o incentivo, o apoio recebido que sempre me encorajaram a seguir em frente.

À minha vó pela constante ajuda durante estes e todos os anos.

Às minhas colegas e amigas Carina, Cris, Ise, Gean, Losi pelas longas conversas, risadas, desabafos, festas...saibam que jamais esquecerei todos os momentos que passamos juntas...sei que foram apenas dois anos de muitos que já vivi e que ainda pretendo viver em minha vida mas foi suficiente para jamais serem esquecidos...um abraço...sentirei saudade...

Ao Marco, pela orientação, conhecimento, exigências, dedicação, que tornou aquele mero projeto “neste grandioso trabalho”.

À Eunice que me acompanha desde a graduação não poderia ficar sem seu apoio nesta nova etapa, treinar e selecionar provadores...o que seria deste sem seu conhecimento.

À Helen que conheci há pouco tempo...mas quando chegou deu o suporte necessário à realização deste trabalho, sendo estatisticamente confiável a 100%.

Não posso deixar de agradecer ao Alexandre que quando precisei sempre se mostrou solidário.

Ao pessoal da Central de Materiais, Rogério, Leandra, Maiquel, Rosi e Morgana...pela disposição em ajudar...e paciência.

A EMBRAPA – CTAA, em especial a Lourdes pela oportunidade e aos funcionários Willian e Luis Fernando pela colaboração.

À empresa LNF Latino Americana pelo fornecimento da enzima Pectinex AFP L-3

À empresa Novozymes pelo fornecimento da enzima Pectinex Ultra SP WOP.

Agradeço a CAPES pela concessão da bolsa de estudos.

À Deus por eu estar aqui e poder dizer tudo isto...

A vida é um caminho que conhece sonhos
e esperanças, alegrias e tristezas, vitórias
e fracassos, amor e ilusão...

O encontro da vida, a alegria de viver,
brotam desta multiplicidade de
ocorrências, quando delas se sabe extrair
a parte principal, que é aprender a ser
feliz.

(autor desconhecido)

Resumo da Dissertação apresentada ao Programa de Mestrado em Engenharia de Alimentos como parte dos requisitos necessários para a obtenção do Grau de Mestre em Engenharia de Alimentos.

APLICAÇÃO DE TRATAMENTO ENZIMÁTICO COMBINADO A MICROFILTRAÇÃO NA CLARIFICAÇÃO DE SUCO DE PÊSSEGO

Márcia Maria Santin

Abril/2004

Orientador: Marco Di Luccio

Este trabalho teve como objetivo avaliar o processo de clarificação de suco de pêsego através de processos de separação com membranas combinados ao tratamento enzimático. A etapa de hidrólise enzimática foi introduzida antes do processo com membranas visando diminuir a viscosidade e o teor de polpa do suco e, conseqüentemente, aumentar a eficiência do processo. Esta etapa foi otimizada através de análise de superfície de resposta, avaliando-se a temperatura, quantidade e tipo de enzima e o tempo de hidrólise. A clarificação da polpa tratada enzimaticamente foi conduzida em um módulo de microfiltração/ultrafiltração em fluxo cruzado com membranas planas de acetato de celulose (0,2; 0,45 e 0,8 μm) e polissulfona (100.000 Da), e área de permeação de 48,6 cm^2 , e em sistemas piloto utilizando membranas inorgânicas (0,1 μm) e membranas de polietersulfona (0,3 μm) e polissulfona (0,1 e 100.000 Da). As condições de operação dos processos de separação por membranas foram avaliadas em função do fluxo de permeado e das qualidades físico-químicas do suco clarificado. A avaliação sensorial do suco clarificado foi confrontada com a da polpa bruta através de equipe previamente treinada. O processo de hidrólise utilizando Pectinex AFP L-3 (Novozymes) a 25°C por 60 minutos apresentou os melhores resultados na redução de polpa (48%) e na redução de viscosidade (68%). O maior fluxo de permeado (11,95 $\text{L}/\text{m}^2\cdot\text{h}$) e menor turbidez (0,44 NTU) foram obtidos nas condições de 25°C com membrana de diâmetro de poro de 0,2 μm . O processo de clarificação mostrou-se muito eficiente devido à grande redução da viscosidade e sólidos suspensos do suco. O suco clarificado manteve boa parte de suas características físico-químicas e organolépticas.

Abstract of Dissertation presented to Food Engineering Program as a partial fulfillment of the requirements for the Master in Food Engineering

APPLICATION OF ENZYMATIC PROCESS COUPLED TO MICROFILTRATION
FOR THE CLARIFICATION OF PEACH JUICE

Márcia Maria Santin

April/2004

Advisor: Marco Di Luccio

This work aimed to assess peach juice clarification by membrane processes coupled to enzymatic pretreatment. The enzymatic hydrolysis was performed before the membrane process to reduce the juice viscosity and pulp content, and consequently to increase the whole process efficiency. The hydrolysis was optimized by the response surface methodology, where the influence of temperature, amount and type of enzyme and time of reaction were investigated. The clarification of the pulp that was previously treated with the enzyme was performed in a cross flow module with flat sheet membranes of cellulose acetate (0,2; 0,45 and 0,8 μm) and polisulfone (100 kDa), with permeation area of 48.6 cm^2 , and in pilot systems using inorganic membranes (0,1 μm) and poliethersulfone membranes (0,3 μm), polisulfone (0,1 and 100 kDa). The experiments were carried out with membranes of different pore diameters in bench and pilot scale systems. The operating conditions were evaluated based on permeate flux and physical and chemical characteristics of the clarified juice. Sensory analysis of the clarified juice was compared to the results of the physical and chemical analyses by trained judges. The hydrolysis using Pectinex AFP L3 (Novozymes) at 25°C for 60 minutes presented the best results of pulp (48%) and viscosity (68%) reduction. The higher permeate flux (11,95 $\text{L}/\text{m}^2\cdot\text{h}$) and lower turbidity (0,44 NTU) were obtained at 25°C with a membrane with pore diameter of 0,2 μm . The clarification process was very effective. The clarified juice maintained most of its physical and chemical characteristics, although some losses in flavor and taste may occur.

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS

RESUMO

ABSTRACT

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1	Processamento de Polpa e Sucos de Fruta	4
2.1.1	Obtenção da Polpa de Frutas	4
2.1.2	Suco de Frutas	7
2.2	Aplicação de Enzimas na Clarificação de Sucos de Frutas	9
2.3	Processos de Separação com Membranas	13
2.3.1	Tipos de membranas	16
2.3.2	Características das membranas	16
2.3.3	Fenômenos Envolvidos no Processo	18
2.3.4	Módulos de membranas	21
2.4	Aplicações da Tecnologia de Membranas na Clarificação de Sucos	22
3	MATERIAL E MÉTODOS	26
3.1	Obtenção da Polpa	26
3.2	Tratamento Enzimático	26
3.3	Tratamento com Membranas	28
3.4	Análise Sensorial	30
3.4.1	Recrutamento e Seleção de Julgadores	30
3.4.2	Desenvolvimento de Terminologia Descritiva	30
3.4.3	Treinamento dos Provadores	31
3.4.4	Perfil Sensorial do Suco Clarificado	31
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	32
4.1	Tratamento Enzimático	32
4.2	Tratamento com Membranas	42
4.4	Análise Sensorial	54
4.4.1	Recrutamento e Seleção de Julgadores	54
4.4.2	Desenvolvimento da Terminologia Descritiva	55
4.4.3	Treinamento de Provadores	56
4.4.4	Perfil Sensorial do Suco Clarificado	57
5	CONCLUSÕES	61
5.1	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	62

6	REFERÊNCIAS	63
	APÊNDICE A – Análise sensorial	69

1 INTRODUÇÃO

A produção mundial de frutas cresceu cerca de 9% nos últimos cinco anos. No entanto, quando se analisam os dados referentes apenas a pêssegos e nectarinas, observa-se um aumento de 20% na produção mundial, que atingiu 15,2 milhões de toneladas em 2002 (USDA, 2003).

A produção nacional de pêssegos cresceu bastante no decorrer dos anos, sendo o Sul do país o maior produtor desta fruta, com uma quantidade produzida de 168.410 toneladas no ano de 2002. O Estado que se destaca na produção de pêssego no Sul do país é o Rio Grande do Sul, com uma quantidade produzida de 111.297 toneladas, equivalendo a um valor de produção de aproximadamente R\$ 73 milhões em uma área plantada de 14.398 hectares, segundo dados do IBGE (2002).

Em geral, um indivíduo ingere cerca de 700 litros de líquidos por ano, onde cerca de 150 litros são de água enquanto os 550 litros restantes correspondem a bebidas como os sucos de frutas e bebidas lácteas, chás gelados, água mineral, bebidas isotônicas, refrigerantes (de SÁ e CAIXETA FILHO, 2002).

No verão o consumo de bebidas no Brasil em geral cresce cerca de 40%, o que tem um impacto direto no setor de suco de frutas. Em 1997, o consumo de suco pronto para beber foi de 58 milhões de litros, o de sucos concentrados de 637 milhões de litros e o de refrescos à base de pó de 1,2 bilhões de litros (MARTINELLI, 1998). O consumo anual *per capita* de sucos de frutas no Brasil é da ordem de 12 litros/hab/ano, enquanto na Europa, em média, consomem-se 24 litros/hab/ano. Os americanos consomem um pouco mais que a média européia, chegando a 28 litros/hab/ano. Outro país com expressivo consumo de suco é a Áustria, onde se consomem 34 litros/hab/ano. Na Holanda, a queda no consumo de bebidas alcoólicas, juntamente com um estilo de vida mais saudável e preços mais baixos, contribuíram para o aumento constante no consumo de suco de frutas, levando o país ao posto de terceiro maior consumidor europeu de sucos, 26,5 litros *per capita* por ano (de SÁ e CAIXETA FILHO, 2002).

Os sucos de frutas são os derivados mais importantes de várias frutas, sendo bem aceitos por seu sabor e por suas propriedades nutritivas. De acordo com as características físico-químicas de cada fruta, seus sucos apresentam diferentes graus de turvação natural. A turbidez e sedimentos dos sucos é devida à presença de materiais insolúveis como fragmentos celulares provenientes diretamente do tecido polposo, pectinas, amidos,

polimerização de fenóis ou componentes não perfeitamente dissolvidos. Esses materiais insolúveis, responsáveis por muitas das características de sabor, aroma e cor do suco, variam de tamanho indo da ordem de micra até grandes fragmentos de polpa. Dependendo do tipo e exigências do mercado consumidor, a obtenção de sucos de frutas clarificados e totalmente isentos de depósitos se torna necessária (LEA, 1995; BORGES, 1998).

O método tradicional de clarificação consiste, basicamente, na adição de um agente coagulante para, então, decantar ou filtrar o suco. A filtração convencional é usualmente realizada em filtros rotativos a vácuo. Entretanto, existem várias limitações aos métodos empregados, como o fato de a decantação ser um processo lento que requer um grande número de tanques e o uso de auxiliares de filtração que alteram o sabor dos sucos. Além disso, o processo de clarificação convencional apresenta em geral custo elevado devido ao tempo, ao consumo de energia e à necessidade de adição de enzimas e agentes coagulantes (BORGES, 1998).

Como alternativa ao tratamento térmico clássico, novas técnicas de conservação de alimentos vêm sendo pesquisadas. Os Processos de Separação por Membranas, como a microfiltração e ultrafiltração, podem ser utilizados na clarificação de sucos, o que resulta em diversas vantagens, como a combinação das etapas de refino e filtração, a retenção de enzimas pécicas e fenoloxidasas, a possibilidade de operação contínua e automatizada, a redução dos custos com enzimas e tratamentos de efluentes, a não necessidade de adição de agentes de refino (terra diatomácea, gelatina, bentonita) e a possibilidade de se obter sucos estéreis ao longo do processo (DOWNES, 1995; BORGES, 1998; PRATO, 2003).

Os processos de ultrafiltração e microfiltração consistem na filtração através de membranas porosas semipermeáveis, que retêm algumas substâncias em função do seu tamanho ou massa molar, como por exemplo celulose, hemi-celulose e pectinas. As substâncias responsáveis pela turbidez do suco são retidas pela membrana e o produto permeado é o suco clarificado (BORGES, 1998).

Uma alternativa bastante promissora são os processos híbridos, onde uma pequena quantidade de enzima é adicionada, e, após a hidrólise, o suco é clarificado por filtração com membranas. Estes processos apresentam como vantagens a utilização de pequenas quantidades de enzima e o aumento no fluxo permeado através da membrana, já que a viscosidade do suco hidrolisado é menor (de PAULA *et al*, 2002).

A utilização de pectinases pode aumentar os rendimentos e clarificar o suco de uma ampla gama de frutas como, por exemplo, uvas, maçãs, pêras e laranjas. As enzimas

degradam a pectina ou paredes celulares permitindo que mais suco seja extraído por tonelada de fruta. Em alguns casos, a adição de outros complexos de enzimas, tais como as celulases, pode também resultar na melhoria dos rendimentos de suco e na melhor extração da cor, possibilitando a oferta de um produto nobre (NOVOZYMES, 1996; CLOTTEAU *et al*, 2003).

Neste sentido, o presente trabalho teve como objetivo avaliar o processo de clarificação de suco de pêssego através de microfiltração e ultrafiltração em conjunto com tratamento enzimático. A influência dos tipos e quantidades de enzimas adicionadas no suco bruto, bem como as condições operacionais do processo enzimático foram estudadas. As condições de operação dos processos de separação por membranas foram avaliadas em função do fluxo de permeado e das qualidades físico-químicas do suco clarificado. A avaliação sensorial do suco clarificado foi confrontada com a da polpa bruta através de equipe previamente treinada.

Este trabalho foi dividido em cinco capítulos. No Capítulo 1 foi apresentada uma breve introdução à dissertação. No Capítulo 2 é apresentada a revisão bibliográfica que aborda inicialmente o estado da arte do processamento de polpas e sucos de frutas, enfocando o processamento de suco de pêssego. Em seguida, a utilização de enzimas na clarificação de sucos de frutas é discutida, bem como a combinação dos processos enzimáticos aos processos de separação com membranas. No Capítulo 3 é descrita a metodologia utilizada em todas as etapas do trabalho. O Capítulo 4 apresenta os resultados obtidos e sua discussão. Primeiramente são apresentados os resultados das etapas de despulpamento e inativação enzimática, seguidos dos resultados de otimização das condições de operação do processo enzimático e da microfiltração. As conclusões e sugestões para trabalhos futuros são apresentadas no Capítulo 5. Nos anexos podem-se encontrar as fichas utilizadas nas etapas de análise sensorial, bem como os demais dados experimentais que são apresentados e discutidos na forma de gráficos no Capítulo 4.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Processamento de Polpa e Sucos de Fruta

O processamento de frutas para obtenção de polpas, sucos, doces, geléias, frutas desidratadas ou secas é uma atividade agroindustrial importante, uma vez que agrega-se valor econômico à fruta, evitando desperdícios e minimizando perdas que podem ocorrer durante a comercialização do produto “in natura”. A ampliação deste mercado atualmente depende do aumento do consumo e da qualidade do produto final. Neste caso, a qualidade engloba os aspectos físicos, químicos, físico-químicos, microbiológicos, nutricionais e sensoriais. Paralelamente, cresce a demanda por produtos transformados, de fácil consumo, como frutos pré-processados que mantenham ao máximo as características do produto “in natura”. Os sucos de frutas podem ser comercializados em suas diversas formas tais como, sucos integrais, reconstituídos, clarificados ou não, néctares, sucos compostos ou misturas, concentradas e congeladas (EMBRAPA/SEBRAE, 1997).

2.1.1 Obtenção da Polpa de Frutas

Polpa pode ser definida como um produto obtido pelo esmagamento da parte carnosa comestível da fruta por processos tecnológicos adequados. As frutas destinadas à fabricação devem ser sãs, maduras e não apresentarem nenhum tipo de sujidades na casca ou terem sofrido ataques de insetos ou parasitas. As polpas não devem conter resíduos de cascas ou sementes e devem apresentar cor, aroma e sabor característicos (EMBRAPA/SEBRAE, 1997).

Em um processo industrial as frutas são descarregadas, pesadas e enviadas diretamente para a linha de produção. As frutas são lavadas em água clorada (aproximadamente 8 a 12 ppm de cloro livre) com o objetivo de serem retiradas terra e outras sujeiras aderidas ao produto, diminuindo os problemas relacionados com a contaminação microbiana. O sistema de lavagem mais apropriado é a imersão, para retirada de sólidos por decantação, seguida de aspersão com água clorada e escovamento com cerdas de nylon, e novo enxágüe (EMBRAPA/SEBRAE, 1997; DOWNES, 1995).

Após a lavagem, as frutas passam por um processo de seleção, onde todas as frutas impróprias e as partes defeituosas são descartadas. Os frutos devem estar maduros, de modo que seja obtido o máximo de rendimento em termos de teor de sólidos solúveis e de aroma. Esta etapa é muito importante, pois a presença de frutas estragadas ou deterioradas pode comprometer a qualidade do produto final. Por outro lado, frutas não totalmente maduras podem conferir características de sabor desagradáveis ao suco (EMBRAPA/SEBRAE, 1997; DOWNES, 1995).

No caso do pêssego, este segue, após a classificação, para o descaroçamento, que pode ser manual ou mecânico. No descaroçador mecânico, os pêssegos são serrados ao meio, e as metades do caroço são retiradas da polpa, com uma faca em forma de meia-lua. No processo manual, os pêssegos são descaroçados com faca especial que retira o caroço do pêssego inteiro. Na fase de descaroçamento, ocorre uma perda de aproximadamente 9% do produto (JACKIX, 1988).

Dependendo do tipo de fruta, esta poderá ser despulpada sem eliminação do caroço, usando equipamento adequado. É o caso de manga e pêssego, que podem ser despulpados diretamente, usando despulpador inclinado com braços de escova. O caroço é eliminado limpo, sem restos de polpa e sem sofrer nenhum dano pelo equipamento (ITAL, 1991).

Para o descascamento de pêssego, o método mais utilizado é a lixiviação, sendo este método usado, além de pêssegos, para damascos e figos. Uma solução diluída de soda quente permite separar pele externa e polpa, logo abaixo da epiderme, a qual não é solúvel na lixívia. A camada delgada intermediária é composta de substâncias pécticas, que são muito solúveis. Se o processo de lixiviação for bem conduzido, as células do parênquima da fruta não são atacadas. Se a ação da lixívia for muito prolongada ou concentrada demais, a superfície da fruta descascada ficará áspera e marcada (JACKIX, 1988).

Um equipamento mais primitivo, mas apto para pequena produção, consiste em um recipiente cheio com solução de soda e aquecido através da injeção de vapor. As frutas são colocadas em cestas e mergulhadas na solução. Existe, também, o sistema de tambor giratório e o sistema utilizado para descascamento de metades de pêssego. Neste último caso, as frutas cortadas em metades, sem caroços, são colocadas numa esteira com a casca para cima. Jatos de soda de 1 a 2,5% entre 80 a 90°C incidem sobre as cascas, removendo-as. Depois de peladas, as metades devem receber jatos de água potável e, a seguir, um rápido banho de ácido cítrico, para neutralização da soda (JACKIX, 1988).

O pêssego, já descascado e sem caroço, destinado à produção de polpas, sofre um aquecimento até 90°C. Esse tratamento, que pode ser feito em um tacho ou cozedor contínuo, deixa os tecidos moles, para poderem ser triturados facilmente. Assim, com a temperatura superior a 85°C, obtém-se a polpa, que é conduzida para o enlatamento, a essa mesma temperatura (sistema de enchimento a quente) (JACKIX, 1988).

A trituração é uma etapa que irá auxiliar as posteriores. Pode ser realizada em condições ambientais ou sob a ação do calor, aplicado direta ou indiretamente no produto. É importante salientar que quando se trabalha com frutas que apresentem problemas de escurecimento enzimático, é aconselhável que a trituração seja feita em ausência de ar ou sob a ação de calor. Os trituradores mais usados no caso de frutas são do tipo facas rotativas e moinho de martelo (ITAL, 1991; DOWNE, 1995).

Para a obtenção de polpa é necessária a realização do despulpamento. No despulpamento há a separação das cascas, fibras, sementes e outras partes não comestíveis. Esta etapa pode ser realizada em despulpadeira vertical ou horizontal, onde ocorre a passagem da fruta por uma malha de aço inox com diferentes tamanhos de furos para o seu refinamento. A polpa é recolhida na parte inferior do equipamento em recipientes limpos de aço inox, e são transportados ou bombeadas para a etapa seguinte (EMBRAPA/SEBRAE, 1997; ITAL, 1991).

Após a extração da polpa, esta pode ser envasada a quente, ou com a utilização de conservantes, ou ainda congelada. A operação de congelamento deve ser realizada no menor espaço de tempo possível, a fim de se manter as características originais das frutas. Quanto mais rápida for esta etapa, melhor a qualidade do produto final. No caso da polpa de pêssego, quando se deseja congelar, resfria-se a polpa em trocadores de calor de superfície raspada, com água até 30°C e com amônia até 0°C, antes do entamboramento, para, em seguida, congelá-la em câmaras frigoríficas a -25°C (JACKIX, 1988). É importante ressaltar que a polpa deve ser mantida congelada até o momento do seu consumo. A temperatura recomendada para seu armazenamento, em câmaras frigoríficas, varia de -18°C a -25°C. *Freezers* domésticos também podem ser utilizados, porém como a temperatura interna deste equipamento atinge somente a faixa de -8°C a -10°C, estes produtos terão um tempo de vida de prateleira menor (EMBRAPA/SEBRAE, 1997).

2.1.2 Suco de Frutas

O suco de fruta é o líquido límpido ou turvo extraído da fruta, através de processo mecânico adequado, não fermentado, de cor, sabor e aroma característicos da fruta do qual ele é extraído (EMBRAPA/SEBRAE, 1997; ASHURST, 1998). São obtidos a partir de frutas frescas, maduras e lavadas através de um processo industrial tecnologicamente adequado. Não podem apresentar-se diluídos nem conter odor ou sabor estranhos, e/ou algum indício de fermentação. Podem ser estabilizados através de algum tratamento físico ou químico autorizado ou conter algum tipo de aditivo, que garanta a sua conservação e características atrativas ao consumidor. Os sucos podem ser concentrados mediante a retirada de até 50% de sua água de constituição, através de processos tecnológicos adequados. Este suco concentrado, antes de ser consumido, deve ser diluído em água até apresentar as mesmas características do suco originalmente utilizado (EMBRAPA/SEBRAE, 1997).

O tipo de fruta, bem como suas características varietais, maturidade, variação natural, clima e práticas de cultura, influenciam a composição do suco, assim como seu processamento (RODRIGUES, 2002). A maior parte dos sucos de frutas contém entre 75 a 90% de água, de 9 a 25% de açúcares, de 0,1 a 5% de ácidos orgânicos, de 0,1 a 0,2% de fibra dietética e de 0,2 a 0,6% de proteína. Outros componentes estão presentes em traços, tais como minerais, vitaminas, constituintes de aroma, pigmentos, lipídios, nucleotídeos, amido, pectina e microrganismos (SOUTHGATE *et al.*, 1995).

Para a obtenção do suco, em uma primeira etapa se faz a extração da polpa, conforme descrito no item anterior. Após a obtenção da polpa, o processamento de suco de frutas basicamente é realizado através de etapas de inativação enzimática, prensagem, refino ou clarificação, desaeração, pasteurização, formulação, envase e armazenamento (VARNAN e SUTHERLAND, 1994).

A inativação pelo calor consiste em submeter o produto, imediatamente após o despulpamento, a um tratamento térmico, que depende de cada fruta, com o objetivo de inibir ou minimizar as transformações enzimáticas e reduzir a carga microbiana, ambas indesejáveis e que podem deteriorar o produto. A inativação térmica, dentre outras vantagens, confere ao suco a estabilidade da cor e da consistência, parâmetros importantes para a qualidade visual do produto (EMBRAPA/SEBRAE, 1997).

