



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE – UFCG
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA – CCT
UNIDADE ACADÊMICA DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGEHARIA QUÍMICA

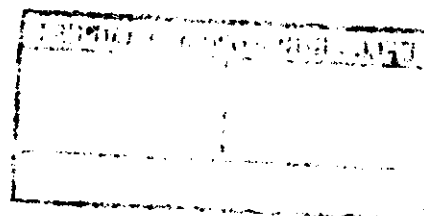
**OBTENÇÃO DE CONCENTRADOS DO SORO DO LEITE CAPRINO POR
ULTRAFILTRAÇÃO**

DIEGO ISAIAS DIAS MARQUES

Campina Grande
2013

CCTC 013

DIEGO ISAIAS DIAS MARQUES



**OBTENÇÃO DE CONCENTRADOS DO SORO DO LEITE CAPRINO POR
ULTRAFILTRAÇÃO**

Dissertação de mestrado
apresentada ao Programa de Pós-
Graduação em Engenharia Química
da Universidade Federal de
Campina Grande, em cumprimento
as exigências para obtenção do
título de **mestre** em Engenharia
Química

Área de concentração: Recursos Regionais e Meio Ambiente

Orientadora: Profa. Dra. Líbia de Sousa Conrado Oliveira (UAEQ/UFCG)

Campina Grande
2013



FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCC

M357o Marques, Diego Isaias Dias.
Obtenção de concentrados do soro do leite caprino por ultrafiltração /
Diego Isaias Dias Marques. -- 2013.
88 f. : il. color.

Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade
Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia.

"Orientação: Prof^a. Dr^a. Líbia de Sousa Conrado Oliveira".
Referências.

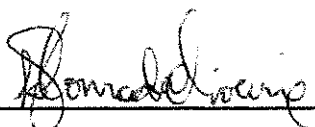
1. Proteínas do Soro. 2. Lactose do soro. 3. Concentrado Protéico. I.
Oliveira, Líbia de Sousa Conrado. II. Título.

CDU 637.142.2(043)

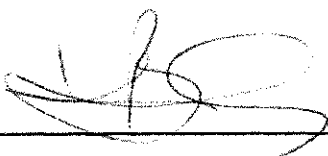
**OBTENÇÃO E PURIFICAÇÃO DE CONCENTRADOS DO SORO DO LEITE
CAPRINO POR ULTRAFILTRAÇÃO**

Dissertação aprovada em: 23 / 09 / 2013

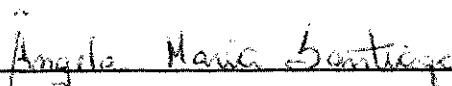
BANCA EXAMINADORA



**Profa. Dra. Líbia de Sousa Conrado Oliveira - UFCG
(Orientadora)**



**Prof. Dr. Kepler Borges França – UFCG
(Examinador)**



**Profa. Dra. Ângela Maria Santiago – UEPB
(Examinador Externo)**



**Profa. Dra. Maria do Socorro Lopes Cavalcanti – UFPB - CCHSA
(Examinador Externo)**

Campina Grande

2013

A minha mãe Maria Neide Dias
e principalmente a DEUS.

DEDICO.

AGRADECIMENTOS

A Deus, pelas bênçãos que ele tem derramado em minha vida, me ajudando a superar os obstáculos e vencer os desafios.

A minha mãe Maria Neide Dias, pela perseverança em acreditar no meu futuro me deixando a herança mais bela que um ser humano pode ter: O conhecimento.

Ao meu irmão, Eduardo Ewerton e meu pai de coração, José Eduardo, pela força e por sempre acreditar nos meus objetivos.

A minha esposa, Martha Leite, pela ajuda significativa na realização deste trabalho e que nossa união permaneça forte a cada dia.

Aos meus filhos que crescem no ventre de sua mãe, os quais são minha maior fonte de inspiração para continuar lutando por dias melhores.

Aos meus familiares: Joelma, Jozana, Maria, José Ney, José Herculano e Jomacio Oliveira, Rejane, Severino, Aline, Salvia, Cleonice e João.

A minha excelente Orientadora, Dra. Líbia de Sousa Conrado Oliveira, que me deu todas as coordenadas para realização deste trabalho. Uma extraordinária profissional e amiga.

Ao meu companheiro de trabalho e amigo Pedro Thiago, pela força que me deu durante todo o experimento.

A minha banca Examinadora: Prof. Dr. Kepler Borges França, Profa Dra Ângela Santiago, Profa Dra Socorro Lopes, por terem contribuído para o melhoramento deste trabalho.

Ao meu coordenador do Laboratório de Química da UFPB, Dr. Max Rocha Quirino e aos amigos Prof. do CCHSA – UFPB em especial ao Prof. Dr. Láesio

Martins pela disponibilização dos seus laboratórios para que fossem realizadas as análises.

Finalmente, a todos que contribuíram e me apoiaram, de forma direta ou indireta, na realização desse trabalho, meus agradecimentos.

"Insista em si mesmo; nunca imite. Seu próprio talento você pode apresentar a cada momento com a força acumulada pelo cultivo de uma vida inteira; mas do talento adotado de uma outra pessoa você tem apenas uma extemporânea posse parcial. Faça o que foi designado para você, e nenhuma esperança ou ousadia poderão ser demais."