Na obtenção de sucos de algumas frutas como maçã, por exemplo, inclui-se uma etapa de prensagem para aumentar a eficiência de extração do suco. Em algumas

indústrias, já se utilizam enzimas celulolíticas e pectinolíticas nesta etapa para aumentar o rendimento em suco. A polpa de algumas frutas é composta de grande número de fibras e resíduos sólidos, contendo pectina e celulose, que normalmente devem ser removidos para obter-se um produto mais homogêneo. Neste sentido, a polpa deve ser submetida a uma etapa de refino, através de processamento em peneiras finas ou centrífugas, para desta forma, ser retirado este material indesejável e permitir melhor eficiência térmica na pasteurização (EMBRAPA/SEBRAE, 1997; VARNAM e SUTHERLAND, 1994).

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

O oxigênio incorporado ao suco nas etapas anteriores causa oxidações, destruindo algumas vitaminas e prejudicando a cor e o sabor do suco. O desaerador normalmente é colocado em linha com o pasteurizador, para que o suco só atinja a temperatura de pasteurização após a eliminação do oxigênio. Geralmente, esta etapa é utilizada em grandes indústrias, para grandes volumes de produção. O tratamento térmico tem por objetivo reduzir o número de microrganismos e inativar enzimas. Cada suco de fruta apresenta características diferentes e a relação tempo e temperatura do tratamento térmico difere de fruta para fruta e será função do processo a que foi submetida a polpa anteriormente. Devido a características próprias do processamento, esta combinação deverá ser avaliada através de análises microbiológicas, físico-químicas e sensoriais durante a vida de prateleira do produto final (EMBRAPA/SEBRAE, 1997; ITAL, 1991).

Após as etapas de obtenção do suco, este é enviado ao tanque de formulação onde são adicionados os conservantes, antioxidantes e estabilizantes. Após a formulação final, o produto é envasado sob condições higiênicas em embalagens apropriadas. A presença de

oxigênio no interior das embalagens gera transformações nos sucos de frutas durante o armazenamento, podendo resultar em perdas de sabor e aparecimento de sabores estranhos devido a outras reações oxidativas e possíveis contaminações por fungos. O suco envasado pasteurizado deve ser armazenado sob refrigeração. A adição de conservantes e acidulantes pode, em alguns casos, permitir que o suco seja armazenado em temperatura ambiente (EMBRAPA/SEBRAE, 1997).

2.2 Aplicação de Enzimas na Clarificação de Sucos de Frutas

Nas últimas décadas, a utilização das enzimas na indústria vem aumentando rapidamente, mas ainda existe um grande campo para a sua expansão. A aplicação de enzimas na polpa, no processamento de bagas, uvas, maçãs e pêras, é uma prática muito comum hoje em muitos países. A despectinização de sucos após a prensagem é necessária quando se quer obter um suco cristalino e prevenir a gelatinização durante a concentração ou conservação de sucos concentrados. A adição de outros complexos de enzimas, tais como as celulases, pode também resultar na melhoria dos rendimentos de suco e na melhor extração da cor (NOVO NORDISK, 1992). No Brasil, a utilização de enzimas no processamento de sucos de frutas já é comum em escala industrial, principalmente no caso de obtenção dos sucos de maçã, uva e na produção de vinhos e sidras (LNF, 2004; NOVOZYMES, 2003).

Todos os tipos de frutas e bagas de significado industrial e nutricional contêm quantidades variáveis de um polissacarídeo natural, a pectina, que atua como um tipo de cola que une as paredes celulares dos vegetais. Na fruta verde, a pectina se encontra em sua forma insolúvel, às vezes chamada de protopectina, que é responsável pela firmeza da fruta verde. Quando a fruta amadurece, ocorre uma hidrólise parcial em uma forma mais solúvel, o que amolece a estrutura da fruta. Devido à solubilidade parcial nesta fase, parte da pectina passa para o suco durante a prensagem, resultando em um aumento de viscosidade e dificuldades na obtenção de otimização nos rendimentos da produção dos sucos, podendo provocar entupimento de filtros e redução da velocidade de filtração. O suco extraído é pobre com respeito à cor e aos componentes aromáticos. Além disso, a pectina torna a concentração de sucos extremamente difícil, dificultando a retirada da água do suco (NOVOZYMES, 2003; BRASIL *et al*, 1996).

A aplicação de enzimas pectinolíticas visa, basicamente, reduzir a viscosidade do suco, que inicialmente aumenta por ação da protopectina solubilizada, devolvendo assim a viscosidade inicial. As pectinases visam ainda destruir a estrutura gelatinosa na capa intermediária dos frutos, por quebra da pectina não dissolvida. Assim, o suco é liberado mais facilmente da fruta macerada, e conseqüentemente o rendimento da extração aumenta, reduzindo o tempo de processo. As pectinases permitem ainda liberar da estrutura das células, por maceração, as substâncias que influenciam na qualidade (cor, aroma, etc.) sem alterar a consistência da fruta pronta para a extração (BRASIL *et al*, 1996; NOVO NORDISK, 1992).

As pectinases são um conjunto de enzimas pectinolíticas (poligalacturonase - PG, pectinametilesterase - PME), obtidas a partir de microrganismos, principalmente de *Aspergillus niger*, muitas vezes disponíveis na forma de misturas com outras enzimas, como celulasas (do CANTO, 1995). As pectinases foram uma das primeiras enzimas a serem usadas no processamento de sucos. Sua aplicação comercial foi primeiramente observada em 1930, para a preparação de vinhos e sucos de frutas. Somente em 1960 a natureza química dos tecidos da planta tornou-se clara e, com este conhecimento, cientistas começaram a utilizar um grande número de enzimas mais eficientemente (KASHYAP *et al*, 2001).

Comercialmente já se tem utilizado pectinases na obtenção de sucos clarificados, com a função de hidrolisar a cadeia de pectina até a eliminação total desta, para se obter um produto límpido e também reduzir a viscosidade (do CANTO, 1995). A ação das pectinases na clarificação do suco não se restringe apenas à redução da viscosidade. A pectinametilesterase (PME) leva à desmetoxilação parcial da pectina liberando alguns grupos de ácido galacturônico carregados negativamente. Estes grupos podem se combinar com cátions com forte capacidade de formar complexos, principalmente cálcio, e conseqüentemente formando flocos com fácil tendência à sedimentação e podendo ainda facilitar a etapa de filtração. Os ácidos liberados podem ainda se combinar com cátions com fraca capacidade complexante, levando à formação de flocos hidratados e relativamente estáveis, que podem formar uma névoa de pectina com as proteínas, que posteriormente poderão precipitar com o tratamento térmico. A poligalacturonase rompe cadeias longas de pectina e reduz a viscosidade. A quebra destas cadeias muda a carga dos complexos proteína-pectina, levando à agregação destes em grandes partículas que sedimentam facilmente, melhorando a filtração (VARNAM e SUTHERLAND, 1994).

Vários trabalhos têm estudado a aplicação de enzimas na extração de sucos e na redução da viscosidade de diversos frutos. No caso de suco clarificado de limão, pode-se empregar um complexo contendo pectinases e celulases para atuar tanto na hidrólise da pectina, quanto na membrana externa das células contendo o suco da fruta. Na extração de suco de maçã, o uso de complexos enzimáticos, contendo celulases e pectinases é fundamental para hidrolisar a pectina que ocorre em grande quantidade nessa fruta, mesmo nas maçãs mais maduras (do CANTO, 1995).

Na polpa de goiaba pode-se obter rendimentos de suco de até 84,7% (baseado no peso da polpa) utilizando-se 600 ppm de enzima pectinolítica por 120 minutos a 45°C. Se o tratamento enzimático não for utilizado obtêm-se somente 36,9% de rendimento nas mesmas condições. O método de extração conjugada (mecânico/enzimático) pode ser mais efetivo com relação ao convencional (mecânico), com um aumento de 27,8% de suco, por ação das enzimas (BRASIL *et al*, 1996).

As pectinases podem ser utilizadas também na obtenção de suco de banana, com a finalidade de se aumentar o rendimento, reduzir a viscosidade e clarificar o suco. Utilizando-se 0,01% do complexo enzimático a 45°C e centrifugação por 20 minutos, o rendimento do suco clarificado pode alcançar cerca de 60% (baseado no peso da polpa). O rendimento de suco na polpa não tratada chega somente a 5% nas mesmas condições (FLORIBETH *et al*, 1981). O uso de invertase em purê de banana pode melhorar a qualidade do suco, obtendo-se um aumento de doçura e diminuição da viscosidade do mesmo. Por outro lado, a adição de glicose isomerase ao suco invertido não é capaz de aumentar significativamente o teor de frutose (CARDOSO *et al*, 1998).

Suco de maracujá pode ser obtido com um incremento de 11% através de extração conjugada (mecânico/enzimático), utilizando-se 60 ppm de um complexo pectinolítico em cerca de 45°C (GUIMARÃES, 1985). O efeito da concentração de um preparado enzimático, a partir de uma linhagem de *Aspergillus niger* 3T5B8, sobre o teor de polpa, turbidez e a viscosidade aparente do suco de maracujá também já foi estudado. Pode-se obter uma redução na viscosidade aparente em até 13%, com 1200 ppm do preparado enzimático. O teor de polpa variou de 17% para 14% do suco integral para o suco hidrolisado. O processo de hidrólise enzimática foi conduzido a 30°C por 60 minutos. Após este tempo o suco foi aquecido a 70°C por 20 minutos visando à inativação enzimática (de PAULA *et al*, 2001).

Complexos pectinolíticos já foram também empregados na obtenção suco clarificado de cajá, obtendo-se o máximo de rendimento de extração em suco polposo, tratando-se a

polpa com 120 ppm de Pectinex Ultra SP-L (Novozymes) durante 30 minutos a 25°C (da SILVA *et al*, 1999).

A utilização de 0,02% de pectinase (Pectinex ULTRA SP-L) também mostra-se eficiente na redução da viscosidade da polpa de acerola, obtendo-se redução da viscosidade aparente de até 87%, quando a polpa é tratada com a enzima por 90 min (da MATTA *et al*, 2000).

A recuperação do suco a partir de polpa de abacaxi pode ser melhorada utilizando-se celulasas e pectinases comerciais ou suas misturas em uma concentração de 0,025% em uma temperatura de cerca de 27°C por 30 minutos. O percentual de suco recuperado depois da adição da enzima pode alcançar 86% em oposição aos 72% nas amostras que não são tratadas enzimaticamente. A adição de enzimas melhora a qualidade do suco por permitir extração de maior quantidade de sólidos solúveis (SREENATH *et al*, 1994).

O uso de poligalacturonases e de celulasas, em diferentes concentrações, não influenciam os parâmetros de cor e turbidez, embora se verifique uma redução de 77% no conteúdo de polpa, 80% na viscosidade e 10% nos valores de vitamina C, para as amostras tratadas com 50 ppm de enzima poligalacturonase e 200 ppm de celulase durante 15 minutos. A análise sensorial não demonstrou influência do tratamento enzimático sobre o sabor e odor do suco de laranja (CLOTTEAU *et al*; 2002).

Diversas alternativas têm sido avaliadas para o melhoramento do processo convencional de refino de suco, para clarificação de suco de cereja. Os efeitos interativos e individuais sobre a formação da turbidez e opalescência foram investigados no suco pré-centrifugado e não-centrifugado em tratamentos com pectinase, protease ácida, ácido gálico e solução gelatina-sílica, utilizando um modelo experimental fatorial. A solução gelatina-sílica teve o melhor efeito sobre a clarificação do suco. A centrifugação de suco de cereja, anterior ao tratamento de clarificação, melhorou significativamente a claridade do suco e diminuiu a taxa de opalescência durante a estocagem fria. Ambos os tratamentos de pré-centrifugação de suco de cereja com protease Novozym 89 L e co-adição de pectinase e ácido gálico melhoraram a claridade do suco e diminuíram os níveis de opalescência (MEYER *et al*, 2001).

2.3 Processos de Separação com Membranas

De uma maneira geral, uma membrana pode ser definida como uma barreira que separa duas fases e que restringe, total ou parcialmente, o transporte de uma ou várias espécies químicas presentes nas fases (HABERT *et al.*, 2000; MULDER, 1997).

Os processos de microfiltração e ultrafiltração são alguns dos processos de separação com membranas (PSM) de maior importância comercial no mundo, movimentando mais de US\$ 1 bilhão, dados em 1997, em membranas e equipamentos. O início da utilização comercial destes processos data de cerca de 33 anos atrás. A microfiltração teve origem na Alemanha pouco antes da I Guerra Mundial utilizada em laboratórios em escala reduzida. A ultrafiltração começou a ser empregada após este período, também na Alemanha, mas a sua utilização comercial em larga escala só iniciou na década de 1960 nos EUA, para concentração de macromoléculas (ZEMAN e ZYDNEY, 1996; MULDER, 1997).

A microfiltração, a ultrafiltração e a osmose inversa são os processos com membranas de maior interesse para a Indústria de Alimentos, mais particularmente na indústria de sucos. As aplicações de microfiltração são numerosas na área de alimentos, como por exemplo, para reter solutos macromoleculares por concentração, vinho, suco, vegetais, salmoura, vinagre, gelatina e cerveja (HORST e HANEMAAIJER, 1990). Embora o suco de maçã seja o suco mais comumente processado com tecnologia de membranas, sistemas comerciais estão operando em uva, pêra, abacaxi, “cranberry” e sucos cítricos (SHORT, 1988). A microfiltração e a ultrafiltração diferem basicamente no tamanho médio dos poros das membranas filtrantes utilizadas em cada processo, ou seja, possuem o mecanismo de separação de exclusão por tamanho, resultando em diferentes faixas de pressões operacionais. A Figura 1 apresenta um diagrama esquemático dos Processos de Separação com Membranas que utilizam o gradiente de pressão como força motriz. A osmose inversa tem seu mecanismo de separação por sorção e difusão e necessita pressões operacionais bem mais elevadas do que os processos de separação baseados na exclusão por tamanho. Os sucos concentrados por osmose inversa, quando reconstituídos, mostram-se bastante similares ao suco natural (ZEMAN e ZYDNEY, 1996; MULDER, 1997).

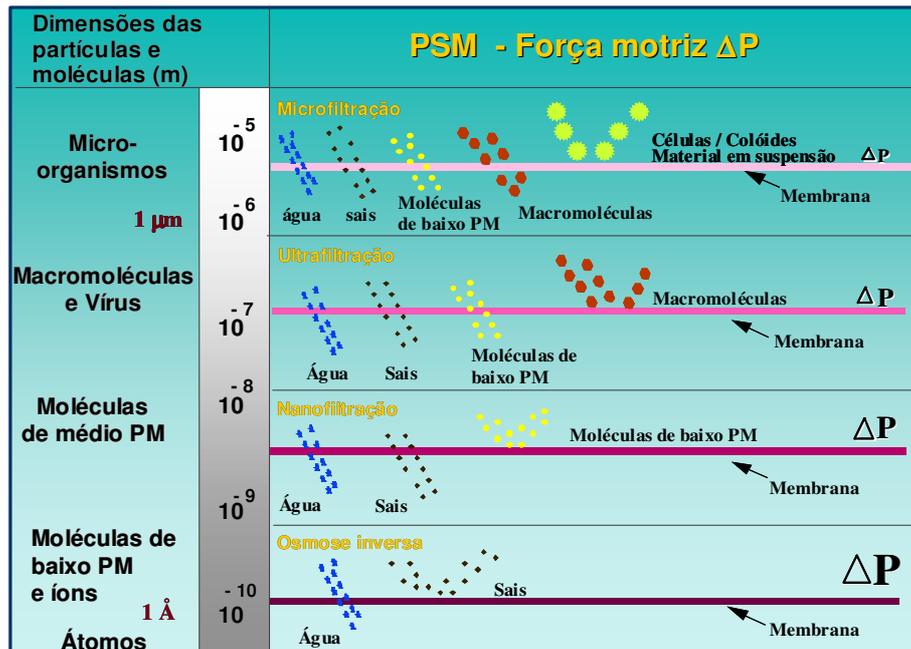


FIGURA 1: Principais características dos processos que utilizam diferença de pressão como força motriz (HABERT *et al.*, 2000)

A principal vantagem da utilização dos processos de separação com membranas na indústria de alimentos se deve ao fato da separação não requerer a utilização de calor, mudanças de fase ou pH. Assim, separações envolvendo proteínas ou outros compostos termolábeis, como vitaminas são favorecidas, uma vez que se podem preservar nutrientes e constituintes de aroma e sabor, importantes para a qualidade do produto final. No processamento de sucos, por exemplo, a osmose inversa pode ser utilizada para a concentração do suco em lugar da evaporação convencional, eliminando o sabor de “cozido” presente em muitos dos sucos processados industrialmente (MULDER, 1997; VARNAM e SUTHERLAND, 1994; HABERT *et al.*, 2000).

Além da possibilidade de separação de substâncias termolábeis, os Processos de Separação com Membranas apresentam ainda uma série de vantagens que os permite competir com as técnicas clássicas de separação (HABERT *et al.*, 2000). Dentre estas vantagens cabe-se destacar a baixa demanda energética, uma vez que não necessitam mudanças de fase para que a separação ocorra; a alta seletividade, simplicidade de operação e de escalonamento. A alta seletividade é uma característica bastante relevante dos processos de separação com membranas, que torna possível fracionar misturas e soluções. Os processos com membranas apresentam a simplicidade do ponto de vista operacional e de escalonamento, uma vez que os sistemas são modulares e os dados para

o dimensionamento de uma planta podem ser obtidos a partir de equipamentos pilotos operando com módulos de membrana de mesma dimensão daqueles utilizados industrialmente. O escalonamento deste tipo de processo pode ser realizado aumentando o número de módulos, que podem funcionar em paralelo ou em série. A operação dos equipamentos com membranas é simples e não intensiva em mão de obra (HABERT *et al.*, 2000; MULDER, 1997).

Em função das aplicações a que se destinam as membranas, estas apresentam diferentes estruturas. As membranas podem ser classificadas como isotrópicas ou anisotrópicas, ou seja, podem ou não apresentar as mesmas características morfológicas ao longo de sua espessura. As membranas anisotrópicas se caracterizam por uma região superior muito fina ($\approx 1\mu\text{m}$), mais fechada (com poros ou não), chamada de “pele”, suportada em uma estrutura porosa. Quando ambas as regiões são constituídas por um único material a membrana é do tipo anisotrópica integral. Caso materiais diferentes sejam empregados no preparo a membrana será do tipo anisotrópica composta (HABERT *et al.*, 2000; MULDER, 1997). As membranas assimétricas têm a vantagem de apresentarem uma permeabilidade à água bem maior que as simétricas, sendo preferidas e usadas nos processos de ultrafiltração e osmose inversa, enquanto algumas membranas simétricas são utilizadas no processo de microfiltração (RODRIGUES, 2002).

Em todos os processos de separação com membranas, o transporte de uma dada espécie através da membrana ocorre devido à existência de uma força motriz, dada pelo gradiente de potencial químico. Em processos isotérmicos o gradiente de potencial químico pode ser expresso como um gradiente de concentração dos componentes da mistura entre os dois lados da membrana ou um gradiente de pressão (HABERT *et al.*, 2000).

Os processos de separação com membranas podem ser operados em fluxo cruzado (“cross flow”) além da operação clássica do tipo “dead end”. Na operação do tipo “dead end” uma solução ou suspensão é pressionada contra a membrana. O permeado passa pela membrana e o soluto ou materiais em suspensão são retidos, acumulando-se na interface membrana/solução, formando uma torta, caracterizando o fenômeno de polarização de concentração. Trata-se de um modo de operação fundamentalmente transiente, uma vez que a polarização aumenta sempre. Na filtração de fluxo cruzado a solução escoia paralelamente à superfície da membrana enquanto o permeado é transportado transversalmente à mesma. Neste caso, é possível operar o sistema nas condições de regime estabelecido de transferência de massa. A polarização de concentração continua presente mas, neste caso, é possível minimizar o seu efeito, em particular alterando-se a

hidrodinâmica de escoamento da corrente de alimentação (HABERT *et al.*, 2000). Em um típico sistema de filtração em fluxo cruzado com membrana tubular, o fluxo pode variar de 20 a 2000 L/m².h, utilizando uma alimentação com velocidade tangencial entre 2 e 6 m/s, dependendo das características da alimentação (SHORT, 1988).

2.3.1 Tipos de membranas

Uma grande variedade de materiais pode ser usada no preparo de uma membrana. As membranas baseadas em ésteres de celulose apresentam limites referentes à temperatura (50°C) e ao pH (3 a 8), baixa resistência ao crescimento microbiano e baixa durabilidade. Membranas mais resistentes podem ser preparadas com polímeros de engenharia como poliamidas, poliimidazóis, polisulfonas, poliarilsulfonas, polifluoreto de vinilideno, nylon e policarbonato, entre outros. Estes materiais são mais resistentes que os ésteres de celulose, porém alguns são menos resistentes ao cloro. O uso de membranas inorgânicas tem crescido nos últimos anos. Estas são formadas por óxidos de silício, alumínio, zircônio ou titânio, sendo possível a formação de estruturas microporosas variadas, bem como um controle adequado de distribuição de tamanho de poros nas membranas. As membranas inorgânicas suportam altas pressões, soluções com pH entre 0 e 14 e temperaturas superiores a 400°C. No entanto, estas apresentam baixa plasticidade, apresentando grande fragilidade (MULDER, 1997; DI LUCCIO, 1997; JULIANO, 2000).

De um modo geral, as propriedades mais desejáveis para as membranas são a permeabilidade, seletividade, resistência mecânica, estabilidade térmica e resistência química. Em alguns casos, a escolha do material que compõe a membrana afeta os fluxos e rejeição, devido à adsorção de solutos presentes na alimentação, como por exemplo proteínas, que podem ser adsorvidas em membranas preparadas com materiais hidrofóbicos (MULDER, 1997).

2.3.2 Características das membranas

Algumas características das membranas microporosas são determinantes para se obter a separação desejada como a porosidade, espessura, distribuição de diâmetro de poros e a permeabilidade. Estas características dependem do material e da técnica empregada no preparo da membrana (MULDER, 1997; DI LUCCIO, 1997).

A porosidade consiste na relação entre a parte sólida e os poros da membrana. A porosidade pode ser relativa apenas à parte superficial, ou ainda se referir a toda a membrana, sendo calculada a partir da razão densidade da membrana/densidade do polímero. Quanto maior a porosidade da subcamada, menor será a resistência ao fluxo de solvente através da membrana. Uma maior porosidade superficial não implica necessariamente em redução da rejeição de um determinado soluto, uma vez que o aumento na porosidade pode ser devido ao maior número de poros e não a um aumento em seus diâmetros médios (MULDER, 1997; HABERT *et al.*, 2000; JULIANO, 2000).

A resistência das subcamadas pode depender da sua porosidade e de sua espessura. Para membranas com as mesmas características morfológicas, quanto maior a espessura da subcamada, maior a resistência ao fluxo de solvente. As membranas industriais usualmente são depositadas sobre um suporte macroporoso para aumentar a sua resistência mecânica. Esta nova camada acrescenta uma nova resistência às subcamadas, que pode contribuir para a resistência global da membrana (MULDER, 1997; JULIANO, 2000).

A determinação do diâmetro dos poros de uma membrana é fundamental para a sua caracterização. O valor determinado representa a média dos diversos tamanhos desses poros. Esta determinação experimental pode ser feita por meio de Microscópio Eletrônico de Varredura, de porosimetria de mercúrio, de porosimetria de deslocamento de líquido e de uso de soluções de polímeros polidispersos (ZEMAN e ZYDNEY, 1996; RODRIGUES, 2002).

As medidas de permeabilidade permitem quantificar o fluxo de permeado nas condições de operação do processo, bem como avaliar a rejeição da membrana aos solutos de interesse. O fluxo permeado normalmente é expresso em L/m^2h ou kg/m^2h . A permeabilidade pode ser definida como o fluxo de permeado normalizado pela pressão transmembrana. As permeabilidades de água típicas de membranas de osmose inversa são menores que $50 L/m^2h.atm$, de 50 a $500 L/m^2h.atm$ para membranas de ultrafiltração e acima de $500 L/m^2h.atm$ para membranas de microfiltração. A permeabilidade à água é uma das determinações simples, uma vez que não é destrutiva, e é fundamental na caracterização de uma membrana, servindo como parâmetro de controle, indicando o grau de limpeza e da integridade (DI LUCCIO, 1997; MULDER, 1997).

2.3.3 Fenômenos Envolvidos no Processo

Para se alcançar uma separação particular via um processo com membrana, o primeiro passo é desenvolver uma membrana apropriada. Entretanto, durante uma separação real em processos movidos pela pressão, o desempenho da membrana pode variar expressivamente com o tempo, sendo que freqüentemente se observa um decréscimo do fluxo com o tempo, conforme esquematizado na Figura 2. O declínio do fluxo pode ser causado por diversos fatores, como o fenômeno da polarização de concentração, adsorção de solutos, formação da camada gel e entupimento dos poros. Todos esses fatores induzem a resistências adicionais ao transporte através da membrana. A extensão desse fenômeno é fortemente dependente do tipo de processo com membrana e da solução de alimentação empregada. A escolha do material é baseada em muitos casos na prevenção do “fouling” e na facilidade de limpeza da membrana durante o uso (MULDER, 1997). A Figura 3 proporciona uma representação esquemática de várias resistências que podem surgir.

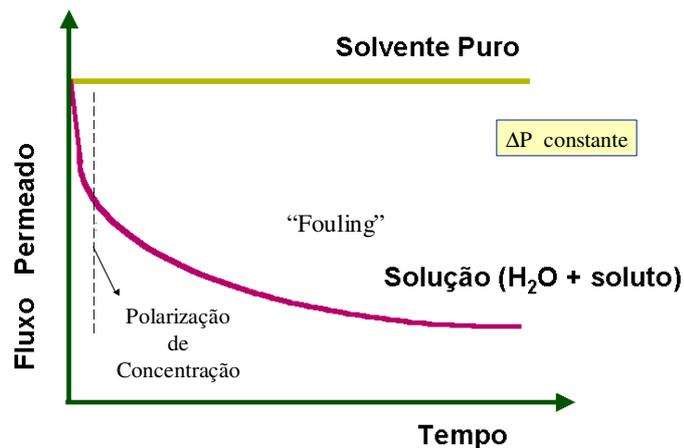


FIGURA 2: Comportamento do fluxo como uma função do tempo (HABERT *et al.*, 2000)

$$J = \frac{1}{\eta \cdot R_{\text{tot}}} \cdot \Delta P \quad \text{onde} \quad R_{\text{tot}} = R_m + R_a + R_b + R_g + R_{pc}$$

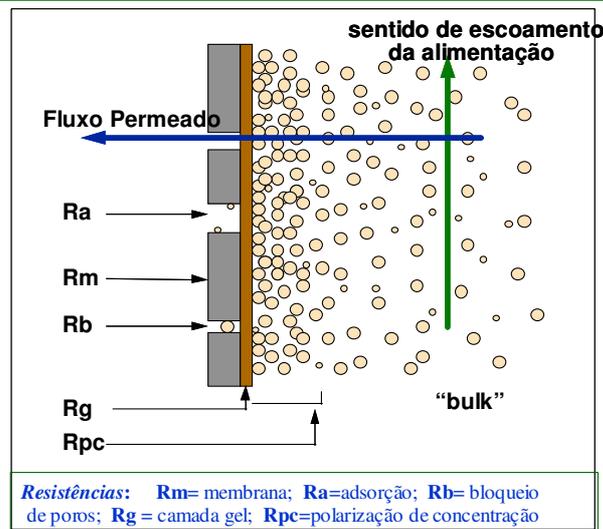


FIGURA 3: Vários tipos de resistências para o transporte de massa através da membrana em processos de pressão dirigida (MULDER, 1997)

As várias resistências representadas na Figura 3 contribuem para a resistência total, R_{tot} . No caso ideal, somente a resistência da membrana R_m , é envolvida. Esta pode ser determinada através de experimentos de avaliação da permeabilidade do solvente.

O "fouling" pode ser caracterizado como as alterações irreversíveis na membrana, causadas por interações físico-químicas entre a membrana e os vários componentes presentes na alimentação, ou ainda devido ao bloqueamento dos poros pelos solutos. Estas alterações levam à queda no fluxo, podendo ainda influenciar a seletividade, e freqüentemente continuam a ocorrer durante todo o processo e causando a necessidade de operações de limpeza e substituições de membranas. Os efeitos do "fouling" no fluxo de permeado usualmente são bem similares aos efeitos de polarização de concentração. No entanto, a polarização de concentração é um fenômeno reversível e pode ser minimizado através de mudanças no projeto do módulo e nas condições de operação. O "fouling" ocorre devido a interações físico-químicas específicas entre vários tipos de solutos e o material da membrana. Em geral, não se pode diminuir o "fouling" modificando apenas as condições hidrodinâmicas do sistema. No entanto, o adjetivo "irreversível" é uma qualificação relativa dada ao fenômeno do "fouling". As mudanças causadas por este fenômeno muitas vezes podem ser contornadas por meio de retrolavagem ou limpeza química (MULDER, 1997; ZEMAN e ZYDNEY, 1996).

O "fouling" ainda é um fenômeno pouco compreendido e complexo, sendo difícil de se descrever teoricamente, dependendo de parâmetros físicos e químicos como concentração e natureza do soluto, temperatura, pH, força iônica e interações específicas como dipolo-dipolo e pontes de hidrogênio. Assim, um acompanhamento do declínio do fluxo é necessário para o dimensionamento do processo.

A polarização de concentração consiste em um fenômeno reversível, causado pelo aumento da concentração de solutos rejeitados pela membrana na região próxima à superfície desta. Após um certo tempo, condições de estado estacionário serão estabelecidas e o acúmulo de soluto ou partículas na superfície da membrana pode afetar o fluxo de permeado de formas distintas. Primeiramente, o soluto acumulado pode gerar um fluxo osmótico contra o gradiente de pressão, reduzindo o fluxo de permeado. Este efeito é mais pronunciado quando se processam solutos de baixa massa molar, embora algumas proteínas sejam capazes de aumentar o fluxo osmótico em virtude das altas concentrações atingidas na superfície da membrana. A camada de soluto pode ainda atingir uma concentração tão elevada que promove a formação de uma camada gel, criando uma nova resistência ao transporte. O acúmulo de soluto, transportado até a superfície por convecção mássica, leva à formação de um gradiente de concentração na superfície da membrana, contrário ao gradiente de pressão. O gradiente de concentração provoca o movimento difusivo dos solutos da superfície da membrana para o seio do fluido, aumentando a resistência ao transporte na direção do permeado. A Figura 4 esquematiza o fenômeno da polarização de concentração. Quanto maior a camada de polarização, menor será o fluxo. Nos processos de ultrafiltração e microfiltração, esse fenômeno é mais acentuado devido aos altos fluxos de solvente. (MULDER, 1997; ZEMAN e ZIDNEY, 1996).

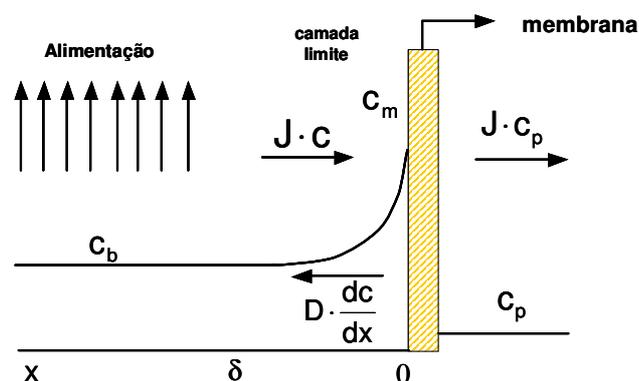


FIGURA 4: Perfil de concentrações no estado estacionário nas proximidades da superfície da membrana em processos cuja força motriz é o gradiente de pressão

A queda de fluxo permeado com o tempo observada nos processos com membranas é inevitável e apresenta uma influência negativa sobre a viabilidade econômica de um dado processo com membranas, e por estas razões, medidas devem ser tomadas para reduzir estes efeitos (MULDER, 1997). Na prática, existem algumas técnicas de operação desses sistemas que resultam em recuperação, ao menos parcial, do fluxo permeado. A mais comum consiste na retrolavagem, que consiste na inversão do sentido do fluxo permeado por um intervalo curto de tempo. Isso é conseguido com uma válvula solenóide e um circuito de bombeamento do permeado (HABERT *et al.*, 2000).

2.3.4 Módulos de membranas

Diversos tipos de módulos podem ser empregados em PSM, sendo que todos são baseados em dois tipos de configurações de membranas: plana e tubular. Os módulos do tipo placa-quadro, cartucho plissado e espiral utilizam membranas planas, enquanto os módulos do tipo casco-tubo utilizam membranas do tipo tubular, capilar e fibra-oca. As diferenças entre os tipos de módulos tubulares surgem principalmente em relação às dimensões dos tubos empregados. A relação área superficial por volume dos módulos (A/V) de membranas varia bastante com a geometria das membranas e configuração do módulo. As membranas tubulares são as que apresentam menor relação A/V , seguidas dos módulos de membrana plana com a configuração de placas e quadros, cartuchos plissados e espirais. Os módulos com membranas capilares e do tipo fibra oca são os que apresentam maiores relações A/V , podendo chegar a $10.000 \text{ m}^2/\text{m}^3$ (MULDER, 1997).

A escolha da configuração do módulo, assim como o arranjo dos módulos em um sistema é baseado somente em considerações econômicas e parâmetros de engenharia. Alguns aspectos que devem ser considerados na escolha são o tipo de separação, facilidade de limpeza, facilidade de manutenção, facilidade de operação, dimensão do sistema, escala e possibilidade de reposição de membrana, além dos custos de investimento em equipamentos, custos operacionais e de reposição das membranas (MULDER, 1997).

A configuração tubular é amplamente utilizada para clarificação de sucos de frutas porque seus canais de diâmetro largo permitem a filtração de solução com elevado teor de solutos, com alto desempenho de processo. Outras configurações, com canais menores, podem ser também consideradas para sucos de frutas, porém uma pré-filtração pode ser necessária (RODRIGUES, 2002).

2.4 Aplicações da Tecnologia de Membranas na Clarificação de Sucos

A maioria dos trabalhos publicados sobre clarificação de sucos de fruta se refere ao suco de maçã, para o qual a tecnologia de membranas já vem sendo aplicada em escala industrial (RODRIGUES, 2002). No entanto, estudos mais recentes sobre a utilização de membranas na clarificação de sucos de diversas outras frutas podem ser encontrados e serão discutidos brevemente mais adiante.

Nos estudos envolvendo suco de maçã usualmente avalia-se a influência da ação de enzimas pectinolíticas e da ultrafiltração sobre a qualidade geral do suco clarificado. O suco prensado pode ser tratado antes da etapa de ultrafiltração com diferentes tipos de preparados pectinolíticos comerciais (Pectinex 3 XL, Pectinex ULTRA SP, Pectinex 100L – Novozymes) em concentrações que variam de 0,006% a 0,04% (60 a 400 ppm), em temperaturas de cerca de 50°C (GIRARD e FUKUMOTO, 1999; ALVAREZ et al., 1998). Os sistemas de membrana investigados utilizam membranas de ultrafiltração comerciais de óxido de zircônio (BRUIJN et al., 2002; ALVAREZ et al., 1998) ou poliméricas de acetato de celulose, polisulfona, poliétersulfona, polivinilidenodifluoreto hidrofílico (GIRARD e FUKUMOTO, 1999), com cortes variando de 9 a 200 kDa. Os sistemas são operados em pressões de 150 kPa a 414 kPa e velocidades tangenciais de 2 a 7 m/s.

Observa-se que membranas com massa molar de corte de 30 e 100 kDa apresentam desempenho superior em termos de fluxo do que membranas de 0,2 µm ou 10 kDa, apresentando menor resistência à transferência de massa devido à menor ocorrência de “fouling”. O impacto da filtração através de membranas de 9 kDa são, contudo, evidentes sobre as propriedades físico-químicas, uma vez que o suco de maçã processado através deste tipo de membrana apresentou um tom verde, baixo sólidos solúveis e baixo conteúdo de flavonóides (GIRARD e FUKUMOTO 1999).

A avaliação do desempenho de membranas de óxido de zircônio mostrou que o “fouling” foi baixo em alta velocidade de alimentação (7 m/s) e baixa pressão transmembrana (150 kPa). Em todas as condições operacionais a queda do fluxo chegou a valores iguais e em torno de 85%. Os fluxos finais variaram entre 50 e 150 L/m².h. O aumento das taxas de permeação é resultado de ambas a redução de viscosidade do suco de maçã e da redução do conteúdo total de pectina. O suco de maçã ultrafiltrado apresentou excelentes atributos de qualidade que satisfazem as especificações comerciais (BRUIJN et al, 2002; ALVAREZ et al., 1998).

No processamento do suco de maçã tratado enzimaticamente, as membranas poliméricas apresentaram fluxos variando de 50 a 250 L/m².h, sendo que os menores fluxos foram obtidos quando se utilizou menor quantidade de enzima e membranas mais fechadas. A resistência da camada de “fouling” de membranas de microfiltração (0,2 µm) de acetato de celulose (AC), polietersulfona (PES), polisulfona (PS) e polivinilideno-difluoreto (PVDF) foram bem similares, mostrando que o material da membrana não influencia o processo de maneira expressiva. As membranas de UF também apresentaram resistência da camada de “fouling” similares entre os diferentes materiais testados, sendo cerca de 40% menores que as resistências obtidas com as membranas de MF (GIRARD e FUKUMOTO, 1999).

A clarificação de suco de maracujá por microfiltração tem sido estudada em vários trabalhos (de PAULA *et al.*, 2001; VAILLANT *et al.*, 1999; JIRARATANANON e CHANACHAI, 1996), que usualmente associam a microfiltração à etapa prévia de hidrólise enzimática. De Paula *et al.* (2001) observaram uma diminuição na viscosidade e no teor de polpa do suco e conseqüente aumento na eficiência do processo de MF, quando se utiliza associação de duas enzimas; a Thermamye Liquid 60 (Novo Nordisk) e a Biopectinase Mb (Quest Internacional). Os sucos permeados com qualidade microbiológica compatível com os padrões exigidos pela Legislação Brasileira foram obtidos através de um sistema de microfiltração tubular com tamanho médio de poro equivalente a 0,3 µm e pressão transmembrana de 1,5 bar. Observa-se que a turbidez passou de 270 NTU no suco integral para 1,2 NTU no suco permeado, enquanto o suco permeado foi isento de polpa.

Um efeito sinérgico da atividade da pectinase e da celulase na clarificação do suco de maracujá foi relatado por VAILLANT *et al.* (1999). O aumento da atividade da pectinase e celulase leva a um aumento do fluxo permeado utilizando-se membranas cerâmicas tubulares com tamanho de poro de 0,2 µm. Na operação com um reciclo total a 36°C, a combinação de baixa pressão transmembrana (150kDa) e alta concentração de enzima (1ml l⁻¹) proporcionou o mais alto fluxo (113 lh⁻¹m⁻²). Essas condições foram então avaliadas com o objetivo de verificar a viabilidade industrial e avaliar características físico-químicas do suco de maracujá ao final do processo. A qualidade do permeado foi satisfatória mesmo quando o aroma natural do suco foi perdido durante o processo. O retentado apresentou características similares ao suco bruto e pode ser reciclado para o aproveitamento de sua atividade enzimática residual.

O aumento do fluxo de permeado na clarificação do suco de maracujá pode ser obtido elevando-se a vazão de alimentação e a temperatura até um certo limite (50°C), acima do qual ocorre a redução do fluxo, conforme demonstrado por JIRARATANANON &

CHANACHAI (1996). Os experimentos foram conduzidos em escala de laboratório utilizando módulo de fibra-oca de polisulfona. Observa-se também que o fluxo diminuiu com o aumento da concentração de alimentação de acordo com o modelo de polarização de concentração. Um aumento da temperatura reduziu os valores da resistência da camada de polarização (R_{cp}), mas aumentou a resistência ao “fouling” (R_f). A R_{cp} foi a resistência que controlou o fluxo permeado em operações com temperatura baixa. Em temperaturas altas (50°C) a camada de polarização reversível mudou para um gel reticulado e R_f foi significativamente aumentada.

A clarificação de suco de maracujá orgânico e aceitabilidade sensorial foram avaliadas por SILVA *et al.* (2003). As condições da etapa de tratamento enzimático foram definidas através de um planejamento fatorial, testando-se três diferentes preparações enzimáticas em três níveis de concentração a 30°C, sob agitação controlada, durante 60 minutos. O processo de microfiltração foi realizado com membranas tubulares de polietersulfona com tamanho de poro médio de 0,3 μm e área de filtração de 0,05 m^2 . O fluxo permeado médio ficou estabilizado em 30 $\text{L}/\text{m}^2\cdot\text{h}$. Obteve-se uma completa remoção da polpa em suspensão no suco permeado resultando em suco límpido e clarificado, além de boa aceitabilidade sensorial, tendo sido aprovado por 75% dos consumidores. O tratamento enzimático foi responsável por uma redução de 43% na viscosidade aparente e de 32% no teor de polpa. Foi possível conservar o suco em embalagens plásticas, durante 28 dias sob refrigeração (7°C), confirmando a eficiência da microfiltração como método alternativo de conservação de sucos de frutas e bebidas.

Suco de caju também pode ser clarificado por microfiltração associada à hidrólise enzimática, com objetivo de reduzir a adstringência e melhorar a estabilidade física. O suco clarificado e estocado à baixa temperatura apresenta uma vida útil de cerca de 2 meses, sem nenhum escurecimento e sem perdas de vitamina C (CAMPOS *et al.*, 2002).

Suco de abacaxi pode ser clarificado por tratamento com complexos enzimáticos e ultrafiltração em membranas tubulares de polietersulfona de tamanho de poro de 0,3 μm , a 25°C e pressão transmembrana de 100 kDa. O tratamento enzimático realizado com 0,03% de duas preparações enzimáticas (Pectinex SP-L e Celuclast 1,5L da Novo Nordisk) a 30°C por 60 minutos mostra ser eficiente para a redução de viscosidade do suco e aumento do rendimento. O processo de clarificação mostrou-se muito eficiente devido à grande redução de escurecimento, viscosidade e sólidos suspensos do suco e conseqüente diminuição no “fouling” do processo de microfiltração (CARNEIRO *et al.*, 2002).

O processo de microfiltração (MF) combinado à osmose inversa (OI) pode ser empregado na clarificação, esterilização e concentração de suco de camu camu. RODRIGUES (2002) utilizou membranas tubulares de PES de 0,3 μ m e 0,05m² de área de permeação para a etapa de clarificação. A OI foi conduzida com membranas de filme composto, rejeição de 95% ao NaCl e pressão transmembrana de 60 bar. Os fluxos médios de permeado foram de 33,0 e 22,3 L/m²h para a MF e OI, respectivamente. Durante os processos de MF e OI não houve perda significativa dos teores de ácido ascórbico, mostrando-se eficientes na clarificação, esterilização e concentração do suco de camu camu, produzindo um suco de boa qualidade sensorial e nutricional.

A ultrafiltração de suco de banana pode ser uma alternativa para promover sua clarificação e remoção da polifenoloxidase. Os sucos clarificados com membranas de polietersulfona de pesos moleculares de corte de 10 e 30 kDa apresentam cor amarelo claro, elevada turbidez e aspecto bastante atrativo. A atividade enzimática da polifenoloxidase alcançou reduções de até 96,2 e 97,5% para as membranas de 30 e 10 kDa, respectivamente (MERÇON, 2003).

Uma das frutas tropicais cuja clarificação do suco também tem sido estudada é a acerola. PRATO *et al.* (2003a) verificaram a influência de parâmetros importantes para o desenvolvimento do processo de ultrafiltração, como a pressão transmembrana e a temperatura, utilizando-se membranas cerâmicas de diferentes diâmetros médio de poro. A polpa foi submetida a um tratamento enzimático com 100 ppm de Citrozym Ultra L a 45°C por 60 minutos. Pôde-se constatar que o fenômeno de “fouling” foi devido principalmente ao bloqueio completo de poros, tendo sido o maior fluxo permeado atingido com a membrana de 0,05 μ m, a 45°C e 3,0 bar. Nesta condição, também se obteve um permeado com grande quantidade de vitamina C e açúcar redutor, baixa turbidez, e 100% de retenção de pectina e polpa (PRATO *et al.*, 2003b).

NOSSE *et al.* (2003) mostram que as membranas de polisulfona são as que apresentam melhor desempenho na clarificação de suco de acerola, quando comparadas com outras membranas preparadas em laboratório utilizando PVDF e quitosana, apresentando ainda boas características físico-químicas.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Obtenção da Polpa

Como matéria prima para obtenção do suco foi utilizado pêssego (*Prunus persica L.*), cultivar chiripá em estágio de plena maturação e polpa de pêssego comercial Mais Fruta[®]. Os pêssegos, cultivar chiripá, recebidos na Usina piloto do Departamento de Engenharia de Alimentos foram lavados e selecionados. Após a seleção dos frutos, realizou-se o tratamento dos frutos a 90^o C por 3 minutos para facilitar a remoção das cascas, posteriormente, realizou-se a operação de despulpamento. Esta foi efetuada em uma despulpadeira horizontal com peneira de 0,1 mm (JACKIX, 1988). A matéria prima usada foi de um mesmo lote.

3.2 Tratamento Enzimático

Para o estudo da redução porcentual do teor de polpa e da viscosidade foram realizados dois planejamentos fatoriais completos seqüenciais, estudando a influência do tipo e concentração de enzima, temperatura e tempo de incubação. Este processo de hidrólise foi realizado em agitador orbital com banho-maria sob agitação constante e controlada (105 ± 5 rpm), a faixa de estudo das variáveis foi determinada com base na literatura e é apresentada nas Tabelas 1 e 2. Em cada experimento foram avaliados o teor de polpa (RODRIGUES, 2002) e a viscosidade em viscosímetro "Falling Ball" (Gilmont GV 2200). Baseado na análise dos dois planejamentos anteriormente realizados, foram feitos ensaios em triplicata variando a temperatura (25, 35 e 45^oC), com os demais parâmetros de estudo fixados. Utilizou-se a enzima Pectinex AFP L-3 da Novozymes em uma concentração do preparado enzimático de 240ppm por 60 minutos.

Na polpa bruta e na polpa tratada enzimaticamente, de duas diferentes variedades de pêssego (cultivar chiripá e polpa comercial Mais Fruta[®]) foram avaliados os seguintes parâmetros físico-químicos: pH; sólidos solúveis totais (^oBrix), em refratômetro de Abbe; sólidos totais, acidez total titulável (IAL, 1985); viscosidade em viscosímetro "Falling Ball"; turbidez (Turbidímetro Policontrol AP-2000); açúcares redutores e açúcar não redutor (VALLE e VASCONCELLOS, 1997) e teor de polpa (RODRIGUES, 2002). Toda as determinações foram realizadas em triplicata.