Ralph Waldo Emerson

RESUMO

O soro do leite de cabra, sub produto da fabricação do queijo contém: proteínas, lactose, sais e vitaminas. O seu aproveitamento é importante para a preservação do meio ambiente, além de agregar valor ao rejeito do soro, podendo ser uma alternativa de exploração econômica das potencialidades do semi árido paraibano. Muitos estudos relacionados à concentração dos constituintes do soro por ultrafiltração são encontrados na literatura, porém poucos são relacionados ao leite de cabra, que tem algumas características distintas do leite bovino. Com isso, o objetivo deste trabalho foi obter os concentrados do soro do leite caprino pelo processo de Ultrafiltração (UF) e em seguida retirar o máximo possível do sal e da lactose presentes no concentrado global por meio do processo de Diafiltração (DF). As variáveis dependentes estudadas no planejamento experimental completo foram: pH e pressão de entrada (Kg/cm^2). As variáveis independentes foram: fluxo do permeado, fator de concentração de proteínas, fator de retenção de proteínas, concentração de lactose e condutividade elétrica. A cinética de concentração dessas variáveis independentes também foi acompanhada em função do volume de concentração final durante o processo de UF. O processo de remoção de sais e lactose foi obtido em 2 ciclos de DF em série. Os resultados mostraram que o fluxo do permeado diminuiu ao longo do experimento e que foi possível concentrar 4,17 vezes as proteínas presentes no soro. A membrana obteve uma ótima média de retenção chegando a 98% e a DF mostrou-se eficiente reduzindo a concentração de lactose no concentrado global de 50,2 g/L para 11,6 g/L e a condutividade elétrica reduziu-se de 5,2 mS/cm para 1,3 mS/cm.

Palavras Chave: Proteínas do soro, lactose do soro, concentrado protéico.

ABSTRACT

The serum from goat milk sub product from the manufacture of cheese contains: proteins, lactose, salts and vitamins. It is important to make use of goat milk serum in order to preserve the environment. Also, to make use of the waste whey, adds value and increases the economy. Moreover, it could be an alternative to economic exploitation of the potential of the semi arid region of Paraíba. Many studies related to the concentrations of the constituents of whey by ultrafiltration are found in the literature, but few are related to goat's milk, which has some distinct characteristics of bovine milk. The objective of this study was to obtain the concentrated whey goat through the process of ultrafiltration (UF) and then remove as much of the salt and lactose present in the concentrate through the process of global Diafiltration (DF). The dependent variables studied in the full factorial design were: pH and inlet pressure. The independent variables were: the permeate flow, concentration factor proteins, retention factor protein, lactose concentration and electrical conductivity. The kinetics of these independent variables concentration was also monitored as a function of volume, final concentration in the UF process. The process of removing salt and lactose was achieved in two cycles DF series. The results showed that the permeate flow decreased during the experiment. It was possible to concentrate 4.17 times the proteins present in serum, the membrane obtained an optimal average of retention reaching 98%. The dependent variables did not significantly influence the responses of the permeate flux and concentration factor proteins, within the range studied and DF was efficient by reducing the concentration of lactose in concentrated overall 50.2 g / L to 11.6 g/L and electrical conductivity decreased from 5.2 to 1.3 mS/cm.

Keywords: Whey protein, lactose whey, protein concentrate.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Resultados dos dados estruturais dos Censos Agropecuários – Brasil, Nordeste e Paraíba	21
Figura 2 - Confronto dos resultados dos dados estruturais dos Censos Agropecuários – Brasil, Nordeste e Paraíba - 1970/2006	22
Figura 3 – Correntes do processo de separação por membranas	31
Figura 4 – Elemento de membrana espiral	32
Figura 5 – Diâmetro dos poros para cada processo de separação assim como a pressão exercida em cada um deles	32
Figura 6 – Componentes que permeiam e ficam retidos em uma membrana de UF	34
Figura 7 - Ultrafiltração em modo operacional descontínuo com reciclo	36
Figura 8 – Etapas do processo de obtenção do soro do leite de cabra desnatado	42
Figura 9 – Desnatadeira	43
Figura 10 – Equipamento de Ultrafiltração	44
Figura 11 – Esquema do sistema de ultrafiltração em modo operacional contínuo com reciclo utilizado no experimento	45
Figura 12 – Membrana de ultrafiltração	46
Figura 13 – Etapas do processo de concentração e purificação do soro do leite de cabra	50
Figura 14 - Cinética do fluxo do permeado para água padrão em função do VCF. Nas seguintes condições ($T = 30 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$; $P_e = 2 \text{ Kgf/cm}^2$; $P_f = 1,5 \text{ Kgf/cm}^2$; $Q_a = 41 \text{ L/ mim}$)	55
Figura 15 – Acompanhamento Cinético do J_p para o processo de UF do soro do leite caprino nas seguintes condições: ($\Delta P = 0,4 \text{ kgf/cm}^2$; $Q_a = 33 \text{ L/mim}$ e $T = 30 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$)	57
Figura 16 -. Acompanhamento Cinético do FCP do concentrado no processo de UF do soro do leite caprino nas seguintes condições: ($\Delta P = 0,4 \text{ kgf/cm}^2$; $Q_a = 33 \text{ L/mim}$ e $T = 30 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$)	59
Figura 17 – Acompanhamentos cinéticos de C_p (g/L) durante a UF do soro do leite caprino	60
Figura 18 – Acompanhamento cinético do FRP durante o processo de UF do soro do leite de cabra	61
Figura 19 – Acompanhamento cinético da CL em g/L do concentrado durante a UF do soro do leite caprino	63
Figura 20 – Acompanhamento cinético da CL em g/L do permeado durante a UF	63