Tabela 1: Variáveis estudadas no primeiro planejamento fatorial completo

Níveis	Tipo de enzima	Concentração de enzima (ppm)	Temperatura (°C)	Tempo de incubação (min.)
-1	Cellulase Onozuka R-10	200	25	30
0	Mistura enzimática 1:1	700	35	90
+1	Pectinex AFPL-3 Novozymes	1200	45	150

Tabela 2: Variáveis estudadas no segundo planejamento fatorial completo

Níveis	Tipo de enzima	Concentração de enzima (ppm)	Temperatura (°C)
-1,68	Cellulase Onozuka R-10	240	18
-1	Cellulase Onozuka R-10	240	25
0	Mistura enzimática 1:1	600	35
+1	Pectinex AFPL-3 Novozymes	960	45
+1,68	Pectinex AFPL-3 Novozymes	1200	52

Após a despectinização, realizou-se um estudo da inativação enzimática em diferentes temperaturas (60, 75 e 90°C) e diferentes tempos (5, 20 e 35 min.) A atividade celulásica foi medida pelo método do papel de filtro (MINUSSI *et al.*, 1998) e a atividade da pectinase através do método viscosimétrico (CASTILHO, 1997).

Após a realização dos dois planejamentos decidiu-se pela realização de um terceiro planejamento utilizando uma nova enzima. Um terceiro planejamento fatorial 2² com quatro pontos axiais e três pontos centrais foi realizado com a enzima Pectinex Ultra SP WOP (Novozymes), conforme Tabela 3.

Tabela 3: Variáveis estudadas no terceiro planejamento fatorial completo

Níveis	Concentração de enzima (ppm)	Temperatura (°C)
-1,41	95	21
-1	240	25
0	600	35
+1	960	45
+1,41	1100	49

3.3 Tratamento com Membranas

A clarificação da polpa tratada enzimaticamente foi conduzida em um módulo de microfiltração de bancada em fluxo cruzado, com membranas planas de acetato de celulose (Sartorius - 0,2 e 0,45 μm e Advantec MFS Inc - 0,8 μm), e uma área de permeação de 48,6 cm^2 . O processo foi realizado em regime batelada, sendo a fração retida pela membrana recirculada ao tanque de alimentação. A pressão de entrada da operação foi fixada em 0,5 kgf/cm^2 em função das limitações de escoamento do sistema e ao grande teor de material particulado da polpa. O fluxo permeado foi medido durante os primeiros 120 minutos e recirculado ao tanque de alimentação, a cada tempo recolheu-se uma pequena fração de amostra de permeado para avaliação da turbidez (Turbidímetro Policontrol AP - 2200), após este período de tempo o permeado foi recolhido continuamente, até atingir volume de 50 mL.

Anteriormente a cada ensaio, mediu-se a permeabilidade hidráulica da membrana durante 30 minutos, em intervalos de 10 minutos. Após o processo de clarificação, realizou-se as etapas de limpeza da membrana com circulação de solução cloro-alkalina (hidróxido de sódio pH 9,0 juntamente com hipoclorito de sódio 0,02% (v/v)), a uma temperatura de 45°C por 10 minutos, após a limpeza realizou-se um enxágüe com água corrente por 15 minutos. Uma segunda limpeza com solução de ácido fosfórico, pH 2,5 a 45°C por 10 minutos foi realizada, e um novo enxágüe com água corrente por 15 minutos. A permeabilidade hidráulica foi medida novamente obtendo-se o percentual de queda de fluxo, em relação ao fluxo antes e após o processamento de clarificação. Para o armazenamento da membrana foi usada uma solução de ácido propiônico a 0,5%.

O processo seguiu um planejamento fatorial 2^3 com três pontos centrais. A faixa de estudo das variáveis foi determinada com base na literatura e é apresentada na Tabela 4.

Tabela 4: Variáveis estudadas no primeiro planejamento fatorial completo

Níveis	Poro (μm)	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	Vazão (L/min.)
-1	0,2	25	0,6
0	0,45	30	1,0
1	0,8	35	1,4

Baseado na análise do planejamento anteriormente realizado, foi conduzido um ensaio com membrana de ultrafiltração de polisulfona (100.000 Da, DDS GR40PP - DESAL) na temperatura de 25°C.

Na alimentação e no permeado de cada ensaio foram avaliados os seguintes parâmetros físico-químicos: pH, sólidos solúveis totais (^oBrix), turbidez, viscosidade, açúcares redutores, açúcar não redutor e absorvância a 500 nm. Tais parâmetros foram avaliados a fim de determinar a condição operacional que resultasse em um alto valor de fluxo de permeado, aliado a uma menor turbidez para o permeado.

Realizaram-se, na planta-piloto da EMBRAPA (CTAA) no Rio de Janeiro (RJ), ensaios em duplicata com dois diferentes sistemas de filtração: uma unidade de ultrafiltração (UF)/microfiltração (MF) PROTOSEP IV da Koch Membrane System, que utiliza módulo tubular e uma unidade-piloto MF/UF/OI LAB UNIT M20 - DDS, que utiliza módulo do tipo placa-quadros. Na unidade PROTOSEP IV foram testadas duas membranas de MF, uma de polietersulfona de tamanho de poro de 0,3 µm com área de permeação de 0,05 m² e uma de cerâmica de 0,1 µm com área de permeação de 0,0055 m². Na unidade M20 - DDS testou-se uma membrana de MF de 0,1 µm (GRM01PP – DDS) com área de 0,61 m² e outra de UF com corte de 100.000 Da (GR40PP – DDS) com área de 0,267 m². Para o sistema placa quadro DDS houve a necessidade de centrifugação da polpa antes da operação (3.000 rpm, 15 minutos), para melhorar o escoamento da alimentação no módulo.

O processo de MF conduzido no sistema Koch foi realizado a uma pressão transmembrana de 1,5 bar e 1,8 bar para as membranas de polietersulfona e cerâmica, respectivamente. Os processos conduzidos no sistema DDS foram realizados a uma pressão transmembrana de 4 e 7 bar para a MF e UF, respectivamente.

No suco integral (polpa "in natura"), na alimentação (polpa tratada enzimaticamente), no permeado (suco clarificado), no retido (partículas sólidas retidas na membrana) de cada ensaio e no centrifugado (polpa centrifugada) do sistema DDS foram avaliados os seguintes parâmetros físico-químicos: pH, sólidos solúveis totais (^oBrix), acidez titulável, turbidez, teor de polpa, viscosidade, açúcares redutores, açúcar não redutor e cor (S & M Colour Computer modelo SM – 4 –CH da Suga, no sistema Hunter com abertura de 30 mm de diâmetro). Os parâmetros de cor medidos em relação à placa de Petri (L = 100,00; a = 0,04; b = -0,02) foram:

- L = luminosidade (0 = preto e 100 = branco)
- a = (-80 até zero = verde, do zero ao +100 = vermelho)
- b (-100 até zero = azul, do zero ao +70 = amarelo)
- ΔE (diferença total de cor = $\sqrt{(\Delta L)^2 + (\Delta a)^2 + (\Delta b)^2}$)

- haze (=turbidez)

No parâmetro cor, foram realizadas quatro repetições para cada amostra disposta em placa de Petri com 5 cm de diâmetro e 2 cm de altura.

3.4 Análise Sensorial

3.4.1 Recrutamento e Seleção de Julgadores

O recrutamento dos candidatos foi realizado pela divulgação por convite e contato pessoal, sendo indivíduos consumidores habituais de sucos, de ambos os sexos, com idade variando de 19 a 50 anos. 39 indivíduos participaram da entrevista e preencheram o questionário (Apêndice A), levando-se em consideração: condições médicas (alergias a alimentos, diabetes, doenças bucais, resfriados freqüentes, hipoglicemia, medicamentos que possam alterar a acuidade sensorial); disponibilidade de tempo para participar do treinamento; grau de aversão aos produtos avaliados, etc.

A seleção dos candidatos foi realizada mediante testes discriminativos: teste básico de sabor; série de intensidade do gosto; misturas dos gostos primários; reconhecimento de odor e de aroma. Aprovou-se os candidatos que acertaram no mínimo 80% das respostas (CHAVES e SPROESSER, 1999; FARIA e YOTSUYANAGI, 2002), e, com o produto em estudo onde foi aplicado teste Triangular (CHAVES e SPROESSER, 1999; FARIA e YOTSUYANAGI, 2002), com variações na concentração de açúcar, nas diluições, na cor, no aroma, no gosto e na turbidez. Selecionaram-se os candidatos que obtiveram mais de 60% das respostas corretas em um total de 25 testes triangulares. Os testes foram realizados em cabines individuais e as amostras foram apresentadas de forma balanceada em copos plásticos descartáveis de 50 mL com uma quantidade de amostra de 20 mL, identificados por código de dois dígitos. Os modelos das fichas de avaliação dos testes de seleção realizados encontram-se no Apêndice A.

3.4.2 Desenvolvimento de Terminologia Descritiva

Quanto à definição dos termos descritores, reuniram-se 13 julgadores selecionados, onde se avaliou e discutiu-se em mesa redonda as similaridades e diferenças entre as amostras em relação a características visuais (cor, turbidez), olfativas (aroma característico de pêssego e de fruta passada) e gustativas (sabor adocicado, característico de pêssego, fruta passada e ácido), definindo-se as características referentes à descrição detalhada, montando-se o perfil sensorial.

3.4.3 Treinamento dos Provadores

Após definição da terminologia e do perfil característico do suco, os julgadores participaram da etapa de treinamento, onde se distribuiu inicialmente padrões de referência que exemplificassem a qualidade para os atributos avaliados.

O treinamento dos atributos no ponto fraco da escala foram feitos com suco diluído 1:10 (v:v) e pontos fortes com sucos sem diluição e/ou adição de açúcar, ácido cítrico a 50% e variação no tempo de cocção, especificamente para o sabor e aroma característicos utilizaram-se sucos diluídos e não diluídos. A intensidade de cada atributo foi avaliada através de uma escala estruturada de 9 cm, com termos de intensidade ancorados em seus extremos (Modelos das fichas - Apêndice A).

Para selecionar os provadores que comporiam a equipe final, avaliou-se a habilidade de cada provador. Para isso, selecionaram-se três amostras representativas da variabilidade existente no grupo de amostras a serem avaliadas em cada atributo. Neste caso, cada provador avaliou três amostras em três repetições. Os resultados individuais do provador e dos atributos (cor, turbidez, aroma e sabor) foram estatisticamente avaliados por ANOVA e teste de Tukey ao nível de 5% (Statistica 5.1 Statsoft Inc.), indicando poder discriminativo do provador $pF(\text{amostra})$, reprodutibilidade do provador $pF(\text{repetições})$ e o consenso com os demais membros da equipe.

3.4.4 Perfil Sensorial do Suco Clarificado

O suco clarificado nas melhores condições de tratamento enzimático e do tratamento de microfiltração foi avaliado por provadores treinados e selecionados nas etapas anteriores. Realizou-se também avaliação sensorial dos permeados de todos os ensaios realizados na planta-piloto da EMBRAPA (CTAA) no Rio de Janeiro (RJ). Os atributos avaliados no suco clarificado foram cor, turbidez, sabor e aroma. As intensidades dos atributos sensoriais das amostras foram avaliadas em escalas estruturadas de 9 cm, com os termos de intensidade ancorados em seus extremos (Modelos das fichas – Apêndice A). Os resultados foram estatisticamente avaliados por teste de Tukey ao nível de 5%.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Tratamento Enzimático

A Tabela 5 apresenta a matriz do primeiro planejamento experimental realizado e a respectiva resposta em termos de redução de viscosidade. Pode-se observar que as maiores reduções de viscosidade foram obtidas nos ensaios 10 e 14, mostrando que o tempo, a princípio, nos intervalos estudados, não influencia na obtenção das maiores reduções de viscosidade.

Tabela 5: Matriz do primeiro planejamento experimental (valores reais e codificados) com as respostas de redução percentual da viscosidade

Ensaio	Tipo de enzima ^a	Concentração de enzima (ppm)	Tempo (min)	Temperatura (°C)	Redução da Viscosidade (%)
1	CEL (-1)	200 (-1)	30 (-1)	25 (-1)	5,0
2	PEC (1)	200 (-1)	30 (-1)	25 (-1)	23,9
3	CEL (-1)	1200 (1)	30 (-1)	25 (-1)	7,6
4	PEC (1)	1200 (1)	30 (-1)	25 (-1)	24,2
5	CEL (-1)	200 (-1)	150 (1)	25 (-1)	5,2
6	PEC (1)	200 (-1)	150 (1)	25 (-1)	23,4
7	CEL (-1)	1200 (1)	150 (1)	25 (-1)	9,0
8	PEC (1)	1200 (1)	150 (1)	25 (-1)	23,5
9	CEL (-1)	200 (-1)	30 (-1)	45 (1)	8,5
10	PEC (1)	200 (-1)	30 (-1)	45 (1)	29,7
11	CEL (-1)	1200 (1)	30 (-1)	45 (1)	12,6
12	PEC (1)	1200 (1)	30 (-1)	45 (1)	24,4
13	CEL (-1)	200 (-1)	150 (1)	45 (1)	17,2
14	PEC (1)	200 (-1)	150 (1)	45 (1)	29,2
15	CEL (-1)	1200 (1)	150 (1)	45 (1)	17,1
16	PEC(1)	1200 (1)	150 (1)	45 (1)	26,8
17	MIST (0)	700 (0)	90 (0)	45 (1)	25,7
18	MIST (0)	700 (0)	90 (0)	45 (1)	26,1
19	MIST (0)	700 (0)	90 (0)	45 (1)	27,5

^aCEL= Cellulase Onozuka R-10

PEC= Pectinex AFPL-3 Novozymes

MIST=Mistura 1:1 das duas enzimas

Com o auxílio do software Statistica 5.1, os resultados dos experimentos foram analisados a fim de se verificar o comportamento das variáveis estudadas na redução na viscosidade. A análise foi realizada através do erro puro, identificando os coeficientes de regressão significativos com 95% de confiança. A Equação 1 apresenta o modelo codificado

para a redução da viscosidade do primeiro planejamento. Observa-se que no intervalo estudado, a redução da viscosidade é função do tipo e concentração de enzima e da temperatura da reação. Na Tabela 6 encontram-se os resultados da análise de variância. Pode-se dizer que o modelo é válido estatisticamente, pois o $F_{\text{calculado}}$ apresentou-se 6,4 vezes maior que o F_{tabelado} , para o caso da regressão em relação aos resíduos, no planejamento analisado. Observa-se que, conforme indicado pela análise preliminar da Tabela 5, o tempo não influenciou significativamente a redução de viscosidade, nos intervalos utilizados.

Tabela 6: Análise de variância para o primeiro planejamento fatorial

Fonte de Variação	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F calculado
Regressão	1082,96	3	360,987	21,07
Resíduo	257,032	15	17,135	
Falta de ajuste	255,244	13		
Erro puro	1,788	2		
Total	1339,993	18		

$R=0,90$; $F_{\text{tabelado } 3;15} = 3,29$

$$RV = 19,29 + 7,68 \cdot TE + 2,73 \cdot T - 1,11 \cdot TE \cdot CE \quad (\text{Equação 1})$$

onde, RV= redução da viscosidade; TE= tipo de enzima; CE= concentração de enzima; T = temperatura.

Um segundo planejamento foi construído com as variáveis significativas variando-se a faixa de estudo, com o objetivo de se buscar a condição experimental que fornecesse a maior redução de viscosidade e teor de polpa.

A matriz do segundo planejamento experimental realizado e as respectivas respostas de redução de viscosidade e redução do teor de polpa, encontram-se na Tabela 7. Observam-se que as maiores reduções de viscosidade foram obtidas nos ensaios 2 e 4. Estes ensaios também apresentaram as maiores reduções do teor de polpa e sugerem que a concentração de enzima no intervalo utilizado não influencia as respostas.

Tabela 7: Matriz do segundo planejamento experimental (valores reais e codificados) com as respostas de redução porcentual da viscosidade e teor de polpa

Ensaio	Tipo de enzima ^a	Concentração de enzima (ppm)	Temperatura (°C)	Redução da Viscosidade (%)	Redução do Teor de Polpa (%)
1	CEL (-1)	240 (-1)	25 (-1)	19,1	18,5
2	PEC (+1)	240 (-1)	25 (-1)	68,4	47,6
3	CEL (-1)	960 (+1)	25 (-1)	34,6	20,4
4	PEC (+1)	960 (+1)	25 (-1)	68,4	48,1
5	CEL (-1)	240 (-1)	45 (+1)	2,1	18,5
6	PEC (+1)	240 (-1)	45 (+1)	60,9	46,0
7	CEL (-1)	960 (+1)	45 (+1)	15,0	20,0
8	PEC (+1)	960 (+1)	45 (+1)	61,6	48,6
9	CEL (-1)	600 (0)	35 (0)	10,3	19,9
10	PEC (+1)	600 (0)	35 (0)	61,3	47,6
11	MIST (0)	240 (-1)	35 (0)	58,6	46,7
12	MIST (0)	1200 (+1,68)	35 (0)	52,6	47,4
13	MIST (0)	600 (0)	18 (-1,68)	59,1	43,1
14	MIST (0)	600 (0)	52 (+1,68)	54,2	44,1
15	MIST (0)	600 (0)	35 (0)	59,4	53,2
16	MIST (0)	600 (0)	35 (0)	57,4	46,5
17	MIST (0)	600 (0)	35 (0)	51,1	48,2

^a CEL= Cellulase Onozuka R-10
 PEC= Pectinex AFPL-3 Novozymes
 MIST=Mistura 1:1 das duas enzimas

Nas Tabelas 8 e 9 encontram-se os resultados da análise de variância para o segundo planejamento. Pode-se dizer que os modelos são válidos estatisticamente, pois o $F_{\text{calculado}}$ apresentou-se 14,5 e 11,7 vezes maior que o F_{tabelado} , para o caso da regressão em relação aos resíduos, no planejamento analisado. A equação 2 (a e b) apresenta os modelos codificados para a redução da viscosidade e teor de polpa do segundo planejamento, respectivamente. Verificou-se um bom ajuste entre os valores observados experimentalmente ao modelo proposto. A análise estatística confirma que a quantidade de enzima e a temperatura, nos intervalos utilizados, não afetam as reduções de viscosidade e teor de polpa, para o sistema estudado.

Tabela 8: Análise de variância para o segundo planejamento fatorial, utilizando a redução da viscosidade como resposta

Fonte de Variação	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F _{calculado}
Regressão	6357,318	2	3178,659	39,51
Resíduo	1126,205	14	80,4432	
Falta de Ajuste	1088,711	12		
Erro Puro	37,494	2		
Total	7483,523	16		

R=0,92; F_{tabelado 2;14}=2,73

Tabela 9: Análise de variância para o segundo planejamento fatorial, utilizando a redução do teor de polpa como resposta

Fonte de Variação	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F _{calculado}
Regressão	2299,879	2	1149,939	32,02
Resíduo	502,8140	14	35,9153	
Falta de ajuste	478,762	12		
Erro puro	24,052	2		
Total	2802,693	16		

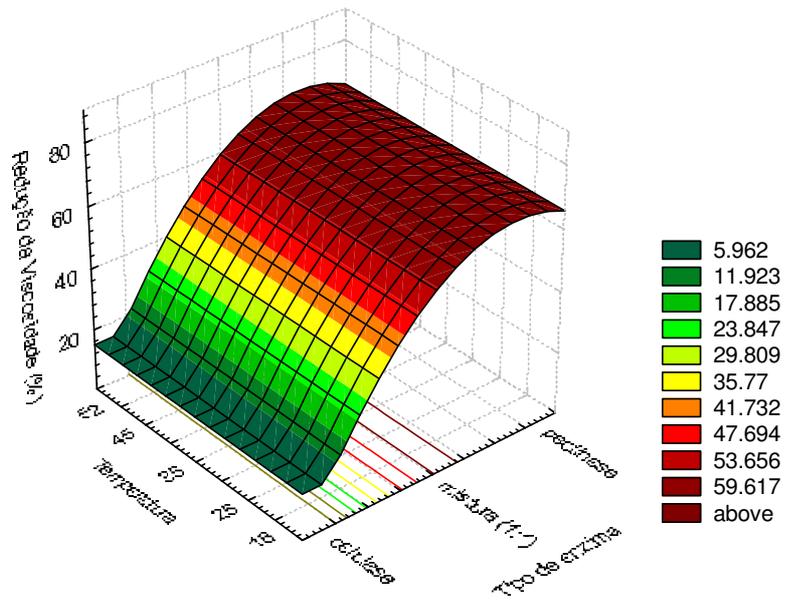
R=0,91; F_{tabelado 2;14} = 2,73

$$RV = 53,21866 + 20,08364.TE - 8,1096.TE^2 \quad (\text{Equação 2a})$$

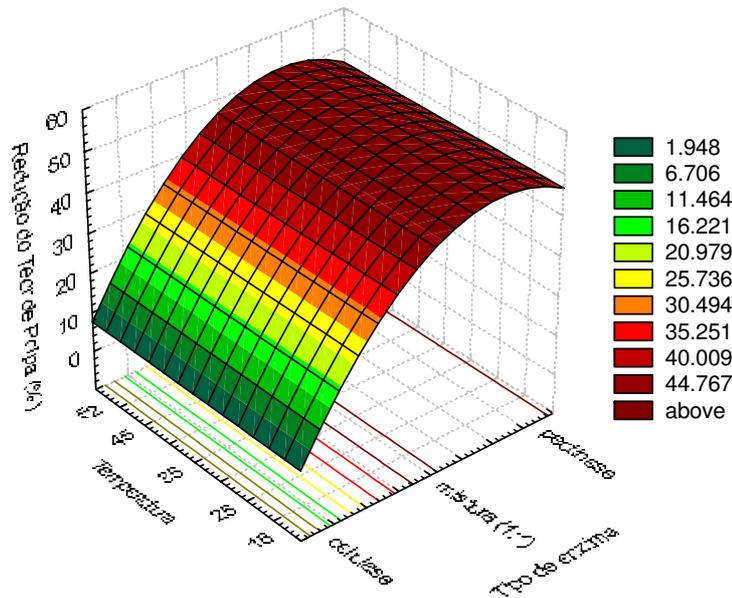
$$RP = 43,71827 + 11,69231.TE - 5,786.TE^2 \quad (\text{Equação 2b})$$

onde, RV= redução da viscosidade; TE= tipo de enzima; RP= redução do teor de polpa.

Os modelos empíricos permitiram a construção das superfícies de resposta, apresentadas na Figura 5 (a e b). Pode-se observar nitidamente na Figura 5 que a temperatura, na faixa estudada, não influencia na redução da viscosidade e na redução do teor de polpa. O tipo de enzima utilizado é a variável que mais têm influência na redução da viscosidade e teor de polpa. No primeiro e segundo planejamentos a enzima utilizada que forneceu as maiores reduções na viscosidade e no teor de polpa foi a pectinase Pectinex AFP L-3 (Novozymes).



(a)



(b)

Figura 5: Superfície de resposta: (a) Redução da Viscosidade e (b) Redução do Teor de polpa

Este resultado é razoável uma vez que a enzima comercial Pectinex já contém uma certa quantidade de celulasas, sendo provavelmente suficiente para melhorar a extração de suco e retenção de polpa, e a adição de mais celulase não afetaria o desempenho do processo. A ação de celulase isolada, provavelmente não é capaz de proporcionar grandes reduções de viscosidade e do teor de polpa uma vez que esta estaria agindo mais no rompimento das paredes celulares do que na redução do tamanho de cadeias poliméricas que dão viscosidade e o teor de polpa do suco. As pectinas seriam os componentes que mais afetam estes parâmetros e conseqüentemente estes serão mais influenciados pelas pectinases (VÁMOS-VIGYÁZÓ, 1981; CLEMENTE e PASTORE, 1998; da SILVA *et al.*, 1997).

Baseado nos resultados do primeiro e segundo planejamentos, um terceiro planejamento de experimentos foi realizado com o objetivo de avaliar a utilização de uma terceira enzima comercial baseada em pectinase (Pectinex Ultra SP WOP). A Tabela 10 apresenta a matriz do terceiro planejamento experimental realizado e as respectivas respostas de redução de viscosidade e redução do teor de polpa. Neste terceiro planejamento as maiores reduções de viscosidade e teor de polpa foram obtidos nos ensaios 9, 10 e 11, que correspondem ao ponto central do planejamento, nos quais a temperatura utilizada foi de 35°C.

Tabela 10: Matriz do terceiro planejamento experimental (valores reais e codificados) com as respostas de redução porcentual da viscosidade e teor de polpa

Ensaio	Concentração de enzima* (ppm)	Temperatura (°C)	Redução da Viscosidade (%)	Redução do Teor de Polpa (%)
1	240 (-1)	25 (-1)	50,9	45,6
2	960 (+1)	25 (-1)	50,9	44,9
3	240 (-1)	45 (+1)	50,3	39,6
4	960 (+1)	45 (+1)	52,5	39,6
5	95 (-1,41)	35 (0)	54,6	47,6
6	1100 (+1,41)	35 (0)	54,6	47,6
7	600 (0)	21 (-1,41)	50,7	40,7
8	600 (0)	49 (+1,41)	52,5	39,2
9	600 (0)	35 (0)	55,1	47,2
10	600 (0)	35 (0)	54,6	47,4
11	600 (0)	35 (0)	55,9	48,4

* Enzima Pectinex Ultra SP WOP

Nas Tabelas 11 e 12 encontram-se os resultados da análise de variância. Pode-se constatar que os modelos são válidos estatisticamente, pois o $F_{\text{calculado}}$ apresentou-se 2,9 e 7,0 vezes maior que o F_{tabelado} , para o caso da regressão em relação aos resíduos, no planejamento analisado, respectivamente. As equações 3 (a e b) apresentam os modelos codificados para a redução da viscosidade e teor de polpa, respectivamente. Verificou-se um bom ajuste entre os valores observados experimentalmente ao modelo proposto. A análise estatística demonstra que para este tipo de complexo enzimático a temperatura tem efeito significativo na redução de viscosidade e teor de polpa.

Tabela 11: Análise de variância do terceiro planejamento fatorial, utilizando a redução da viscosidade como resposta

Fonte de Variação	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	$F_{\text{calculado}}$
Regressão	26,29235	1	26,29	14,81
Resíduo	15,97394	9	1,77	
Falta de Ajuste	15,06654	7		
Erro Puro	0,90740	2		
Total	42,26629	10		

$R=0,79$; $F_{\text{tabelado } 1;9}= 5,12$

Tabela 12: Análise de Variância do terceiro planejamento fatorial, utilizando a redução do teor de polpa como resposta

Fonte de Variação	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	$F_{\text{calculado}}$
Regressão	126,1689	2	63,08	31,59
Resíduo	15,9791	8	1,99	
Falta de Ajuste	15,1708	6		
Erro Puro	0,8083	2		
Total	142,1480	10		

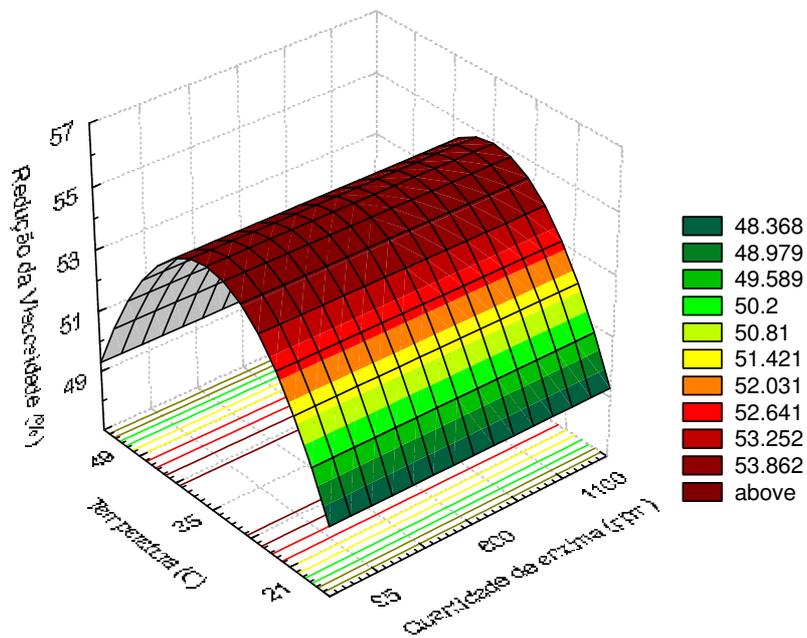
$R=0,94$; $F_{\text{tabelado } 2;8}= 4,46$

$$RV = 54,47270 - 2,07246.T^2 \quad (\text{Equação 3a})$$

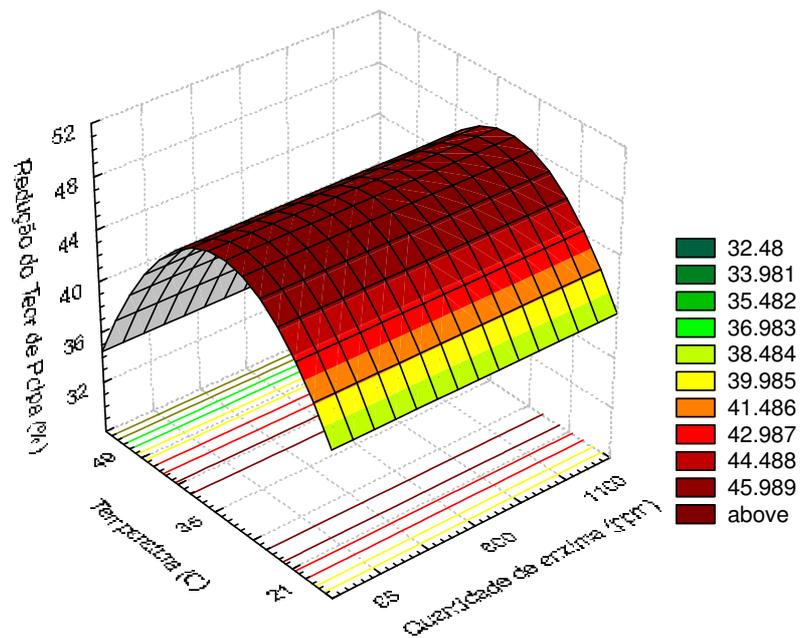
$$RP = 47,33412 - 1,66801.T - 4,12137.T^2 \quad (\text{Equação 3b})$$

onde, RV= redução da viscosidade; RP= redução do teor de polpa, T = temperatura.

Os modelos permitiram a construção das superfícies de resposta, apresentadas na Figura 6 (a e b). As superfícies de resposta mostram claramente que a quantidade de enzima não influencia na resposta viscosidade e teor de polpa, ao contrário da temperatura. A faixa de temperatura próxima à região do ponto central permite se obter as maiores reduções na viscosidade e teor de polpa.



(a)



(b)

Figura 6: Superfície de resposta: (a) Redução da Viscosidade e (b) Redução do Teor de polpa

O processo de hidrólise utilizando Pectinex AFP L-3 a 25°C por 60 minutos, apresentou os melhores resultados na redução de viscosidade (68%) e na redução de polpa (48%), quando comparado com a enzima Pectinex Ultra SP WOP, que forneceu reduções de 56% e 48%, para a viscosidade e para o teor de polpa, respectivamente. Os experimentos utilizando a celulase Onozuka R-10 permitiram obter uma redução de apenas 35% na viscosidade e 20% no teor de polpa. Os resultados mostraram-se superiores a alguns resultados encontrados na literatura, como os obtidos por SILVA *et al.* (2003), que obtiveram uma redução de 43% na viscosidade aparente e 32% no teor de polpa para o suco de maracujá utilizando pectinases.

A Tabela 13 apresenta os valores de redução porcentual da viscosidade e do teor de polpa em função da temperatura, utilizando enzima Pectinex AFP L-3 por 60 minutos. Verificou-se, através do teste de Tukey, que não existe diferença estatisticamente significativa a 95% de confiança entre as reduções da viscosidade e de polpa a diferentes temperaturas. Desta forma, optou-se pela realização do tratamento enzimático com 240 ppm de Pectinex AFP L-3 a 25°C.

Tabela 13: Valores de redução (%) da viscosidade e do teor de polpa, em função da temperatura, médias e desvios padrão referentes a cada ensaio

Temperatura (°C)	Redução de Viscosidade (%)*	Desvio Padrão	Redução do Teor de Polpa (%)*	Desvio Padrão
25	57,16 ^a	7,60	44,43 ^a	5,16
35	57,14 ^a	6,49	44,76 ^a	2,91
45	56,71 ^a	6,23	44,04 ^a	2,93

Médias marcadas com letras iguais na mesma coluna não diferem significativamente entre si ($p \leq 0,05$) pelo teste de Tukey.

Os resultados médios dos parâmetros físico-químicos da polpa bruta e tratada enzimaticamente e seus desvios padrão, encontram-se na Tabela 14. Estes resultados mostram que o tratamento enzimático é eficaz para a redução do teor de polpa, viscosidade e turbidez da polpa de pêssego. Em alguns parâmetros não houve uma distinção característica em blocos através do teste de Tukey, mostrando que não houve separação nítida dos resultados para as diferentes polpas.

Tabela 14: Valores dos resultados médios dos parâmetros físico-químicos e desvios padrão

Parâmetro	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4
pH	4,29 ^a ± 0,03	4,05 ^{bc} ± 0,02	4,12 ^b ± 0,02	4,02 ^c ± 0,06
Sólidos solúveis totais (°Brix)	10,4 ^b ± 0,5	10,9 ^b ± 0,1	10,8 ^b ± 0,1	11,8 ^a ± 0,1
Acidez total (ác. málico, %)	0,26 ^b ± 0,01	0,27 ^{bd} ± 0,01	0,33 ^a ± 0,03	0,31 ^{da} ± 0,02
Turbidez (NTU)	1436 ^a ± 156	1466 ^a ± 136	629 ^b ± 110	604 ^b ± 110
Viscosidade (cP)	4,12 ^a ± 0,33	4,39 ^a ± 0,19	1,60 ^b ± 0,06	1,93 ^b ± 0,01
Sólidos Solúveis (%)	10,84 ^a ± 0,45	11,45 ^a ± 0,26	10,65 ^a ± 0,87	11,40 ^a ± 0,51
Açúcares redutores (%)	1,52 ^b ± 0,06	2,54 ^{abc} ± 0,25	1,79 ^{cb} ± 0,46	3,04 ^a ± 0,42
Açúcar não redutor (%)	1,86 ^{ab} ± 0,24	2,04 ^a ± 0,40	1,95 ^a ± 0,53	0,84 ^b ± 0,34
Teor de Polpa (%)	41,76 ^b ± 2,81	71,43 ^a ± 4,08	22,71 ^c ± 2,43	25,16 ^c ± 1,98

Amostras 1 e 2: polpas de diferentes variedades não tratadas enzimaticamente.

Amostras 3 e 4: amostras das polpas 1 e 2 tratadas enzimaticamente, respectivamente.

* Médias marcadas com letras diferentes em uma mesma linha diferem significativamente entre si ($p \leq 0,05$) pelo teste de Tukey.

A inativação enzimática não foi eficaz na redução da atividade da celulase a 95% de confiança. Quanto à inativação das enzimas pectinases, a condição de temperatura de 90°C por 35 minutos foi a que apresentou os melhores resultados na redução de sua atividade (78%). Por esta ser a condição máxima usada, optou-se pela não realização do processo de

inativação, evitando assim uma possível alteração nas características nutricionais da polpa de pêssego, devido à exposição à alta temperatura por longo tempo.

4.2 Tratamento com Membranas

A matriz do planejamento experimental realizado e as respectivas respostas, encontram-se na Tabela 15. Através da análise estatística pode-se observar que nenhuma das variáveis independentes em estudo apresentou efeito significativo a 95% de confiança sobre o fluxo, conforme pode ser visto na Figura 7. Utilizando-se a turbidez como resposta, o diâmetro médio de poros da membrana foi significativo a 95% de confiança, como observado na Figura 8. Este resultado é esperado, uma vez que um maior diâmetro de poros permite a passagem de mais material particulado, levando ao aumento da turbidez do permeado. Como na faixa investigada a vazão não foi significativa e foi difícil de ser controlada durante o processo, devido ao alto teor de sólidos em suspensão da polpa, optou-se pela realização da análise dos resultados de fluxo e turbidez médios obtidos nos mesmos níveis de temperatura e diâmetro de poros, mas em diferentes vazões. A Tabela 16 apresenta a matriz do planejamento experimental com as médias dos ensaios.

Tabela 15: Matriz do planejamento experimental (valores reais e codificados) com as respostas de redução na turbidez e fluxo de permeado

Ensaio	Poros (μm)	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	Vazão (L/min)	Turbidez (NTU) ^{a,b}	Fluxo (L/m ² .h) ^b
1	0,2 (-1)	25 (-1)	0,6 (-1)	0,44	10,3
2	0,8 (1)	25 (-1)	0,6 (-1)	3,17	13,6
3	0,2 (-1)	35 (1)	0,6 (-1)	0,22	10,3
4	0,8 (1)	35 (1)	0,6 (-1)	1,54	10,2
5	0,2 (-1)	25 (-1)	1,4 (1)	0,44	13,6
6	0,8 (1)	25 (-1)	1,4 (1)	1,57	10,1
7	0,2 (-1)	35 (1)	1,4 (1)	0,37	11,7
8	0,8 (1)	35 (1)	1,4 (1)	1,74	10,9
9	0,45 (0)	30 (0)	1,0 (0)	1,50	8,8
10	0,45 (0)	30 (0)	1,0 (0)	1,83	7,0
11	0,45 (0)	30 (0)	1,0 (0)	1,94	8,5

^aTurbidez da polpa na alimentação = 1132 NTU

^bTurbidez e fluxo após 120 minutos de operação

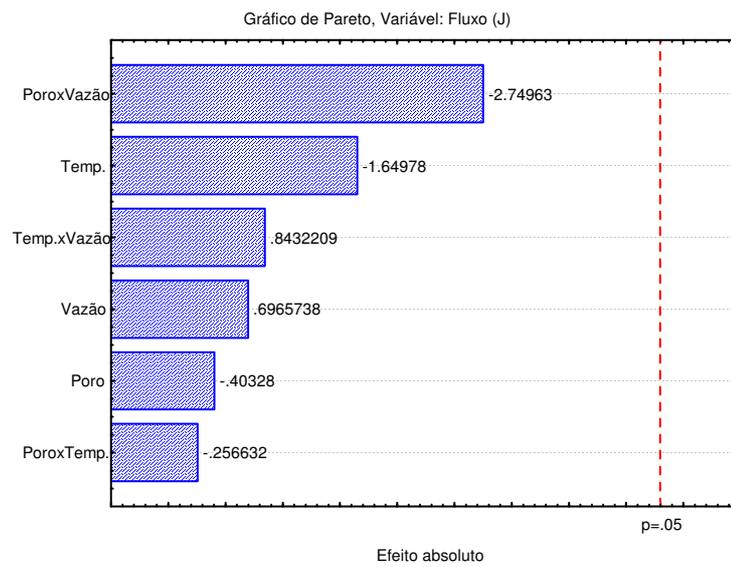


Figura 7: Efeitos das variáveis manipuladas sobre o fluxo de permeado

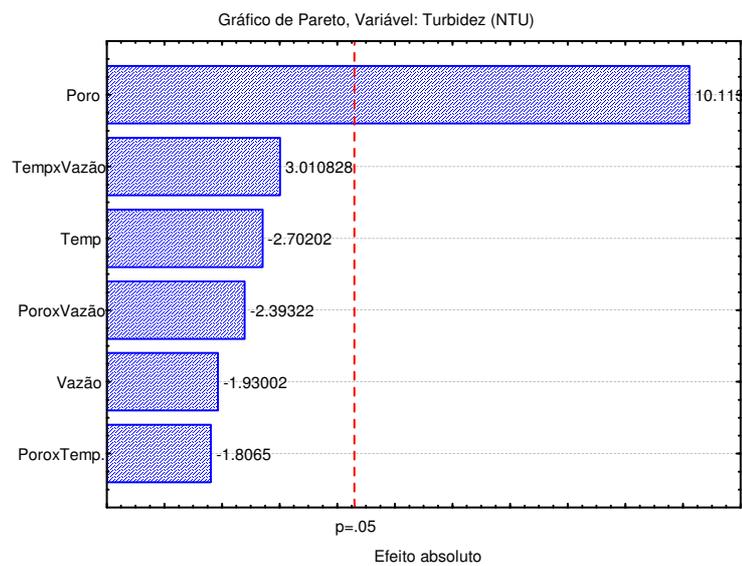


Figura 8: Efeitos das variáveis manipuladas sobre a turbidez do permeado

Tabela 16: Matriz do planejamento experimental (valores reais e codificados)

Ensaio	Poros (μm)	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	Turbidez (NTU) ^{a,b}	Fluxo ($\text{L}/\text{m}^2\cdot\text{h}$) ^a
1	0,2 (-1)	25 (-1)	0,44	11,95
2	0,8 (1)	25 (-1)	2,37	11,85
3	0,2 (-1)	35 (1)	0,295	11,00
4	0,8 (1)	35 (1)	1,64	10,55
5	0,45 (0)	30 (0)	1,50	8,8
6	0,45 (0)	30 (0)	1,83	7,0
7	0,45 (0)	30 (0)	1,94	8,5

^aTurbidez da polpa na alimentação = 1132 NTU

^bTurbidez e fluxo após 120 minutos de operação

Os resultados da Tabela 16 mostram que o maior fluxo de permeado e menor turbidez foram obtidos nas condições experimentais do ensaio 1. Como estas já constituem as condições de nível inferior das variáveis e uma redução da temperatura não é interessante do ponto de vista prático, optou-se por não realizar um novo planejamento para otimização, mas realizar o teste de permeação com uma membrana mais "fechada", de ultrafiltração com corte de 100.000 Da.

A Figura 9 apresenta o comportamento do fluxo permeado da polpa de pêssigo durante o processamento do suco de pêssigo, em todos os ensaios realizados (Tabela 16). Na Figura 10 encontra-se o comportamento da turbidez do permeado da polpa de pêssigo com o tempo de processamento.

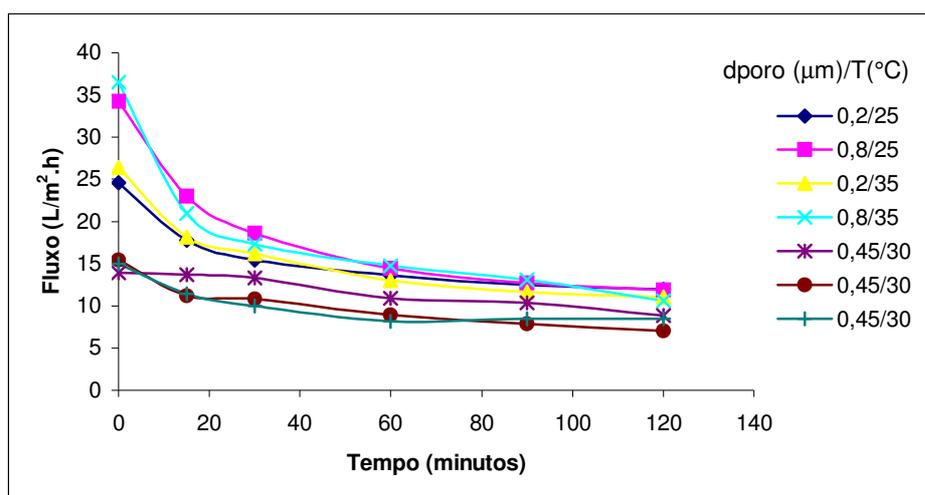


Figura 9: Comportamento do fluxo de permeado durante o processo de microfiltração

Os fluxos de permeado diminuíram com o tempo de processamento em todos os experimentos realizados. A partir de 60 minutos os fluxos tenderam a uma estabilização em valores bastante similares, independentemente das condições utilizadas e de iniciarem em valores distintos. Este comportamento sugere que a resistência da camada de polarização e do “fouling” são mais importantes que a resistência da membrana.

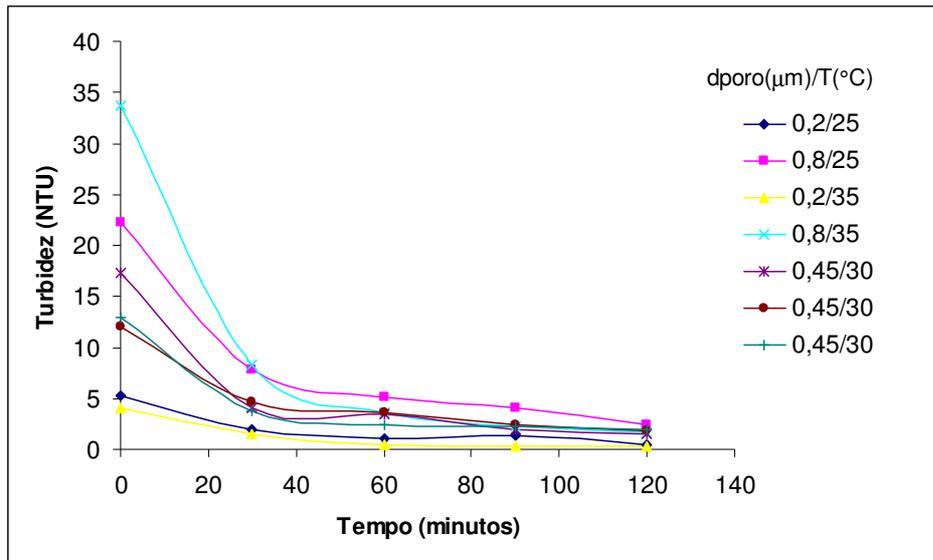


Figura 10: Comportamento da turbidez do permeado durante o processo de microfiltração

Pode-se observar que houve uma diminuição dos valores da turbidez com o tempo de processamento. Como no caso do fluxo de permeado, a turbidez tende à estabilização com o tempo de operação do sistema, sendo que todas as condições tendem a um valor comum de turbidez. Este comportamento também reforça a hipótese de que a resistência da camada de “fouling” seja a mais importante resistência ao transporte que a resistência de membrana. A torta formada na superfície da membrana levaria ao aumento de rejeição e conseqüente diminuição de turbidez do permeado.

O comportamento do fluxo permeado e da turbidez do permeado no processamento de ultrafiltração em escala de bancada encontram-se nas Figuras 11 e 12, respectivamente.