do soro do leite caprino	
Figura - 21 – Acompanhamento cinético da massa de lactose (g/L) no concentrado durante a UF do soro do leite caprino	64
Figura 22 – Acompanhamento cinético da C.E em mS/cm do concentrado durante a UF do soro do leite caprino	65
Figura 23 – Acompanhamento cinético da C.E em mS/cm do permeado durante a UF do soro do leite caprino	66
Figura 24 – Gráfico de Barras das médias do Jp obtidos nos 7 ensaios nas etapas de UF _f , DF ₁ e DF ₂ no soro do leite caprino	68
Figura 25 – Gráfico de barras das médias do FCP nos 7 ensaios durante as etapas de UF _f , DF ₁ e DF ₂ no soro do leite caprino	69
Figura 26 – Gráfico de barras das médias da concentração de lactose obtida nas etapas de UF _f , DF ₁ e DF ₂ no soro do leite caprino	70
Figura 27 – Gráfico de barras das médias da C.E obtidas nas etapas de UF _f , DF ₁ e DF ₂ no soro do leite caprino	71

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição físico-química do leite de cabra em diferentes países	24
Tabela 2 – Parâmetros permissíveis para o leite de cabra	25
Tabela 3 Composição físico-química do soro do leite caprino e bovino	27
Tabela 4 – Composição das proteínas do soro do leite de cabra e algumas propriedades	27
Tabela 5 – Média das principais proteínas do soro obtido por coagulação ácida de diferentes tipos de leites e raças determinado por cromatografia de exclusão de tamanho	28
Tabela 6 - Ensaio experimentais para realizar o processo de UF do soro do leite de cabra	49
Tabela 7 – Valores obtidos na cinética do JP ($L/mim.m^2$) em função do VCF da Água.	54
Tabela 8 – Condições Iniciais do soro do leite caprino in natura antes do inicio do experimento.	56
Tabela 9 - Resultados obtidos das amostras dos 7 ensaios para CL, C.E, FCP e Jp, do concentrado realizados na UF ₁ , DF ₁ e DF ₂ do soro do leite caprino.	67

ABREVIATURA E SIGLAS

A	Área da Membrana
Å	Angliston
BSA	Albumina do Soro Bovino
C.E	Condutividade Elétrica
CCHSA	Centro de Ciências Humanas, Sociais e Agrárias
CPS	Concentrado Protéico do Soro
C.E	Condutividade Elétrica
CL	Concentração de Lactose
CP	Concentração de Proteínas
DF	Diafiltração
ED	Eletrodialise
FAO	FOOD AND AGRICULTURAL ORGANIZATION
FC	Fator de Concentração
FCP	Fator de Concentração de Proteínas
FRP	Fator de Retenção de Proteínas
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
Jp	Fluxo do Permeado
kDa	Kilo Dalton
kPa	Kilo Pascau
Lact.	Lactose
LG	Imunoglobulina
LP	Leite de Cabra Raça <i>Pardo Alpina</i>
LS	Leite de Cabra Raça <i>Saanen</i>
MAPA	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento
MF	Microfiltração
MMC	Massa Molar de Corte
NF	Nanofiltração
°C	Graus Celsius
OS	Osmose Inversa
pH	Potencial Hidrogeniônico
PL	Ponto Isoeletrônico
PSM	Processos de Separação por Membranas

Pt	Proteínas
Q	Vazão
R	Coefficiente de Rejeição
S.T	Sólidos Totais
SS	Soro do Leite <i>Saanen</i>
T	Temperatura
TPM	Pressão Transmembrana
UF	Ultrafiltração
UFCG	Universidade Federal de Campina Grande
UFPB	Universidade Federal da Paraíba
VCF	Volume de Concentração Final
α -La	α – lactalbumina
β Lg	β – lactoglobulina
Δ P	Varição de Pressão

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	17
1.1 Objetivo Geral	19
1.2 Objetivos Específicos	19
2 REVISÃO DA LITERATURA	20
2.1 A Caprinocultura	20
2.2 Leite de Cabra	23
2.2.1 <i>Composição do Leite de Cabra</i>	24
2.3 Soro do Leite	25
2.3.1 <i>Composição do Soro do Leite Caprino</i>	26
2.3.2 <i>Proteínas do Soro Caprino</i>	27
2.3.2.1 <i>β – lactoglobulina</i>	28
2.3.2.2 <i>α – lactalbumina</i>	29
2.3.2.3 <i>Demais Proteínas</i>	30
2.4 Processos de Separação por Membranas	30
2.4.1 <i>Ultrafiltração</i>	33
2.4.2 <i>Diafiltração</i>	34
2.5 Ultrafiltração em Modo Operacional Descontínuo com Reciclo	35
2.6 Fatores que Afetam o Fluxo do Permeado	36
2.6.1 <i>Temperatura</i>	37
2.6.2 <i>pH da Solução de Alimentação</i>	37
2.7 Fenômenos que Afetam os PSM	38
2.7.1 <i>Fouling</i>	38
2.7.2 <i>Concentração por Polarização</i>	39
2.8 PSM Aplicados ao Soro do Leite de Cabra	39
3 MATERIAL E MÉTODOS	42
3.1 Obtenção do Soro	42
3.2 Equipamento de Ultrafiltração	43
3.3 Membrana de UF	45
3.4 Teste de Permeabilidade da Água	46
3.5 Acompanhamento Cinético	47
3.6 Remoção de Sais e Lactose do Concentrado Global	47
3.7 Planejamento Experimental	48