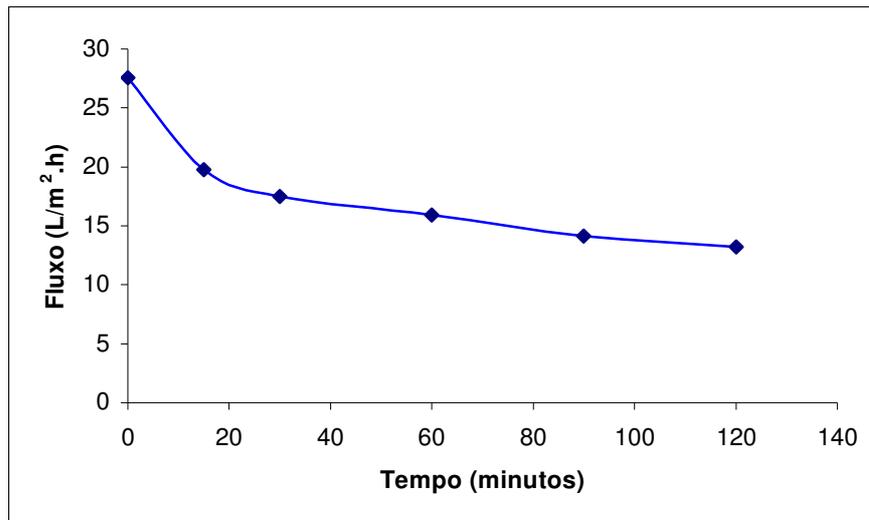


Figura 11: Comportamento do fluxo de permeado durante o processo de ultrafiltração

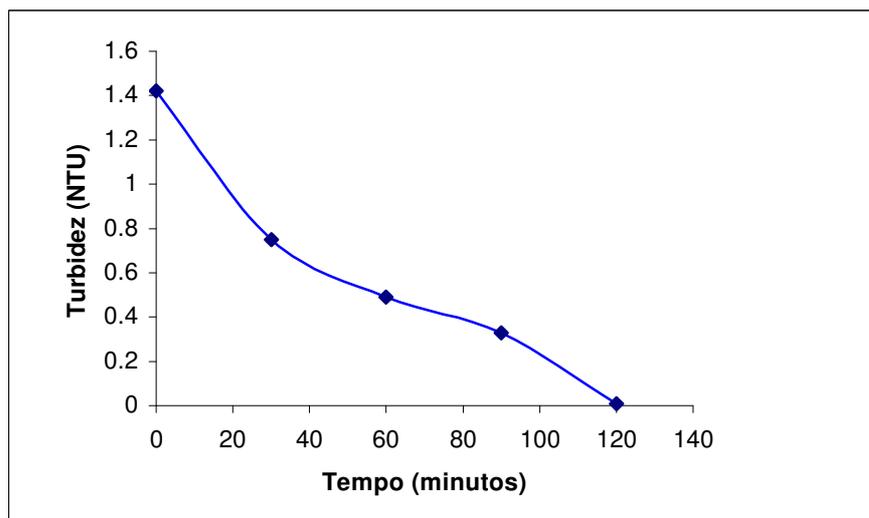


Figura 12: Comportamento da turbidez do permeado durante o processo de ultrafiltração

No caso da ultrafiltração com membrana de 100.000 Da nas melhores condições (25°C e 0,5 kgf/cm²) o fluxo de permeado apresentou o mesmo comportamento do planejamento. O fluxo diminuiu com o tempo de processamento tendendo a uma estabilização, em valor próximo aos obtidos com as membranas de MF. No entanto, a queda de fluxo é menor do que nos casos das membranas de MF, sugerindo uma menor ocorrência do fenômeno do “fouling”, principalmente aquele relacionado ao bloqueio ou entupimento dos poros por partículas de mesmo tamanho que os poros da membrana. A

turbidez iniciou com valor mais baixo (1,4 NTU) e sua queda foi expressiva quando comparada aos valores de queda da turbidez do processamento de MF. Esta redução da turbidez ao longo da operação, conforme já comentado, está relacionada ao aparecimento de uma nova camada de resistência ao transporte. Esta é formada pelo acúmulo de material particulado na superfície da membrana, o que acaba aumentando sua rejeição.

Os resultados médios de cada parâmetro físico-químico da alimentação e permeado do ensaio 1, definido como uma das melhores condições, em termos de fluxo e turbidez, e seus desvios padrão encontram-se na Tabela 17. As análises físico-químicas foram realizadas também na alimentação e permeado do ponto central pois este representa o nível médio dos parâmetros estudados. Os resultados destas análises encontram-se na Tabela 18.

Tabela 17: Resultados médios dos parâmetros físico-químicos e desvios padrão (ensaio 1)

Parâmetro	Alimentação	Permeado
pH	4,06 ^a ±0,56	3,72 ^a ±0,54
Sólidos solúveis totais (°Brix)	8,2 ^a ±0,3	8,2 ^a ±0,3
Turbidez (NTU)	1411 ^a ±25	0,44 ^b ±0,04
Viscosidade (cP)	1,64 ^a ±0,02	1,37 ^b ±0,02
Açúcares redutores (%)	2,86 ^a ±0,22	1,02 ^b ±0,08
Açúcar não-redutor (%)	0,86 ^a ±0,28	1,75 ^a ±1,14
Absorbância (500nm)**	0,723	0,047

Alimentação: polpa tratada enzimaticamente

Permeado: suco clarificado

* Médias marcadas com letras diferentes em uma mesma linha diferem significativamente entre si ($p \leq 0,05$) pelo teste de Tukey.

**A leitura da absorbância foi realizada uma única vez

Observa-se que a microfiltração é eficaz para a redução da turbidez do suco de pêssago tratado enzimaticamente, verificando uma redução de 99,9% e 99,8%, para o ensaio 1 e os ensaios dos pontos centrais, respectivamente. Observou-se também apenas uma pequena redução na viscosidade, possivelmente devido ao fato das moléculas responsáveis pela viscosidade do suco não terem sido retidas no processo. A absorbância do suco foi reduzida em torno de 93,5% no ensaio 1 e 92,8% nos ensaios dos pontos centrais, quando comparada com a alimentação, seguindo o comportamento da turbidez conforme o esperado. Com a microfiltração não houve diferença significativa, no suco, em

relação às quantidades de açúcar não-redutor, sólidos solúveis totais e pH. Os resultados de açúcares redutores mostraram que houve diferença significativa a 95% de confiança entre a alimentação e o permeado, indicando que a membrana reteve alguns açúcares durante o processo, provavelmente por adsorção no material particulado retido na superfície da membrana.

Tabela 18: Resultados médios dos parâmetros físico-químicos e desvios padrão (pontos centrais)

Parâmetro	Alimentação	Permeado
pH	4,05 ^a ±0,11	3,96 ^a ±0,06
Sólidos solúveis totais (°Brix)	9,1 ^a ±0,7	8,9 ^a ±0,3
Turbidez (NTU)	1146 ^a ±181	1,76 ^b ±0,20
Viscosidade (cP)	1,59 ^a ±0,06	1,36 ^b ±0,02
Açúcares redutores (%)	2,42 ^a ±0,24	2,17 ^b ±0,23
Açúcar não-redutor (%)	1,47 ^a ±0,62	1,75 ^a ±0,44
Absorbância (500nm)**	0,935	0,067

Alimentação: polpa tratada enzimaticamente

Permeado: suco clarificado

* Médias marcadas com letras diferentes em uma mesma linha diferem significativamente entre si ($p \leq 0,05$) pelo teste de Tukey.

**A leitura da absorbância foi realizada uma única vez

A Tabela 19 apresenta os resultados médios de cada parâmetro físico-químico entre os permeados de todos os ensaios realizados e seus desvios padrão. Observa-se que durante a microfiltração, o único parâmetro físico-químico que não apresentou diferença estatisticamente significativa entre as diferentes condições dos ensaios foi o açúcar não redutor. Os demais parâmetros apresentaram diferenças significativas a 95% de confiança.

As diferenças observadas na turbidez (e na absorbância a 500 nm) são devidas à diferença de diâmetro de poros. Pode-se notar claramente que as membranas com maiores diâmetros de poros forneceram permeados com maior turbidez, conforme o esperado. Este resultado foi confirmado pela análise estatística, apresentada na Figura 10.

Tabela 19: Resultados médios dos parâmetros físico-químicos e desvios padrão (comparação dos permeados dos ensaios)

Parâmetro	Permeado 1	Permeado 2	Permeado 3	Permeado 4	Permeado 5
pH	3,72 ^a ±0,54	4,31 ^{bc} ±0,05	4,33 ^b ±0,04	3,88 ^a ±0,08	3,96 ^{ac} ±0,06
Sólidos solúveis totais (°Brix)	8,2 ^{ac} ±0,3	7,1 ^{bd} ±1,1	8,0 ^{abcd} ±0,4	7,5 ^{cd} ±0,8	8,9 ^a ±0,3
Turbidez (NTU)	0,44 ^b ±0,04	2,37 ^a ±0,88	0,29 ^b ±0,09	1,64 ^c ±0,11	1,76 ^c ±0,20
Viscosidade (cP)	1,36 ^{ac} ±0,02	1,35 ^a ±0,01	1,40 ^{cb} ±0,04	1,42 ^b ±0,02	1,36 ^{ae} ±0,02
Açúcares redutores (%)	1,02 ^a ±0,08	1,34 ^a ±0,28	2,28 ^b ±0,38	2,22 ^b ±0,26	2,17 ^b ±0,23
Açúcar não-redutor (%)	1,75 ^a ±1,14	1,92 ^a ±1,20	1,34 ^a ±0,36	1,48 ^a ±0,46	1,75 ^a ±0,44
Absorbância (500nm)	0,047	0,058	0,063	0,056	0,064

Permeado 1, 2, 3 e 4: Permeado dos ensaios 1, 2, 3 e 4, respectivamente; o permeado 5 representa a triplicata do ponto central.

* Médias marcadas com letras diferentes em uma mesma linha diferem significativamente entre si ($p \leq 0,05$) pelo teste de Tukey.

Os resultados médios dos parâmetros físico-químicos dos permeados do processo de microfiltração e do permeado de ultrafiltração, em escala de bancada, encontram-se na Tabela 20.

Tabela 20: Resultados médios dos parâmetros físico-químicos e desvios padrão da microfiltração e ultrafiltração (25°C e 0,5 kgf/cm²) em escala de bancada.

Parâmetro	Permeado 1	Permeado 2	Permeado 3
pH	3,72 ^a ±0,54	4,02 ^a ±0,01	3,98 ^a ±0,01
Sólidos solúveis totais (°Brix)	8,2 ^a ±0,3	8,8 ^b ±0,2	8,3 ^{ab} ±0,3
Turbidez (NTU)	0,44 ^a ±0,04	0,46 ^a ±0,03	0,01 ^b ±0,01
Viscosidade (cP)	1,37 ^a ±0,02	1,32 ^b ±0,01	1,39 ^a ±0,02
Açúcares redutores (%)	1,02 ^a ±0,08	1,13 ^a ±0,06	1,04 ^a ±0,15
Açúcar não-redutor (%)	1,75 ^a ±1,14	2,23 ^a ±1,08	2,95 ^a ±0,79
Absorbância (500nm)	0,047	0,061	0,068

Permeado 1: permeado polpa Mais Fruta[®] (MF);

Permeado 2: permeado polpa cultivar chiripá (MF);

Permeado 3: permeado polpa Mais Fruta[®] (UF).

* Médias marcadas com letras diferentes em uma mesma linha diferem significativamente entre si ($p \leq 0,05$) pelo teste de Tukey.

De acordo com a Tabela 20 os parâmetros físico-químicos: pH, açúcares redutores e açúcar não redutor não apresentaram diferença significativa a 95% de confiança. A diferença observada entre as amostras 1 e 2, no parâmetro físico-químico sólidos solúveis totais mostra-se compreensível já que se tratam de variedades diferentes de polpa de pêssego. A turbidez mostrou-se menor para o permeado ultrafiltrado indicando que uma membrana de menor diâmetro de poro estaria retendo maior quantidade de partículas.

As estratégias de limpeza utilizadas não se mostraram eficazes na recuperação dos fluxos de água das membranas de microfiltração (0,2; 0,45 e 0,8 μm) que se mantiveram em torno de 10% dos fluxos de água antes da sua utilização. Para o processo de ultrafiltração (100.000 Da) a membrana obteve uma recuperação no fluxo de água de 28%. O baixo fluxo obtido no processo de MF pode ser devido ao entupimento dos poros da membrana, em consequência ao alto conteúdo de partículas sólidas de alto massa molar da alimentação. Este efeito ocorreu com menor grau na membrana de UF pois o diâmetro de poros da membrana é menor, diminuindo o grau de bloqueio dos poros pelas partículas da polpa.

O comportamento dos fluxos de permeado da polpa de pêssego dos quatro sistemas realizados durante o processamento do suco de pêssego na unidade-piloto da EMBRAPA – CTAA encontram-se na Figura 13.

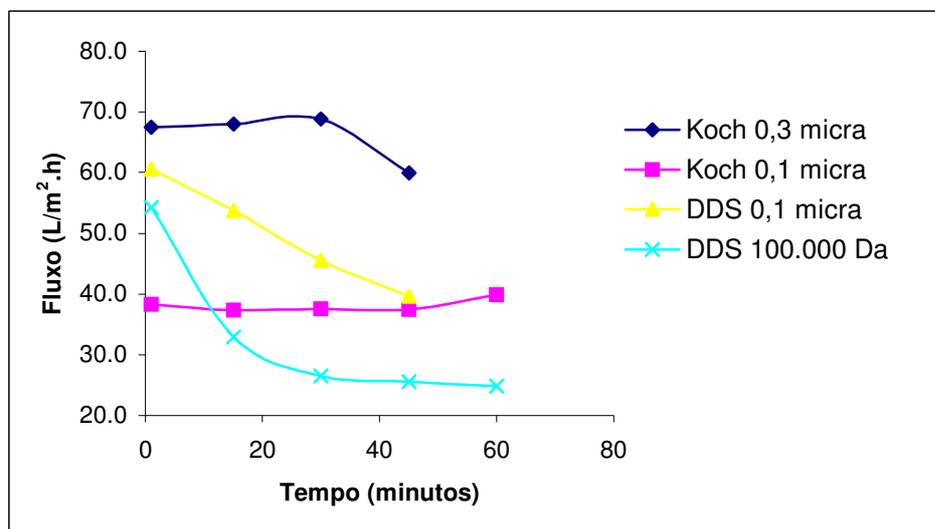


Figura 13: Comportamento do fluxo permeado durante o processamento em unidade-piloto

Observa-se que o sistema DDS apresentou um comportamento de fluxo de permeado decrescente com o tempo de processamento, atingindo inclusive valores de fluxo de permeado semelhantes aos obtidos no sistema em bancada, como no caso da

membrana de 100.000 Da. No sistema Koch, porém, manteve-se um fluxo de permeado praticamente constante. Esta diferença se deve possivelmente às diferenças nas condições de escoamento da alimentação dos dois módulos. No módulo DDS, tipo placa e quadro, o escoamento é ruim, como no módulo de bancada, possibilitando um maior efeito de polarização de concentração pelo acúmulo de material particulado na superfície da membrana. No módulo Koch, que utiliza membranas tubulares, o escoamento é melhor, favorecendo a redução da camada de polarização e, conseqüentemente, mantendo-se o fluxo de permeado ao longo de todo o processo.

As Tabelas 21 e 22 apresentam os resultados médios dos parâmetros físico-químicos das amostras dos diferentes sistemas realizados na unidade-piloto da EMBRAPA – CTAA e seus desvios padrão. Pode-se observar que as características da polpa na alimentação do sistema piloto foram bem similares às da polpa utilizada no sistema em bancada, apesar de diferenças de lotes.

Tabela 21: Valores dos resultados médios dos parâmetros físico-químicos e desvios padrão (Sistema DDS 0,1 μ m)

Parâmetro	Suco Integral	Centrifugado	Alimentação	Retido	Permeado
pH	3,77 ^a \pm 0,09	3,80 ^a \pm 0,09	3,56 ^b \pm 0,04	3,53 ^b \pm 0,05	3,60 ^b \pm 0,05
Sólidos solúveis totais (^o Brix)	10,4 ^a \pm 0,4	10,2 ^a \pm 0,5	10,1 ^a \pm 0,4	10,8 ^a \pm 0,8	8,0 ^b \pm 0,4
Acidez (ác. málico %)	0,32 ^a \pm 0,03	0,30 ^a \pm 0,01	0,38 ^b \pm 0,02	0,38 ^b \pm 0,02	0,29 ^a \pm 0,00
Turbidez (NTU)	1361 ^a \pm 133	1451 ^a \pm 84	1399 ^a \pm 89	1249 ^a \pm 161	0,5 ^b \pm 0,1
Teor de polpa (%)	41,4 ^a \pm 0,5	20,6 ^c \pm 3,4	11,2 ^b \pm 2,3	23,8 ^c \pm 6,7	—
Viscosidade (cP)	7,08 ^a \pm 0,54	5,91 ^c \pm 0,30	1,40 ^b \pm 0,01	1,44 ^b \pm 0,02	1,28 ^b \pm 0,02
Açúcares redutores (%)	2,43 ^a \pm 0,24	2,93 ^b \pm 0,22	2,96 ^b \pm 0,18	2,96 ^b \pm 0,16	2,06 ^a \pm 0,12
Açúcar não redutor (%)	2,16 ^a \pm 0,28	2,74 ^{ac} \pm 0,18	3,72 ^{bc} \pm 0,11	1,88 ^a \pm 0,81	2,08 ^a \pm 0,48
Cor L	9,48 ^a \pm 0,95	14,42 ^e \pm 0,43	17,12 ^b \pm 0,70	4,66 ^c \pm 0,66	98,29 ^d \pm 0,24
Cor a	6,37 ^a \pm 0,13	3,53 ^e \pm 0,14	2,61 ^b \pm 0,18	9,89 ^c \pm 0,80	-1,02 ^d \pm 0,23
Cor b	6,34 ^a \pm 0,78	8,96 ^e \pm 0,22	9,45 ^b \pm 0,26	2,35 ^c \pm 0,73	5,06 ^d \pm 0,25
Cor "haze"	97,16 ^a \pm 5,58	97,98 ^a \pm 0,51	96,69 ^a \pm 0,55	98,95 ^a \pm 1,30	9,64 ^b \pm 0,79

* Médias marcadas com letras diferentes em uma mesma linha diferem significativamente entre si ($p \leq 0,05$) pelo teste de Tukey.

Tabela 22: Valores dos resultados médios dos parâmetros físico-químicos e desvios padrão (Sistema DDS 100.000 Da)

Parâmetro	Suco Integral	Centrifugado	Alimentação	Retido	Permeado
pH	3,71 ^a ±0,04	3,73 ^a ±0,04	3,49 ^b ±0,02	3,46 ^b ±0,04	3,50 ^b ±0,03
Sólidos solúveis totais (°Brix)	10,8 ^a ±0,3	10,0 ^b ±0,1	10,2 ^b ±0,2	9,8 ^b ±0,3	8,2 ^c ±0,3
Acidez (ác. málico %)	0,29 ^a ±0,03	0,29 ^a ±0,01	0,37 ^{bc} ±0,03	0,33 ^{ac} ±0,03	0,29 ^a ±0,03
Turbidez (NTU)	1353 ^a ±101	1467 ^a ±13	1419 ^a ±61	1381 ^a ±190	0,9 ^b ±0,1
Teor de polpa (%)	38,8 ^a ±0,7	19,9 ^d ±1,6	11,2 ^b ±0,8	16,8 ^c ±1,1	—
Viscosidade (cP)	6,42 ^a ±0,23	5,58 ^b ±0,31	1,36 ^c ±0,03	1,34 ^c ±0,01	1,26 ^c ±0,54
Açúcares redutores (%)	2,55 ^a ±0,30	2,78 ^a ±0,24	2,92 ^a ±0,16	2,40 ^a ±0,31	1,54 ^b ±0,24
Açúcar não redutor (%)	2,42 ^a ±0,41	2,78 ^a ±0,23	2,64 ^a ±0,34	2,79 ^a ±0,23	1,36 ^b ±0,21
Cor L	7,63 ^a ±1,00	14,81 ^b ±1,34	16,24 ^b ±1,01	12,88 ^b ±2,16	94,27 ^c ±5,01
Cor a	4,11 ^a ±0,26	2,00 ^c ±0,25	1,74 ^c ±0,30	2,29 ^c ±0,78	-0,24 ^b ±0,34
Cor b	4,67 ^a ±1,10	9,24 ^b ±0,72	9,66 ^b ±0,34	8,34 ^b ±1,04	6,37 ^a ±2,35
Cor "haze"	97,78 ^a ±0,46	96,98 ^{ad} ±0,57	95,85 ^c ±0,85	96,62 ^{cd} ±0,89	0,59 ^b ±0,41

* Médias marcadas com letras diferentes em uma mesma linha diferem significativamente entre si ($p \leq 0,05$) pelo teste de Tukey.

De acordo com as Tabelas 21 e 22, observa-se que o parâmetro pH nos dois sistemas estudados mostra diferenças significativas a 95% de confiança do suco integral e o suco centrifugado quando comparado com as demais amostras. O permeado da MF apresentou diferença no parâmetro sólido solúveis totais comparando com as demais amostras. No parâmetro turbidez o permeado do sistema DDS MF e DDS UF apresentaram diferença significativa a 95% de confiança quando comparados com as demais amostras, mostrando serem eficientes na redução da turbidez chegando a valores de redução de aproximadamente 100%. Na cor L os permeados para os sistemas de MF e UF apresentaram valores elevados, apresentando índices de cor bem superiores às outras amostras analisadas, mostrando que os permeados têm maiores índices de luminosidade devido à menor turbidez. O parâmetro de cor "a" resultou em um valor negativo para o permeado apresentando uma cor mais verde, as demais amostras apresentaram mais cor vermelha. O retido apresentou características similares ao suco integral.

Os resultados dos valores médios dos parâmetros físico-químicos dos permeados dos quatro sistemas testados na unidade-piloto da EMBRAPA – CTAA e seus desvios padrão encontram-se na Tabela 23. De acordo com a Tabela 23 observa-se que o permeado 1 (Koch - membrana com tamanho de poro 0,3 μm) apresentou a maior turbidez, 2,6 NTU, quando comparado aos demais permeados, conforme o esperado, uma vez que esta membrana possui maior diâmetro médio de poros. O permeado 3 (DDS - membrana com tamanho de poro 0,1 μm) apresentou o menor valor em turbidez, 0,5 NTU. Os permeados 2, 3 e 4 apresentaram menores valores de turbidez, uma vez que foram utilizadas membranas com menor diâmetro de poros. A comparação dos permeados 2 e 4 não mostraram diferença a 95% de confiança, 0,7 NTU (permeado 2) e 0,9 NTU (permeado 4). Em relação à viscosidade e ao parâmetro cor “b” os quatro sistemas não apresentaram diferença estatisticamente significativa a 95% de confiança. Em relação ao parâmetro de cor L existe diferença significativa a 95% de confiança entre o permeado 4 e os demais permeados. O permeado 3 apresentou um valor de cor “a” igual a $-1,02$ mostrando diferença em relação aos demais permeados, apresentando cor mais verde.

Tabela 23: Valores dos resultados médios dos parâmetros físico-químicos e desvios padrão (Comparação dos 4 sistemas)

Parâmetro	Permeado 1	Permeado 2	Permeado 3	Permeado 4
pH	3,57 ^a ±0,04	3,60 ^a ±0,01	3,60 ^a ±0,05	3,50 ^b ±0,03
Sólidos solúveis totais (°Brix)	8,0 ^a ±0,5	7,0 ^b ±0,5	8,0 ^a ±0,4	8,2 ^a ±0,3
Acidez (ác. málico %)	0,32 ^a ±0,03	0,25 ^{bc} ±0,02	0,29 ^{ac} ±0,00	0,29 ^{ac} ±0,03
Turbidez (NTU)	2,6 ^a ±0,1	0,7 ^b ±0,1	0,5 ^c ±0,1	0,9 ^b ±0,1
Viscosidade (cP)	1,27 ^a ±0,02	1,30 ^a ±0,02	1,28 ^a ±0,02	1,26 ^a ±0,05
Açúcares redutores (%)	2,30 ^a ±0,20	1,79 ^{bc} ±0,17	2,06 ^{ac} ±0,12	1,54 ^b ±0,24
Açúcar não redutor (%)	1,40 ^a ±0,08	1,30 ^a ±0,24	2,08 ^b ±0,48	1,36 ^a ±0,21
Cor L	98,26 ^a ±0,15	98,76 ^a ±0,24	98,29 ^a ±0,24	94,27 ^b ±5,01
Cor a	-0,45 ^a ±0,02	-0,40 ^a ±0,13	-1,02 ^b ±0,23	-0,24 ^a ±0,34
Cor b	5,83 ^a ±0,65	4,76 ^a ±0,24	5,06 ^a ±0,25	6,37 ^a ±2,35
Cor "haze"	3,38 ^a ±0,35	2,19 ^a ±1,63	9,64 ^b ±0,79	0,59 ^c ±0,41

Permeado 1 = sistema Koch 0,3 μm ; Permeado 2 = sistema Cerâmica 0,1 μm ; Permeado 3 = sistema DDS 0,1 μm e Permeado 4 = sistema DDS 100 kDa

* Médias marcadas com letras diferentes em uma mesma linha diferem significativamente entre si ($p \leq 0,05$) pelo teste de Tukey.