3.8 Etapas do Processo de Concentração e Remoção de Lactose e Sais do Soro	49
3.9 Parâmetros Operacionais	50
3.9.1 <i>Temperatura</i>	50
3.9.2 <i>Vazão</i>	51
3.9.3 <i>Fator de Concentração de Proteínas</i>	51
3.9.4 <i>Fator de Retenção de Proteínas</i>	51
3.9.5 <i>Fluxo do permeado</i>	52
3.9.6 <i>Volume de Concentração Final</i>	52
3.10 Análises Físico-Químicas	52
3.10.1 <i>Condutividade Elétrica</i>	53
3.10.2 <i>Determinação de Proteínas pelo Método de Lowry</i>	53
3.10.3 <i>Determinação de Lactose pelo Método DNS</i>	53
4. RESULTADOS DE DISCUSSÃO	54
4.1 Teste de Permeabilidade da Água	54
4.2 Acompanhamento Cinético	56
4.3 Aplicação da Diafiltração no Concentrado do Soro do Leite Caprino	67
5. CONCLUSÃO	73
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	74
REFERÊNCIAS	75
ANEXOS	82

1 INTRODUÇÃO

O Nordeste do Brasil possui 1.560.000 km² de superfície, representando 18% da área total do país. Destes, 75% está inserido na região semi árida, o que representa 9,5% da área geográfica nacional, totalizando 850.000 Km², com grande concentração de rebanhos caprinos e ovinos desempenhando importante papel sócio-econômico (IBGE, 2006).

A região semiárida do Nordeste possui condições apropriadas para o desenvolvimento da caprinocultura leiteira, tendo na última década, apresentado considerável crescimento, impulsionado principalmente pela importação de animais de linhagens puras, o que tem elevado o desempenho produtivo do rebanho (FERREIRA e TRIGUEIRO, 1998). Em 2006, a produção nordestina de leite caprino atingiu entre 14 e 15 mil litros/ dia, sendo 11 mil litros para o mercado institucional e 3 a 4 mil para o mercado aberto, sob a forma de leite pasteurizado e derivados, como: queijos, iogurtes, bebida láctea, doce de leite e licor (GALVÃO e LIMA, 2006).

O leite de cabra é um alimento importante para a nutrição humana e vem ganhando espaço entre os produtos lácteos, sendo bastante indicado por médicos e nutricionistas por ser um produto de alto valor biológico, hipoalergênico e de alta digestibilidade.

O soro do leite é um subproduto resultante da fabricação do queijo, contém aminoácidos facilmente digeríveis e também vitaminas, tais como: tiamina, riboflavina, vitamina B6 e B12 e ácido pantotênico (BARBOSA et. al., 2010). O concentrado do soro do leite é utilizado com frequência na obtenção de suplementos nutricionais para atletas, isso porque reforça a defesa natural do organismo humano contra doenças (JACOBUCCI et. al., 2001; MORR e HA, 1993).

Além das propriedades nutricionais, o soro apresenta proteínas com importantes propriedades físico-químicas, destacando-se a emulsificante, a espumante e a gelificante, tornando-o ingrediente de alto valor tecnológico na indústria de produtos lácteos e alimentícios (ROSENBERG, 1995).

Barbosa et. al. (2010) afirmam que 10L de leite de cabra fornecem 9L de soro, ficando assim 1Kg destinado a produção do queijo. Boschi (2006) destaca em seu trabalho o grande problema ambiental gerado pelo despejo do soro em leitos de rios,

isso porque o soro diminui consideravelmente o nível de oxigênio dissolvido na água, logo 1L de soro é capaz de contaminar 1000L de água.

Mulder (1996) considera o processo de separação por membranas como sendo uma operação que utiliza membranas para fracionar soluções, misturas e suspensões envolvendo espécies de tamanho e natureza química diferentes, com o objetivo de separar, concentrar ou purificar as substâncias presentes. Dentre os processos de separação por membranas pode-se destacar a Microfiltração (MF), Ultrafiltração (UF), Nanofiltração (NF), Osmose Inversa (OI) e a Eletrodialise (ED).

A UF utiliza membranas com tamanhos de poros de até aproximadamente 100nm, são retidos compostos com massa molar na faixa de 1kDa a 100kDa trabalhando com pressão inferior a 10 bar. Este processo utiliza como força motriz a diferença de pressão. Trabalhos encontrados na literatura relacionados à ultrafiltração do soro do leite, utilizam membranas com corte de 10 kDa (BALDASSO, 2011; PEREIRA, 2009). Esses autores observaram que com esse corte a água, sais, vitaminas e lactose passam pelos poros da membrana, o que é chamado permeado, enquanto que os lipídeos e as proteínas possuem partículas de tamanhos maiores, ficando retidos pelos poros da membrana e pode ser chamado de retentado ou concentrado.

A Diafiltração (DF) é uma operação unitária que visa remover os sais e lactose presentes no concentrado global obtido na UF. A adição contínua de água é capaz de solubilizar e remover parte da lactose e dos sais minerais, obtendo assim um concentrado mais puro.

Diversos fatores como pH, temperatura, pressão transmembrana, vazão de alimentação, pré tratamento, quantidade de ciclos e fator de concentração, podem influenciar no fluxo do permeado. Além destes fatores, existem dois fenômenos que também prejudicam no fluxo do permeado. Um deles é o aumento do soluto na superfície da membrana, chamado de camada de polarização por concentração. O outro está relacionado à adsorção das moléculas de soluto na superfície da membrana, entupimento de poros e depósito de material em suspensão. Esse fenômeno é conhecido como *fouling* (MULDER, 1986).

Muitos trabalhos relatam estudos realizados com o soro do leite bovino Baldasso (2008), Baldasso et. al (2011), Boshi (2006), Ricea et. al (2009). Enquanto

que com o soro do leite caprino pouco se encontra trabalhos utilizando o processo de UF.

Tendo em vista que muitos estudos foram realizados com o soro do leite bovino e há escassez de trabalhos desenvolvidos com o soro do leite caprino, principalmente na área de obtenção de concentrados por meio do processo de ultrafiltração é que se fez necessário a realização deste trabalho.

Sendo assim, o objetivo deste trabalho foi obter concentrados do soro do leite caprino pelo processo de UF e em seguida remover os sais e lactose presentes no concentrado global através do processo de DF.

1.1 Objetivo Geral

Obter concentrados do soro do leite de cabra por processo de ultrafiltração e remover os sais e lactose presentes no concentrado global por diafiltração.

1.2 Objetivos Específicos

- ✓ Obter o soro do leite de cabra pelo processo de coagulação enzimática;
- ✓ Realizar testes de permeabilidade da água;
- ✓ Acompanhar a cinética de concentração das variáveis respostas dependentes em função do VCF para a etapa de ultrafiltração do soro;
- ✓ Remover os sais e lactose presentes no concentrado global do soro utilizando 2 (ciclos) diafiltrações em série;
- ✓ Determinar o fator de concentração de proteínas, condutividade elétrica, concentração de lactose e obter o fluxo do permeado dos concentrados após as diafiltrações.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 A Caprinocultura

As antigas civilizações tinham como principal atividade a criação de animais, os homens primitivos pastoravam seus rebanhos de ovinos e caprinos. Não se sabe ao certo quando tudo começou, estimativas mais conservadoras como as de Briggs e Briggs (1980), CONAB (2006), acreditam que a domesticação desses animais tenha ocorrido há cerca de 6 mil anos a.C. Enquanto Castro (1984) acredita que a criação de caprinos tenha iniciado por volta de 10 mil anos a.C. inclusive até em passagens bíblicas é relatado a relação entre humanos e a criação de rebanhos de ovelhas e cabras. Ribeiro (1997) também afirma que os primeiros animais a serem domesticados pelo homem foram os caprinos e ovinos.

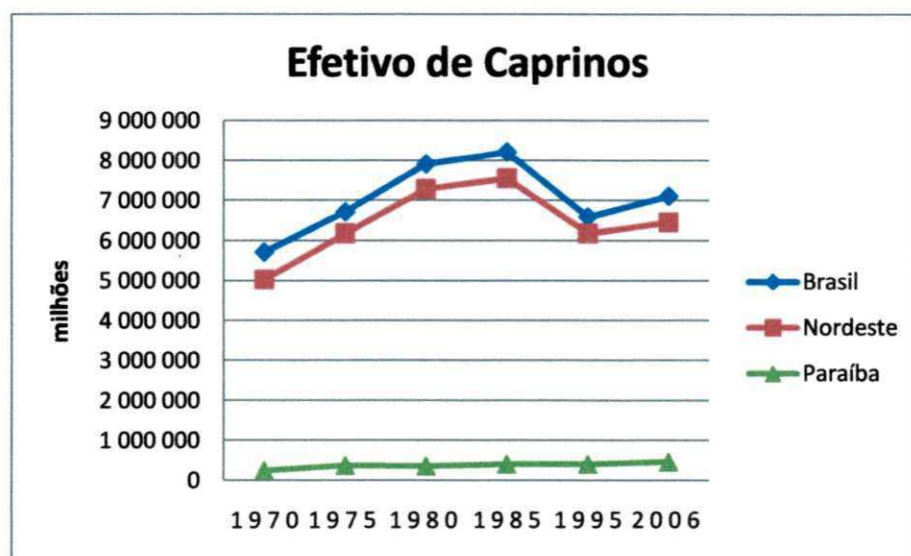
A cabra é um animal que se adapta a condições climáticas, topográficas e de fertilidade bastante diversificadas, isso faz com que essa atividade econômica possa ser desenvolvida em países em que a seca é prolongada como é o caso do nordeste do Brasil. Isso porque gera oportunidade aos pequenos produtores rurais, pois seus derivados podem ser comercializados (carne, o couro, o leite e seus derivados).