A Tabela 24 apresenta a comparação do permeado ultrafiltrado em escala de bancada e o permeado ultrafiltrado em escala piloto em valores médios dos parâmetros físico-químicos e respectivos desvios padrão. Observa-se que o pH, os sólidos solúveis e o teor de açúcar não redutor não apresentaram diferença estatisticamente significativa a 95% de confiança entre os dois permeados estudados. Somente a turbidez, o teor de açúcares redutores e a viscosidade mostraram diferença significativa entre os ensaios, embora esta seja bem pequena. Este resultado mostra que o sistema é reprodutível em termos de qualidade do permeado, mesmo com a mudança de escala.

Tabela 24: Valores dos resultados médios dos parâmetros físico-químicos e desvios padrão do permeado ultrafiltrado (escala de bancada e escala piloto).

Parâmetro	Permeado 1	Permeado 2
pH	3,72 ^a ±0,54	3,50 ^a ±0,03
Sólidos solúveis totais (°Brix)	8,2 ^a ±0,3	8,2 ^a ±0,3
Turbidez (NTU)	0,01 ^a ±0,01	0,91 ^b ±0,12
Viscosidade (cP)	1,37 ^a ±0,02	1,26 ^b ±0,05
Açúcares redutores (%)	1,02 ^a ±0,08	1,54 ^b ±0,24
Açúcar não-redutor (%)	1,75 ^a ±1,14	1,36 ^a ±0,21

Permeado 1: escala de bancada; Permeado 2: escala piloto

* Médias marcadas com letras diferentes em uma mesma linha diferem significativamente entre si ($p \leq 0,05$) pelo teste de Tukey.

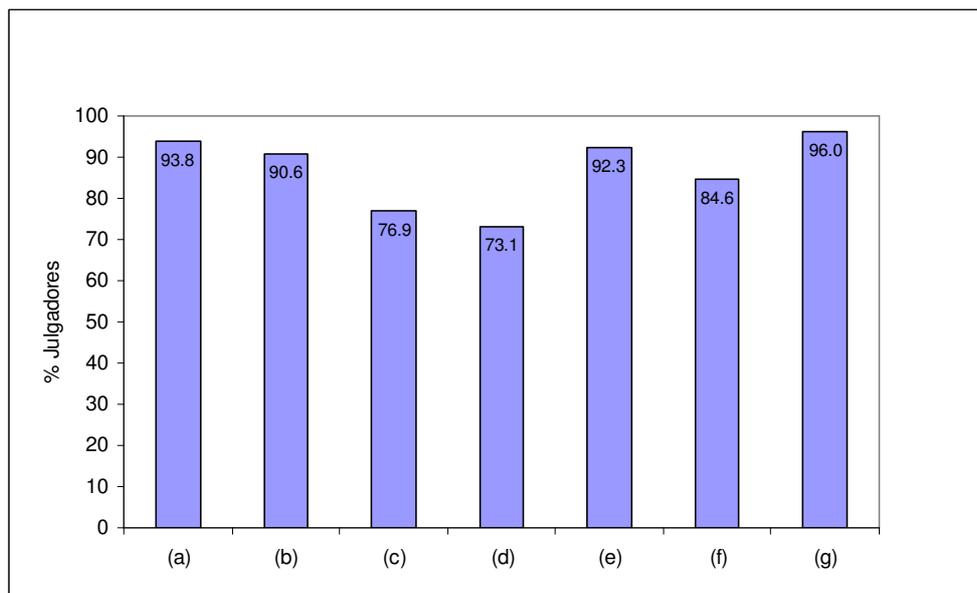
4.4 Análise Sensorial

4.4.1 Recrutamento e Seleção de Julgadores

Dos 39 indivíduos que participaram da entrevista e preencheram o questionário, cerca de 41% eram do sexo feminino e 59% do sexo masculino. Em relação à faixa etária, ocorreu predominância de pessoas entre 20 a 30 anos.

Na etapa de recrutamento, 32 candidatos (82%) foram pré-selecionados avaliando-se sua afinidade com o produto, disponibilidade de tempo, interesse em participar dos testes, idade e condições médicas.

A fase de seleção classificou 19, dentre os 32 candidatos, em função de sua habilidade em reconhecer aromas, gostos básicos e diferenças em relação à doçura, cor e turbidez, como visto na Figura 14.



onde: (a)= Gostos Primários; (b)= Reconhecimento de Odor; (c)= Misturas de Gostos Primários; (d)= Reconhecimento de Aroma; (e)= Intensidade de Aroma; (f)= Intensidade Gostos Primários; (g)= Teste Triangular.

Figura 14: Percentual de julgadores selecionados nos testes discriminativos

4.4 2 Desenvolvimento da Terminologia Descritiva

Cada característica do perfil foi avaliada de forma crescente, nos extremos (ponto fraco e ponto forte). Após cada avaliação, os provadores discutiram os termos levantados, a fim de se eliminar redundâncias, sinônimos ou termos pouco citados, selecionando-se de forma consensual os termos que melhor descreviam as similaridades e diferenças entre as amostras.

Dez termos descritivos foram definidos pelos julgadores para descrever as similaridades e diferenças entre as amostras de suco de pêssigo avaliadas. A definição dos descritores, bem como as referências de intensidade que ancoraram os extremos das escalas durante o treinamento dos provadores encontram-se no Quadro 1.

Quadro 1: Definição dos termos descritivos e referências usadas como extremos de escala de intensidade das amostras de sucos de pêssegos estudadas

Terminologia Descritiva de Suco de Pêssego	
1- Cor bege:	Intensidade de cor bege característica de pêssegos brancos. Referências: fraca - polpa de pêssego branco diluído em água deionizada (50%). forte - polpa de pêssego branco sem diluição
2- Cor amarela:	Intensidade de cor amarela característica de sucos de pêssegos nacionais. Referências: fraca - suco de pêssego CBS (NATURAL PRODUCTS IND. COM. E SER. LTDA) diluído em água deionizada (50%). forte - suco de pêssego CBS (NATURAL PRODUCTS IND. COM. E SER. LTDA)
3- Cor caramelo:	Intensidade de cor caramelo característica de polpas de pêssegos nacionais. Referências: fraca - polpa de pêssego caramelo diluído em água deionizada (50%) forte - polpa de pêssego caramelo
4- Turbidez:	característica de turbidez dos sucos pela presença de materiais insolúveis. Referência: transparente - solução de suco de pêssego diluído em água deionizada 1:20 (v:v) totalmente turvo - polpa de pêssego
5- Aroma característico:	Aroma característico que lembra a fruta pêssego. Referência: não perceptível: água deionizada intenso: suco de pêssego DEL VALLE (SUCOS DEL VALLE DO BRASIL LTDA) com aroma idêntico natural pêssego DUAS RODAS (DUAS RODAS INDUSTRIAL LTDA) RCC 88439/1, 0,1 mL de aroma/30mL de suco.
6- Aroma fruta passada:	Aroma que lembra fruta cozida e/ou passada. Referência: não perceptível: água deionizada. intenso: polpa de pêssego submetido à cocção por 10 minutos.
7- Sabor adocicado:	Sabor doce de solução de sacarose em suco. Referência: não perceptível: solução de suco de pêssego diluído em água deionizada 1:10 (v:v). extremamente doce: solução a 40g de sacarose em 500 mL de suco.
8- Sabor característico:	Sabor característico de fruta pêssego. Referência: não perceptível: solução de suco de pêssego diluído em água deionizada 1:10 (v:v). intenso: suco de pêssego DEL VALLE (SUCOS DEL VALLE DO BRASIL LTDA) sem diluição.
9- Sabor fruta passada:	Sabor característico de fruta passada e/ou cozida. Referência: não perceptível: solução de suco de pêssego diluído em água 1:10 (v:v). intenso: suco de pêssego SANTAL (PARMALAT BRASIL S/A) submetido à cocção por 10 minutos.
10- Sabor ácido:	Sabor ácido característico presente em solução de ácido cítrico. Referência: não perceptível: solução de suco de pêssego diluído em água 1:10 (v:v). intenso: solução de ácido cítrico a 50% em suco de pêssego (1.8mL/500mL suco).

4.4.3 Treinamento de Provadores

Oito provadores foram finalmente selecionados com base em sua capacidade discriminatória: pF amostras $\leq 0,30$ e na reprodutibilidade: pF repetições $\geq 0,05$ (Tabela 25) e julgamento consensual com o restante da equipe de provadores (Figura 24, Apêndice A) através da comparação das médias individuais para cada atributo, com a média da equipe sensorial.

Tabela 25: Valores de pF amostra (%) e pF repetição (%) obtidos por provador

Atributos	Provador							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Cor	16.42	0.14	0.01	0.02	0.05	0.00	0.06	0.01
	31.20	44.44	64.00	44.44	25.00	44.44	44.44	44.44
Turbidez	10.54	0.02	0.03	0.03	0.00	0.23	0.10	0.03
	43.28	44.44	44.44	44.44	25.00	44.44	37.35	44.44
Sabor adocicado	53.78	22.01	11.11	1.82	0.57	36.73	25.80	34.78
	37.35	85.90	4.94	55.66	1.93	1.71	28.44	29.99
Sabor fruta passada	30.00	0.55	9.39	4.74	0.59	14.30	8.03	0.00
	28.31	44.44	11.51	39.51	36.73	42.98	42.75	44.44
Sabor característico	4.94	4.15	59.86	34.60	1.71	2.63	1.23	0.57
	44.44	21.01	98.14	95.18	36.73	94.52	1.23	90.70
Sabor ácido	51.94	25.00	44.44	1.34	79.01	17.36	7.72	21.09
	92.90	53.64	22.15	21.01	52.89	26.30	7.72	44.44
Aroma característico	8.78	82.64	25.67	47.56	1.59	4.69	29.99	3.31
	79.01	82.64	81.86	100.0	87.11	62.99	1.27	12.89
Aroma fruta passada	1.23	44.44	0.85	0.78	0.38	0.91	19.51	2.24
	44.44	44.44	44.44	30.86	12.76	92.73	54.19	64.00
D	2	2	2	2	1	1	0	1
R	0	0	0	0	1	1	2	0
T	2	2	2	2	2	2	2	1

Nota: D = número de vezes em que o provador não discriminou as amostras no nível de 5% de significância;
R = número de vezes em que o provador não apresentou repetibilidade no nível de 5% de significância;
T = D + R

4.4.4 Perfil Sensorial do Suco Clarificado

A Tabela 26 apresenta os valores médios de cada atributo sensorial, avaliado pelos provadores, e seus desvios padrão.

Tabela 26: Valores dos resultados médios dos atributos sensoriais e desvios padrão

PARÂMETROS	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4
Turbidez	8,5 ^a ± 1,3	8,7 ^a ± 0,6	0,0 ^b ± 0	0,4 ^b ± 0,8
Cor	2,1 ^b ± 0,7	8,7 ^a ± 0,5	0,3 ^c ± 0,5	1,0 ^c ± 0,9
Aroma característico	2,1 ^b ± 1,4	6,8 ^a ± 1,5	0,9 ^b ± 0,4	2,6 ^b ± 1,6
Aroma fruta passada	2,7 ^b ± 2,2	6,8 ^a ± 2,3	1,0 ^b ± 0,5	1,8 ^b ± 1,8
Sabor adocicado	1,6 ^a ± 1,7	3,0 ^a ± 0,9	1,7 ^a ± 1,9	2,0 ^a ± 1,3
Sabor fruta passada	5,9 ^a ± 2,8	7,5 ^a ± 1,3	7,1 ^a ± 2,1	6,2 ^a ± 2,9
Sabor característico	1,3 ^a ± 1,6	1,9 ^a ± 1,6	1,3 ^a ± 1,3	1,9 ^a ± 1,7
Sabor ácido	0,7 ^b ± 1,1	2,4 ^b ± 2,0	2,8 ^b ± 1,8	7,0 ^a ± 1,9

Amostra 1: polpa Mais fruta[®]

Amostra 2: polpa pêsego cultivar chiripá

Amostras 3 e 4: permeados das polpas 1 e 2, respectivamente

Observa-se que a turbidez sensorial dos sucos clarificados difere estatisticamente das amostras da polpa, confirmando os resultados da análise físico-química. O mesmo comportamento observa-se no atributo cor, onde o suco clarificado apresentou valores próximos ao extremo inferior da escala que variou de cor bege claro a caramelo escuro, mostrando que boa parte de cor fica retida junto com as partículas insolúveis da polpa.

Em relação ao sabor, não houve diferença significativa entre o sabor adocicado, sabor fruta passada e sabor característico a 95% de confiança. Para o atributo sabor ácido os provadores conferiram sabor mais intenso na amostra 4, quando comparada com as demais.

Para a avaliação do aroma característico e fruta passada, observa-se que a amostra 2 diferiu das demais amostras, a 95 % de confiança, apresentando média igual a 6,8 para os dois atributos analisados. Observa-se um aroma pronunciado da amostra 2 tanto relativo ao aroma característico de fruta pêssigo, quanto ao aroma de fruta passada, que se refere à polpa que sofreu tratamento térmico. É interessante notar que o tratamento com membrana não causa a perda do sabor do suco, embora haja perdas dos aromas característicos e de fruta passada. Possivelmente, estes aromas podem estar se volatilizando durante o processo, que é conduzido em sistema aberto, em contato direto com o ar atmosférico, ou permanecendo fixos às partículas da polpa na corrente retida pela membrana. Para avaliação deste efeito com o objetivo de minimizá-los deverão ser feitos mais testes, utilizando sucos prensados e sistemas sem contato com o ar atmosférico, que pode também ser o responsável pela acidificação observada no permeado 4.

A Tabela 27 apresenta os valores médios de cada atributo sensorial, avaliado pelos provadores, e seus desvios padrão dos permeados obtidos na planta-piloto da EMBRAPA (CTAA) no Rio de Janeiro (RJ).

Pode-se notar que a qualidade sensorial dos permeados obtidos no sistema piloto foi bem similar à dos obtidos no sistema de bancada. Pode-se notar que a turbidez sensorial dos sucos clarificados diferem estatisticamente da amostra da polpa “in natura”. Desta forma pode-se dizer que os sistemas são eficazes na retenção das partículas sólidas do suco. No caso do atributo cor, observa-se que a membrana reteve substâncias que dão cor ao suco, obtendo-se um suco clarificado com tonalidade fraca em relação à cor.

Tabela 27: Valores dos resultados médios dos atributos sensoriais e desvios padrão

Parâmetro	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4	Amostra 5
Cor	8,43 ^a ± 0,53	0,92 ^b ± 0,49	0,86 ^b ± 0,38	0,71 ^b ± 0,49	0,71 ^b ± 0,49
Turbidez	8,71 ^a ± 0,76	*zero ^b	*zero ^b	*zero ^b	*zero ^b
Aroma característico	2,00 ^a ± 0,71	1,75 ^a ± 0,96	1,33 ^a ± 1,03	1,00 ^a ± 0,63	0,80 ^a ± 0,45
Aroma fruta passada	7,83 ^a ± 2,40	2,43 ^b ± 1,62	0,67 ^b ± 0,52	0,80 ^b ± 0,45	1,17 ^b ± 0,98
Sabor característico	4,00 ^a ± 1,58	1,29 ^b ± 1,38	1,57 ^b ± 1,40	0,71 ^b ± 0,95	0,86 ^b ± 1,21
Sabor ácido	1,33 ^a ± 1,03	6,40 ^b ± 1,52	6,25 ^b ± 1,89	4,83 ^b ± 1,94	6,50 ^b ± 1,00
Sabor adocicado	4,29 ^a ± 1,25	1,20 ^b ± 1,09	1,50 ^b ± 1,05	1,71 ^b ± 0,95	1,86 ^b ± 1,07
Sabor fruta passada	6,43 ^a ± 3,21	2,14 ^b ± 3,18	1,28 ^b ± 2,36	0,86 ^b ± 1,57	0,57 ^b ± 0,98

Amostra 1= polpa “in natura” Mais fruta[®]; Amostra 2= permeado sistema Koch 0,3µm ; Amostra 3= permeado sistema cerâmica 0,1 µm ; Amostra 4=permeado sistema DDS 0,1µm e Amostra 5= permeado sistema DDS 100 kDa; *zero: na escala estruturada (Figura 22 – Anexo A) corresponde amostra transparente

O atributo aroma característico, ao contrário do sistema em escala de bancada, não apresentou diferença entre as amostras a 95% de confiança, mostrando, desta forma, que os processos que utilizam membranas na clarificação de suco não alteraram tal característica no suco filtrado, conforme já comentado no sistema de bancada pode ter ocorrido perdas das amostras devido ao tempo de processamento e contato com o ar atmosférico.

Para a avaliação do sabor fruta passada, sabor adocicado, sabor ácido, sabor característico e aroma fruta passada observa-se que a amostra 1 (polpa “in natura”) diferiu das demais amostras, a 95 % de confiança. Os permeados apresentaram menor intensidade no aroma de fruta passada, o que é positivo em termos de qualidade final do produto. Observa-se um sabor menos pronunciado da amostra 1 em relação à intensidade do sabor ácido. Nota-se novamente a acidificação dos permeados, provavelmente devido ao contato com o ar, intensificado pelo bombeamento da polpa.

O sabor característico dos permeados se apresentou menor que da polpa “in natura”, o que é indesejável. Este comportamento pode estar relacionado à retenção do sabor nos sólidos retidos pela membrana, ou ao efeito do sabor ácido intensificado, que poderia estar mascarando o sabor característico. Em geral as características sensoriais dos permeados

foram bem semelhantes, mostrando que o tipo e as condições de processamento afetam pouco a qualidade do suco clarificado obtido.

5 CONCLUSÕES

A avaliação de hidrólise enzimática mostrou que o processo de hidrólise utilizando Pectinex AFP L-3 a 25°C por 60 minutos apresenta os melhores resultados na redução de polpa (48%) e na redução de viscosidade (68%) da polpa de pêssego.

No processamento com membranas de microfiltração o maior fluxo de permeado e menor turbidez foram obtidos nas condições experimentais a 25° C com membrana de tamanho de poro 0,2 µm, obtendo um valor de turbidez final de 0,44 NTU e um fluxo de permeado em torno de 11,95 L/m².h. Para o processo de ultrafiltração em escala de bancada, na melhor condição, o fluxo de permeado foi de 13,20 L/m².h, e turbidez de 0,01 NTU. O processo de clarificação mostrou-se muito eficiente devido à grande redução da viscosidade e sólidos suspensos do suco. Obteve-se uma completa remoção da polpa em suspensão no suco permeado resultando em suco límpido e clarificado, com pouca diferença nos demais parâmetros físico-químicos como, açúcares redutores, açúcar não redutor e pH.

A comparação do permeado ultrafiltrado em escala de bancada com o obtido em escala piloto mostrou que o pH, os sólidos solúveis e o teor de açúcar não redutor não apresentaram diferença estatisticamente significativa a 95% de confiança entre os dois permeados estudados. Somente a turbidez, o teor de açúcares redutores e a viscosidade mostraram diferença significativa entre os ensaios. Este resultado mostra que o sistema é reprodutível em termos de qualidade do permeado, mesmo com a mudança de escala.

No desenvolvimento da terminologia descritiva dez termos descritores definiram as similaridades e diferenças entre as amostras em relação a características visuais (cor, turbidez), olfativas (aroma característico de pêssego e de fruta passada), e gustativas (sabor adocicado, característico de pêssego, fruta passada e ácido). A análise sensorial mostra que a turbidez sensorial dos sucos clarificados diferem estatisticamente das amostras da polpa “in natura”, mostrando a alta eficiência do processo. O mesmo comportamento se observa no atributo cor, onde o suco clarificado apresentou valores próximos ao extremo inferior da escala que variou de cor fraca a forte, obtendo-se um suco clarificado com tonalidade fraca em relação à cor.

O processo de clarificação mostrou-se muito eficiente devido à grande redução da viscosidade e sólidos suspensos do suco. O suco clarificado manteve boa parte de suas características físico-químicas e organolépticas.

5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Utilização de prensa hidráulica juntamente com tratamento enzimático para obtenção de maior rendimento em suco e maior extração da cor e sabor.
- Emprego de outras enzimas na clarificação de suco de pêssego.
- Estudos exploratórios do “fouling” e da polarização de concentração em diversos sistemas de membranas, definindo sistemas mais eficientes em termos de escoamento e desempenho de fluxo.
- Centrifugação da polpa antes do processamento com membranas, para redução das partículas sólidas e aumento da eficiência da microfiltração.
- Verificação de outras estratégias de limpeza de membranas.
- Estudos do processamento de suco clarificado de pêssego em sistemas fechados.
- Desenvolvimento de formulações de bebidas à base de suco clarificado de pêssego.

6 REFERÊNCIAS

ALVAREZ, S.; ALVAREZ, R.; RIERA, F. A.; COCA, J. "Influence of depectinization on apple juice ultrafiltration". Elsevier Science. Colloids and surfaces. A: **Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 138: pp. 377 - 382, 1998.

ASHURST, P.R., **The chemistry and technology of soft drinks and fruit juices**, Sheffield Academic Press & CRC Press, USA. 258p. 1998.

Association of official agricultural chemists. Official methods of analysis of the AOAC. 16 ed, Gaithersburg, USA, Chapter 45, p16-17, 1997.

BIOTIMES - A Revista Bioindustrial Trimestral da Novo Nordisk, n.2, p 4 - 5, 1996.

BORGES, C. P. **Curso Teórico - Prático em Engenharia de Bioprocessos**. Centro Argentino Brasileiro de Biotecnologia (CABB) - Programa de Engenharia Química COPPE / UFRJ. Rio de Janeiro, 1998.

BRASIL, I. M.; MAIA, G. A.; FIGUEIREDO, R. W. "Estudo do Rendimento do suco de Goiaba Extraído por Tratamento Enzimático". In: **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 16 n. 1, pp. 57 - 61, Jan. - Mai. 1996.

BRUIJN, J.; VENEGAS, A.; BORQUEZ, R. "Influence of crossflow ultrafiltration on membrane fouling and apple juice quality". **Desalination**, v. 148, pp. 131 - 136, 2002.

CAMPOS, D. C. P.; SANTOS, A. S.; WOLKOFF, D. B.; MATTA, V. M.; CABRAL, L. M. C.; COURI, S. "Cashew apple juice stabilization by microfiltration". **Desalination**, v. 148, pp. 61 - 65, 2002.

CARDOSO, M. H.; JACKIX, M. N. H.; MENEZES, H. C.; GONÇALVES, E. B. MARQUES, S. V. B. "Efeito da associação de pectinase, invertase e glicose isomerase na qualidade do suco de banana". In: **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.18, n.3. Campinas Ago.-Out. 1998.

CARNEIRO, L.; SA, I. S.; GOMES, F. S.; MATTA, V. M.; CABRAL, L. M. C. "Cold sterilization and clarification of pineapple juice by tangencial microfiltration". **Desalination**. v. 148, pp. 93 - 98, 2002.

CASTILHO, Leda. **Recuperação de pectinase produzida por *Aspergillus Níger* em fermentação semi-sólida**. Rio de Janeiro, 1997. Dissertação (Mestrado em Ciências) Programa de Engenharia Química da COPPE/UFRJ, Universidade Federal do Rio de Janeiro.