De acordo com a FOOD AND AGRICULTURAL ORGANIZATION (FAO, 2006) no ano de 2005 a produção mundial de leite de cabra atingiu 12,5 milhões de toneladas, mas, menos de 5% deste total foi comercializado. De acordo com esta pesquisa o rebanho de caprinos no mundo foi de aproximadamente 743 milhões de animais.

No Brasil a criação de caprinos vem ganhando grande importância, principalmente na região Nordeste local em que o desenvolvimento desta atividade gera sustentabilidade aos criadores de baixa renda (SILVA e ARAÚJO, 2000). Mesmo assim é necessário entender que apesar de muitos esforços estarem sendo realizados para o incentivo da criação de caprinos, o efetivo de animais assim como a produção de leite vem diminuindo quando comparado os anos atuais com a década de 80. De acordo com o último censo agropecuário realizado pelo Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE, 2006) o Brasil obteve o maior efetivo de

animais na década de 80, sendo o nordeste responsável por mais de 90% da produção nacional, como pode ser verificado na Figura 1.

Figura 1 - Resultados dos dados estruturais dos Censos Agropecuários – Brasil, Nordeste e Paraíba.



FONTE: IBGE CENSO AGROPECUÁRIO (1970/ 2006)

A caprinocultura é uma das atividades mais indicadas para a região semiárida sendo bastante explorada no Nordeste brasileiro (CORDEIRO e CORDEIRO, 2008; SAMPAIO et. al., 2009; SIMPLÍCIO et. al., 2004). Esta potencialidade da região semiárida vem despertando o interesse dos governos, para que haja incentivo a criação de caprinos.

A demanda do mercado consumidor por produtos de origem animal de qualidade torna-se cada vez mais intensa estimulando a busca pela produção e processamento de alimentos cada vez mais elaborados e com certificação de qualidade garantida. Tal fato não é diferente para o leite caprino, o qual necessita da aplicação de métodos de produção e beneficiamento diferenciados para que sejam oferecidos produtos melhorados e com aceitação (RAYNAL-LJUTOVAC et. al., 2008).

Acredita-se que, com o melhoramento genético a produção de leite aumente consideravelmente nos próximos anos. De acordo com os censos agropecuários realizados de 1975 a 2006 a produção de leite de cabra mostrou-se uma crescente de 1975 a 1985, chegando a atingir os mais de 35 milhões litros no cenário nacional, com o Nordeste produzindo mais de 27 milhões desse total. Após esse período

houve um declínio e em 2006 a produção nacional foi pouco mais de 21 milhões de litros, sendo o nordeste responsável por aproximadamente 14 milhões daquele total. A Figura 2 ilustra a produção de leite de cabra no Brasil, no Nordeste, e na Paraíba no período de 1975 a 2006. Pode-se observar que em 2006 o estado da Paraíba atingiu uma produção de aproximadamente 3,9 milhões de litros de leite de cabra, enquanto que em 1985 produziu aproximadamente 3,6 milhões, esses números comprovam que o investimento que vem sendo realizado com novas tecnologias e manejos de criação vem obtendo êxito. São números que até contrapõe os dados a nível nacional e regional.

Figura 2 - Confronto dos resultados dos dados estruturais dos Censos Agropecuários – Brasil, Nordeste e Paraíba - 1970/2006



Fonte: IBGE CENSO AGROPECUÁRIO (1970/ 2006)

O estado da Paraíba conta com 223 cidades distribuídas em 4 (quatro) mesorregiões, subdivididas em 23 microrregiões. Limita-se ao norte com o estado do Rio Grande do Norte; ao sul com o estado de Pernambuco; a oeste com o estado do Ceará e a leste com o Oceano Atlântico.

Sousa e Santos (1999) apresentaram dados da Empresa Estadual de Pesquisa Agropecuária do Estado da Paraíba (EMEPA), os quais apresentaram à Paraíba ter o melhor rebanho leiteiro de caprinos, assim como o melhor potencial genético do país para a produção de carne e leite. Os autores citaram ainda que o estado da Paraíba tem grande potencialidade caprina de "gens" e de matrizes leiteiras, depois de 27 anos de investimentos na compra de embriões reprodutores e

matrizes da África do Sul, Espanha, Inglaterra, Estados Unidos e Suíça. Isso pode ser comprovado na Figura 2. A produção de leite de cabra na Paraíba obteve um considerável aumento no período de 1995 a 2006 atingindo aproximadamente 3,9 milhões de litros, enquanto que a produção a nível de Nordeste e Brasil teve um leve declínio em sua produção.

2.2 Leite de Cabra

O leite de cabra é um alimento que possui alto valor nutritivo e contém os elementos necessários a nutrição humana, como: lactose, proteínas, lipídeos, vitaminas, ferro, cálcio, fósforo e outros minerais (BRASIL, 2000).