CHAVES, J. B. P.; SPROESSER, R. L. **Práticas de Laboratório de Análise Sensorial de Alimentos e Bebidas**. Ed. UFV, Viçosa: UFV (Cadernos didáticos, 66), 81p. 1999.

CLEMENTE, E.; PASTORE, G. M. Peroxidase and Polyphenoloxidase, the Importance for Food Technology. **Boletim Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.32, n.2, p. 167 - 171, Set./Dez. 1998.

CLOTTEAU, M. S.; CABRAL, L. M. C.; MODESTA, R. C. D.; GOMES, F. S.; VENTURINI, W.; PALLET, D.; DORNIER, M.; REYNES, M. "Enzymatic treatment using a polygalacturonase (Clarex Citrus 8 XL) and a cellulase (Rapidase TF)". In: **XVIII Congresso Brasileiro de Ciência e Tecnologia de Alimentos**, 2002.

da MATTA, V. M.; CABRAL, L. M. C.; da SILVA, F. C. "Rheological behaviour of West Indian cherry pulp with and without enzymatic treatment". **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 3, pp. 59 - 64, 2000.

da SILVA, A. P. V.; MAIA, G. A.; OLIVEIRA, G. S. F.; FIGUEIREDO, R. W.; BRASIL, I. M. "Estudo da produção do suco clarificado de cajá (*Spondias lutea* L.)". In: **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 19, n.1, Campinas, Jan. - Abr. 1999.

da SILVA, R.; FRANCO, C. M. L.; GOMES, E. Pectinases, Hemicelulases e Celulases, Ação, Produção e Aplicação no Processamento de Alimentos: Revisão. **Boletim Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.31, n.2, p. 249 - 260, Jul./Dez. 1997.

de PAULA, B.; GOMES, F. S.; COURI, S.; MATTA, V. M.; CABRAL, L. M. C. "Hidrólise do suco de maracujá utilizando um complexo enzimático obtido através do mutante *Aspergillus niger* 3T5B8". In: **Anais da XI Jornada de Iniciação Científica da UFRJ**, v.11, pp. 00 - 00, Rio de Janeiro, 2001.

de PAULA, B.; MORAES, I. V.; GOMES, F. S.; SILVA, L. F. M.; MATTA, V. M.; CABRAL, L. M. C. "Microfiltração de suco de maracujá". In: **XVIII Congresso Brasileiro de Ciência e Tecnologia de Alimentos**, 2002.

de SÁ, C. D.; CAIXETA FILHO, J. V. “A importância do suco de frutas para o consumidor: Um estudo de caso”. **Qualidade de Vida**. Universidade de São Paulo, Centro de Estudos Avançados em Economia Aplicada, Departamento de Economia, Administração e Sociologia, Ano 4, n. 33, fev. 2002.

do CANTO, W. L. **Produção, Usos e Mercados de Enzimas (Estudos econômicos - Alimentos Processados)**. Campinas: ITAL, 1995.

DI LUCCIO, M., **Membranas microporosas planas e do tipo fibra-oca a partir de sistemas contendo policarbonato como polímero base**. Dissertação de Mestrado, PEQ/COPPE/UFRJ. Rio de Janeiro , 1997.

DOWNES, J.W., Equipos para la extracción y elaboración de zumo de frutas delicadas. In: In: Ashurst, P.R. ed., **Producción y envasado de zumos y bebidas de frutas sin gás**, Ed. Acribia, Espana, 1995. p.191-213.

EMBRAPA/SEBRAE. **Programa de capacitação tecnológica**. Curso de Processamento de Frutas, CTAA - EMBRAPA, Rio de Janeiro, 1997, 135p.

FARIA, E. V.; YOTSUYANAGI, K. **Técnicas de Análise Sensorial**. 1 ed. Campinas: ITAL / LAFISE, 116p. 2002.

FLORIBETH, V.; LASTRETO, C.; COOKE, R. D. “A study of the production of clarified banana juice using pectinolytic enzymes”. **Journal Food Technology**, v. 16, pp. 115 - 125, 1981.

GUIMARÃES, A. C. L. **Utilização de enzimas pectinolíticas no processamento de suco de maracujá integral**. Dissertação de Mestrado. Faculdade de Agronomia, UFC. 1985.

GIRARD, B.; FUKUMOTO, L. R. “Apple juice clarification using microfiltration and ultrafiltration polymeric membranes”. **Lebensmittel Wissenschaft und Technologie**, v. 32, pp. 290 - 298, 1999.

HABERT, A. C.; BORGES, C. P.; NOBREGA, R. **Processos de Separação com Membranas**. Programa de Engenharia Química / COPPE / UFRJ, 165p., 2000.

HORST, H. C. V.; HANEMAAIJER, J. H. “Cross-flow microfiltration in the food industrial. State of the art”. **Desalination**, v. 77, pp. 235 - 258, 1990.

IAL- INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. 3^a ed., São Paulo, v.1, 1985.

IBGE – Produção Agrícola de Pêssego, 2002.

ITAL - INSTITUTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS. “Industrialização de Frutas - Manual técnico”, n.8, Campinas, 206 p. 1991.

JACKIX, M. H. **Doces, geléias e frutas em calda (Teórico e prático).** Ed. da UNICAMP: São Paulo: Ícone, 172 p. 1988.

JIRARATANANON, R.; CHANACHAI, A. “A study of fouling in the ultrafiltration of passion fruit juice”. **Journal of Membrane Science**, v. 111, pp. 39 - 48, 1996.

JULIANO, L. N. **Preparação e Caracterização de Membranas para Clarificação de Suco de Frutas.** Dissertação Mestrado em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos. Florianópolis, 85 p. 2000.

KASHYAP, D. R.; VOHRA, P. K.; CHOPRA, S.; TEWARI, R. “Applications of pectinases in the commercial sector: a review”. **Bioresource Technology**, v. 77, pp. 215 - 227, 2001.

LEA, A.G.H., Zumo de manzana, in: In: Ashurst, P.R. ed., **Producción y envasado de zumos y bebidas de frutas sin gás**, Ed. Acribia, Espana, 1995. p.149-189.

MARTINELLI, S. “Fabricantes de sucos têm sede de negócios”. **Superhiper**, pp. 46 - 55, dez, 1998.

MERÇON, F. “Emprego da ultrafiltração no processamento de suco de banana”. In: **4º Congresso Ibero - americano em Ciência e Tecnologia de Membranas - CITEM**, Florianópolis, SC, Jul, pp. 231 - 235, 2003.

MEYER, A. S.; KÖSER, C.; ADLER-NISSEN, J. “Efficiency of enzymatic and other alternative clarification and fining treatments on turbidity and haze in cherry juice”. **Journal Agriculture Food Chemical**, v. 49, pp. 3644 - 3650, 2001.

MINUSSI, P.C; RAMOS, J.S.; COELHO, J.L.C.; OLZANY, D. **Revista de Microbiologia.** Sugar cane juice induces pectin lyase and polygalacturonase in *Penicillium griseoroseum*. v. 29, n. 4, 1998.

MULDER, M. **Basic principles of membrane technology**. Center for membrane science and technology, University of Twente, Enschede, The Netherlands, 560 p. 2000.

NOSSE, A. T.; LAVEZO, A. E.; SATO, E. N.; BRESOLIM, I. T. L.; de BARROS, S. T. D.; MENDES, E. S. "Preparação e caracterização de membranas microporosas e assimétricas, eficazes no processo de clarificação da polpa de acerola tratada enzimaticamente". In: **4º Congresso Ibero - americano em Ciência e Tecnologia de Membranas - CITEM**, Florianópolis, SC, Jul, pp. 151 - 155, 2003.

NOVO NORDISK - A Ação das Enzimas, apostila, 49 p. 1992.

PRATO, A. M.; MENDES, E. S. BARROS, S. T. D.; ANDRADE, C. M. G. "Mecanismo de fouling no processo de clarificação por ultrafiltração da polpa de acerola tratada enzimaticamente". In: **4º Congresso Ibero - americano em Ciência e Tecnologia de Membranas - CITEM**, Florianópolis, SC, Jul, pp. 171 - 177, 2003.

PRATO, A. M.; SCHREINER, T.; MORENO, T.; SILVA, E. D.; MENDES, E. S.; BARROS, S. T. D. "Avaliação das condições operacionais de processo e da qualidade do permeado obtido na clarificação por ultrafiltração da polpa de acerola tratada enzimaticamente". In: **4º Congresso Ibero - americano em Ciência e Tecnologia de Membranas - CITEM**, Florianópolis, SC, Jul, pp. 165 - 170, 2003.

QUEIROZ, M.I. **Introdução a Análise Sensorial**. Campinas. UNICAMP, 1984.192p.

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

SHORT, J. L. "Newer applications for cross flow membrane filtration". **Desalination**, v. 70, pp. 341 - 352, 1988.

SILVA, T. T.; MODESTA, V. M.; MATTA, V. M.; PENHA, E. M.; CABRAL, L. M. C. "Avaliação da qualidade do suco de maracujá orgânico processado por microfiltração". In: **4º Congresso Ibero - americano em Ciência e Tecnologia de Membranas - CITEM**, Florianópolis, SC, Jul, pp. 268 - 273, 2003.

SREENATH, H. K.; SUDARSHANAKRISHANA, K. R.; SANTHANAM, K. "Improvement of juice recovery from pineapple pulp/residue using cellulases and pectinases". **Journal of fermentation and bioengineering**, v. 78, n.6, pp. 486 - 488, 1994.

SOUTHGATE, D. A. T., JOHNSON, I. T. e FENWICK, G. R., Valor nutritivo y salubridad de los zumos de frutas elaborados. In: Ashurst, P.R. ed., **Producción y envasado de zumos y bebidas de frutas sin gás**, Ed. Acribia, Espana, p.321-348, 1995

USDA, 2003, Fruit and Tree Nuts Situation and Outlook Yearbook. Market and Trade Economics Division, Economic Research Service, U.S. Department of Agriculture, October 2003, FTS-2003 (<http://usda.mannlib.cornell.edu>)

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

VALLE, Any B.F. & VASCONCELLOS, Ana M.. **Cursos práticos em bioquímica**. Departamento de bioquímica – Instituto de química. Universidade federal do Rio de Janeiro, 1997.

VÁMOS-VIGYÁZÓ, L. **Polyphenoloxidase and peroxidase in fruits and vegetables**. Central Food Research Institute, september, Budapest, Hungary, p. 49 - 127, 1981.

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

WILLS, R.H.H.; LEE, T.H.; McGIASSON, W.B.; HALL, E.G. GRAHAMD. **Fisiología de frutas y hortalizas pos recolección**. Zaragoza: Acribia, 195p. 1984.

ZEMAN, Leos J.; ZYDNEY, Andrew L. **Microfiltration and Ultrafiltration: principles and applications**. Ed. Marcel Dekker, New York, 618p. 1996

APÊNDICE A – ANÁLISE SENSORIAL

MODELO DE FICHA - RECRUTAMENTO DE PESSOAL

Nome da Instituição: URI – Departamento de Engenharia de Alimentos

Nome do Candidato: _____

Data: _____ Sexo: () M () F Idade: _____

Profissão: _____ Cargo e/ou função: _____

1- Você sabe o que é ou tem alguma idéia do que é análise sensorial?

.....
.....

2- Você gostaria de ser um colaborador no processo de análise sensorial de sucos?

.....

3- Existe algum dia ou horário no qual você não poderá participar das sessões de degustação? Quais? Qual a sua disponibilidade de horários para participar das avaliações sensoriais (3 sessões semanais de 20 minutos).

.....
.....

4- Indique os períodos que você pretende tirar férias e/ou ausentar-se de suas atividades.

.....
.....

5- Cite alimentos e ingredientes que você desgosta muito.

.....
.....

6- Cite um alimento ácido.

.....

7- Especifique os alimentos que você não pode comer ou beber por razões de saúde. Por que?

.....
.....

8- Você se encontra em dieta por razões de saúde? Em caso positivo, explique por favor.

.....
.....

9- Você está tomando alguma medicação que poderia influenciar sua capacidade de perceber odores e sabores?

.....

10- Indique se você possui diabetes, alergia a alimentos, doenças bucais, resfriados freqüentes, hipoglicemia.

.....
.....

11- Você é fumante?

.....

MODELO DE FICHA - GOSTOS PRIMÁRIOS

Nome: _____ Data: _____

O grupo de amostras apresenta um gosto primário (doce, amargo, salgado ou ácido). Identifique o gosto de cada amostra e descreva no quadro abaixo. Enxágüe a boca após cada avaliação e espere trinta segundos.

Código	Gosto
23	
15	
75	
48	
59	

MODELO DE FICHA - MISTURAS DE GOSTOS PRIMÁRIOS

Nome: _____ Data: _____

O grupo de amostras é composto por misturas de gostos primários (ácido, doce, amargo e salgado). Identifique a composição da mistura. Enxágüe a boca após cada avaliação e espere trinta segundos.

Código	Composição da mistura
93	
80	
04	
62	
38	
78	
26	

MODELO DE FICHA - GOSTOS PRIMÁRIOS E INTENSIDADE

Nome: _____ Data: _____

O grupo de amostras apresenta um gosto primário (amargo, doce, salgado ou ácido) em diferentes intensidades. Identifique o gosto de cada amostra e assinale sua intensidade no quadro abaixo. Enxágüe a boca após cada avaliação e espere trinta segundos.

Código	Gosto	Fraco	Forte
35			
08			
90			
61			
18			
37			

MODELO DE FICHA - RECONHECIMENTO DE AROMA

Nome: _____ Data: _____

Após cheirar a amostra, com a boca aberta, classifique-a pela categoria e, se possível, distinga entre forte e fraco.

Classificação:

Amostra	Aroma de:	Fraco	Forte
16			
03			
43			
40			
50			
32			
23			
62			

MODELO DE FICHA - RECONHECIMENTO DE ODOR

Nome: _____ Data: _____

Após cheirar a amostra, com a boca fechada, identifique o odor correspondente ou alguma coisa que lembre o produto em questão.

Classificação:

Amostra	Odor de:
54	
38	
08	
34	
97	
67	

MODELO DE FICHA - TESTE TRIANGULAR SIMPLES

Nome: _____ Data: _____

Duas amostras são iguais e uma é diferente. Coloque um círculo ao redor da amostra diferente em cada grupo.

Grupo	Número de amostras		
1*	08	35	90
2*	37	18	61
3*	44	10	96
4*	13	87	22
5*	16	50	03

1* - Diferencie a amostra quanto ao teor de açúcar;

2* - Diferencie a amostra quanto ao aroma;

3* - Diferencie a amostra quanto a turbidez;

4* - Diferencie a amostra quanto ao gosto;

5* - Diferencie a amostra quanto à cor.

Comentários: _____

ESCALA DE CATEGORIA

Nome: _____ Data: _____

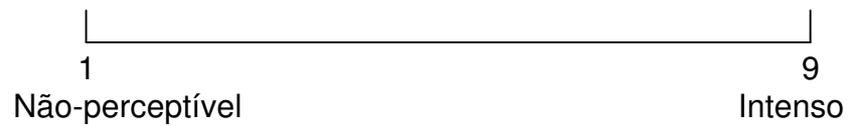
1- Usando as escalas abaixo, avalie os atributos para cada amostra.

Aroma característico de pêsego



Código	Pontuação

Aroma de fruta passada



Código	Pontuação

ESCALA DE CATEGORIA

Nome: _____ Data: _____

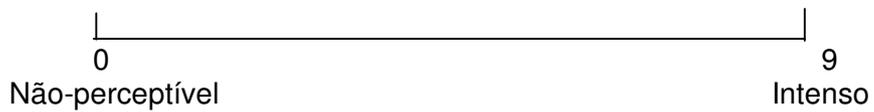
Usando as escalas abaixo, avalie os atributos para cada amostra.

Sabor Adocicado



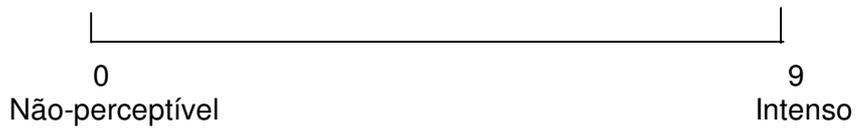
Código	Pontuação

Sabor de Fruta Passada



Código	Pontuação

Sabor Característico



Código	Pontuação

Sabor ácido



Código	Pontuação

Tabela 1: Consenso final da equipe de provadores com médias e desvios padrão

Atributos	Amostra	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8
Turbidez	A	4,0 ^{a,d,e}	5,7 ^{b,c,d}	2,0 ^a	5,0 ^{a,b}	7,3 ^{b,c}	7,7 ^{b,c}	5,3 ^{b,c,e}	5,0 ^{a,c}
		±1,73	±1,15	±0,00	±0,00	±0,58	±2,31	±0,58	±0,00
	B	0,7 ^a	0,0 ^a						
		±1,54	±0,00	±0,00	±0,00	±0,00	±0,00	±1,15	±0,00
Cor	C	5,3 ^a	9,0 ^{b,c}	7,7 ^{a,c}	8,3 ^{a,c}	8,7 ^{a,c}	9,0 ^{b,c}	7,7 ^{a,c}	8,3 ^{a,c}
		±2,89	±0,00	±1,15	±1,15	±0,58	±0,00	±0,58	±1,15
	A	4,3 ^a	3,7 ^a	4,0 ^a	5,0 ^a	5,0 ^a	5,0 ^a	4,3 ^a	4,0 ^a
		±0,58	±1,15	±0,00	±0,00	±0,00	±0,00	±1,15	±0,00
Sabor Adocicado	B	1,0 ^{a,c}	1,0 ^{a,d}	0,3 ^{b,c,d}	0,0 ^{b,c,d}	1,0 ^{a,c}	0,0 ^{b,c,d}	1,0 ^{a,c}	1,7 ^a
		±0,00	±0,00	±0,58	±0,00	±0,87	±0,00	±0,00	±0,58
	C	4,0 ^a	6,5 ^{a,c}	6,8 ^{a,c}	7,0 ^{a,c}	7,5 ^{a,c}	8,7 ^{b,c}	8,0 ^{b,c}	8,0 ^{b,c}
		±3,46	±0,00	±0,29	±0,87	±0,87	±0,58	±0,00	±0,00
Sabor Fruta Passada	A	7,7 ^a	6,0 ^a	6,7 ^a	8,3 ^a	5,3 ^a	4,3 ^a	4,7 ^a	5,7 ^a
		±0,58	±1,73	±0,58	±0,58	±1,15	±2,52	±1,15	±2,08
	B	8,3 ^a	4,3 ^a	7,3 ^a	5,3 ^a	6,7 ^a	5,7 ^a	5,0 ^a	5,7 ^a
		±0,58	±3,21	±0,58	±2,52	±1,53	±2,52	±1,00	±0,58
Sabor Característico	C	7,7 ^b	8,7 ^b	6,7 ^{b,c}	1,7 ^a	3,7 ^{a,c}	5,3 ^{b,c}	6,7 ^{b,c}	7,0 ^{b,c}
		±1,15	±0,58	±0,58	±0,58	±0,58	±2,08	±2,08	±0,00
	A	3,0 ^{a,c}	3,3 ^{a,c}	2,3 ^{a,d}	3,0 ^{a,c}	6,7 ^{b,c,d}	0,7 ^a	7,7 ^{b,c,d}	8,0 ^{b,c}
		±1,00	±1,15	±4,04	±2,64	±0,58	±1,15	±1,53	±0,00
Sabor Ácido	B	2,3 ^{a,c}	0,0 ^a	5,0 ^{a,c}	7,3 ^{b,c}	7,0 ^{b,c}	3,3 ^{a,c}	6,0 ^{b,c}	5,7 ^{b,c}
		±4,04	±0,00	±1,00	±2,08	±1,73	±1,53	±2,00	±0,58
	C	0,0 ^{b,d}	0,0 ^{b,d}	0,7 ^{b,c}	1,7 ^{a,c,d}	1,7 ^{a,c,d}	4,3 ^a	3,3 ^{a,c}	0,0 ^{b,d}
		±0,00	±0,00	±1,15	±0,58	±0,58	±2,52	±1,53	±0,00
Aroma Característico	A	8,0 ^{b,c}	6,7 ^{b,c}	6,3 ^{a,c}	4,7 ^{a,c}	4,0 ^{a,c}	7,3 ^{b,c}	7,3 ^{b,c}	2,0 ^a
		±0,00	±1,53	±2,08	±2,52	±1,00	±1,15	±2,08	±1,00
	B	8,3 ^a	9,0 ^a	5,7 ^{a,b}	5,3 ^{a,b}	3,7 ^{b,c}	3,7 ^{b,c}	7,3 ^{a,c}	5,3 ^{a,c}
		±0,58	±0,00	±2,08	±2,52	±1,53	±1,53	±1,15	±1,15
Aroma Fruta Passada	C	9,0 ^b	8,7 ^b	7,5 ^b	2,0 ^a	7,7 ^b	2,3 ^a	4,7 ^c	8,0 ^b
		±0,00	±0,58	±0,50	±1,00	±0,58	±0,58	±1,53	±0,00
	A	4,0 ^a	3,7 ^a	5,3 ^a	3,0 ^a	5,0 ^a	6,0 ^a	4,7 ^a	4,3 ^a
		±4,00	±4,04	±0,58	±2,64	±1,00	±1,73	±1,15	±2,08
Aroma Fruta Passada	B	5,3 ^a	7,0 ^a	4,7 ^a	7,0 ^a	5,3 ^a	5,3 ^a	3,3 ^a	5,0 ^a
		±3,05	±1,00	±2,08	±1,00	±1,53	±0,58	±0,58	±1,00
	C	1,7 ^{b,c}	2,3 ^{a,c}	6,0 ^a	1,0 ^{b,c}	5,7 ^a	4,0 ^{a,c}	3,7 ^{a,c}	4,7 ^{a,c}
		±1,53	±2,52	±1,00	±0,00	±0,58	±1,00	±0,58	±2,08
Aroma Fruta Passada	A	6,7 ^a	7,7 ^a	6,7 ^a	3,7 ^a	4,3 ^a	5,3 ^a	5,7 ^a	3,0 ^a
		±0,58	±1,15	±1,53	±2,31	±1,53	±2,31	±3,05	±2,00
	B	7,3 ^{b,c}	8,0 ^{b,c}	5,7 ^{a,c}	7,0 ^{b,c}	4,7 ^{a,c}	1,7 ^a	5,0 ^{a,c}	4,0 ^{a,c}
		±0,58	±1,00	±1,15	±1,73	±0,58	±0,58	±3,00	±3,00
Aroma Fruta Passada	C	8,3 ^a	8,3 ^a	8,0 ^a	4,3 ^a	7,7 ^a	6,7 ^a	6,7 ^a	8,0 ^a
		±0,58	±1,15	±1,00	±4,04	±0,58	±1,15	±2,08	±0,00
	A	0,0 ^b	1,3 ^b	1,0 ^b	7,7 ^a	6,7 ^a	1,7 ^b	5,7 ^a	6,7 ^a
		±0,0	±0,58	±0,00	±0,58	±1,15	±1,15	±1,15	±2,31
Aroma Fruta Passada	B	1,3 ^a	1,0 ^a	6,3 ^{b,c}	2,3 ^{a,c}	6,0 ^{b,c}	7,3 ^b	6,3 ^{b,c}	6,3 ^{b,c}
		±0,58	±0,00	±2,08	±2,52	±1,73	±1,15	±2,08	±1,15
	C	0,0 ^b	1,0 ^{b,c}	1,0 ^{b,c}	0,7 ^b	1,3 ^{b,c}	2,7 ^{a,c}	3,3 ^a	1,0 ^{b,c}
		±0,00	±0,00	±0,00	±0,58	±0,58	±0,58	±1,53	±0,00