O leite de cabra apresenta algumas características distintas do leite de vaca. Silva et. al. (2007) recomenda a utilização deste na alimentação de crianças, idosos e pessoas alérgicas ao leite de vaca. Por ser um alimento de alta digestibilidade e trazer benefícios às funções fisiológicas atribui-se a este o caráter de alimento funcional (CORREIA E CRUZ, 2006; ROCHA, 2007).

Furtado (1985) atribuiu a origem da alta digestibilidade ao tamanho do diâmetro dos glóbulos de gordura, estes glóbulos se apresentam bem diferentes, e indica que o leite de cabra deve ser utilizado na alimentação de pessoas idosas, com problemas gástricos ou mesmo de crianças com problemas de alergia ao leite de vaca. Grzesiak (1997) em estudos com relação à composição das proteínas do leite de vaca e de cabra constatou que a caseína $\alpha - s1$ encontra-se em menores quantidades no leite caprino, essa diminuição em relação ao leite bovino facilita a digestão. Entretanto no processo de ultrafiltração esse fato pode ser favorável, pois o leite de cabra possuindo menor caseína, essa quantidade presente no soro será também menor após produção do queijo de cabra, podendo melhorar a permeabilidade do soro do leite de cabra na membrana se comparado ao soro do leite de vaca.

2.2.1 Composição do Leite de Cabra

Os primeiros trabalhos com a composição do leite de cabra foram realizados por Parkash e Jennesses (1968) e Jennesses (1980) e estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Composição físico-química do leite de cabra em diferentes países.

País	Nº de amostras	Nº de animais	Sólidos totais %	Gordura %	Proteínas %	Lactose %	Cinzas %
Bulgária	3	-	13,0	4,7	3,7	3,8	0,69
Egito	-	-	12,2	4,0	3,3	-	-
Alemanha	24	-	13,4	4,6	3,1	5,0	0,80
	primavera						
	15 inverno	-	12,9	3,7	3,5	4,4	0,89
Grã Bretanha	2662	345	13,2	4,5	2,9	4,1	0,79
Índia	-	-	14,6	4,9	4,0	5,1	0,76
Itália	98	12	12,1	3,5	4,2	4,4	-
Noruega	119	-	11,8	3,5	3,2	4,3	0,81
Polônia	291	17	11,3	3,0	3,2	4,8	-
Turquia		8	15,0	5,5	4,6	4,1	0,78
EUA	439	-	13,5	4,6	3,6	4,7	0,81
EUA	-	-	11,7	3,5	3,1	4,6	0,79
Compilação	-	-	13,4	4,1	3,3	4,7	0,77

Fonte: PARKASH e JENNESSES (1968)

Com o passar dos anos a composição físico química do leite de cabra vem sendo exaustivamente estudada por vários pesquisadores (ANDRADE et. al., 2008; ALBENZIO et. al., 2012; BARROS e LEITÃO, 1992; FONSECA et. al., 2006; MESTAWET et. al., 2012; NADER FILHO, 2002; PELLIGRINI et. al., 2012; PARK et. al., 2007; PRATA et. al., 1998; QUEIROGA et. al., 1998; QUEIROGA et. al., 2007; TONIN e PEREIRA, 2005). Sendo os resultados obtidos sempre coesos com os de Parkash e Jennesses (1968).

De acordo com os estudos realizados, a composição físico-química do leite de cabra varia de acordo com a raça, a dieta, os indivíduos, paridade, estação do ano, alimentação, localidade, estágio de lactação, e estado de saúde do úbere (JENNESSES, 1980; JUÁREZ e RAMOS, 1986; LINZELL e PEAKER, 1971; PARKASH e JENNESSES, 1968; SCHMIDT, 1971).

Devido à grande quantidade de fatores que influenciam na composição do leite, o Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) criou a instrução Normativa nº 37 de 31 de outubro de 2000 (BRASIL, 2000), que estabelece requisitos mínimos de qualidade do leite de cabra destinado ao consumo humano. Tais valores e parâmetros podem ser observados na Tabela 2.

Tabela 2 – Parâmetros permissíveis para o leite de cabra.

Parâmetros	Requisitos
Aspecto	Líquido ou, quando for o caso, congelado
Cor	Branca
Odor e Sabor	Característicos
Densidade	0,13 a 0,18
Acidez (% de ácido láctico)	1,0280-1,0340
Proteína total (% m/m)	Mínimo 2,8
Lactose (% m/v)	Mínimo 4,3
Cinzas (% m/m)	Mínimo 0,70
Sólidos Não- Gordurosos (% m/m)	Mínimo 8,20
Gordura (% m/m)	0,6 a 2,9 Máximo

Fonte: Instrução Normativa nº 37 de 31 de outubro de 2000 (BRASIL, 2000)

2.3 Soro do Leite

O soro de leite representa a porção aquosa do leite que se separa do coágulo durante a fabricação convencional de queijos ou da caseína. É um líquido quase opaco e com cor amarelo-esverdeada, que contém aproximadamente metade dos sólidos do leite (ZADOW, 1992).

Pode ser obtido em laboratório ou na indústria por três processos principais: a) pelo processo de coagulação enzimática, enzima quimosina, resultando no coágulo de caseínas, matéria-prima para a produção de queijos e no soro "doce"; b) precipitação ácida no pH isoeletrico (pI), resultando na caseína isoeletrica, que é transformada em caseinatos e no soro ácido; c) separação física das micelas de caseína por microfiltração, obtendo-se um concentrado de micelas e as proteínas do soro, na forma de concentrado ou isolado protéico (SGARBIERE, 2004). O soro doce, subproduto da produção de queijo, é obtido após o tratamento do leite com quimosina; esta enzima ataca especificamente a κ -caseína liberando o polipeptídico

C-terminal de 64 aminoácidos que aparece no soro doce, o glicomacropéptido (MULVIHILL e DONOVAN, 1987).

A sua produção está associada ao fabrico de queijo sendo produzidos 9 a 11 kg de soro por cada 1 kg de queijo (SGARBIERE, 2004). O soro do leite é rico em nutrientes e estes são muitas vezes desprezados ou aproveitados de forma inadequada, sendo fornecido como alimentos na criação de suínos.

Boschi (2006) destaca em seu trabalho o grande problema ambiental gerado pelo despejo do soro em leitos de rios, isso porque o soro diminui consideravelmente o nível de oxigênio dissolvido na água, sendo 1L de soro capaz de contaminar 1000L de água. O uso de tecnologias que possibilitem agregar valor a esse produto é alvo de diversos pesquisadores (ALBENZIO et. al., 2012; MESTAWET et. al., 2012; PELLIGRINI et. al., 2012), existindo uma forte tendência à valorização econômica deste produto.

2.3.1 Composição do Soro do Leite Caprino

Após o processo de coagulação do leite, parte de seus nutrientes ficam retidos no coágulo enquanto que grande parte permanece em solução. A lactose é um carboidrato presente no leite caprino, é um dissacarídeo formado de galactose e glicose. Após o processo de obtenção do soro a lactose é que permanece em maior quantidade devido a sua alta solubilidade em água.

Este soro contém também a maioria das vitaminas presentes no leite, como a vitamina B12, a vitamina B6, ácido pantotênico, riboflavina, tiamina, vitamina C, vitamina A (BALDASSO et. al., 2011).

Os sais minerais do soro do leite são principalmente fosfatos, citratos, cloretos, sulfatos, carbonatos, bicarbonato de sódio, potássio, cálcio e magnésio. São encontrados aproximadamente 20 outros elementos no leite em quantidades menores, inclusive cobre, ferro, silício, zinco e iodo (BALDASSO et. al., 2011).

A composição físico-química do soro do leite caprino e bovino está exposta na Tabela 3.

Tabela 3 Composição físico-química do soro do leite caprino e bovino.

	Soro Caprino	Soro Bovino
Sólidos Totais	7.07 ± 0.09	6,2 - 7,3
Lipídeos	0.84 ± 0.18	0,05 - 0,63
Proteínas	0.63 ± 0.03	0,65 - 1,05
Cinzas	0.57 ± 0.01	0,37 - 0,95
Lactose	5.02 ± 0.24	4,5 - 5,3
Cálcio	0.04 ± 0.01	-
pH	6.34 ± 0.29	-

Fonte: SMITHERS et al. (1996); SANMARTÍN et. al., (2012).

O pH do soro doce é ligeiramente menor do que o do leite fresco, varia de 5,9 a 6,6. Sua composição é bastante similar com a do soro bovino variando de acordo com os fatores que influenciam na composição do leite.

2.3.2 Proteínas do soro caprino

As proteínas do soro representam cerca de 20% das proteínas do leite. As duas principais proteínas em maior quantidade no soro são: α – lactalbumina (α -La) e β – lactoglobulina (β Lg) e perfazem 60 – 80% das proteínas totais do soro. Além dessas são encontradas as soralbumina, imunoglobulinas e caseína macropeptídeos (SANMARTÍN, et. al., 2012). A Tabela 4 apresenta a composição das proteínas totais do soro do leite caprino em pó, reconstituído e clarificado, como também as propriedades de algumas proteínas do soro caprino.

Tabela 4 – Composição das proteínas do soro do leite de cabra e algumas propriedades.

	Proteínas soro caprino%	Massa Molecular (kDa)	Ponto Isoeletrônico
β – lactoglobulina	52,02 ± 2.05	18,3	5,2
α – lactalbumina	11,96 ± 1,05	14,2	4,7 a 5,1
Imunoglobulina G	9,49 ± 1.47	150 a 900	5,9 a 7,3
Soralbumina	4.79 ± 0,33	69	4,9
Caseína macropeptídeos	21,75 ± 0,53	-	-

Fonte: MCKENZIE,(1970); SANMARTÍN et. al., (2012).

Del Val et. al. (1999) citam a β – lactoglobulina como um dos alergênicos do leite bovino.

O leite de cabra contém menores quantidades de β – lactoglobulina e maiores quantidades de α – lactalbumina quando comparadas ao leite bovino, em muitos casos o leite de cabra pode com êxito substituir o leite de vaca na alimentação de indivíduos alérgicos ao leite de vaca. Moatsou (2005) obteve soros ácidos do leite bovino, caprino e ovino de diferentes raças e comparou quanto à quantidade de β – lactoglobulina e α – lactalbumina presentes nestes soros, os resultados podem ser observados na Tabela 5.

Tabela 5 – Média das principais proteínas do soro obtido por coagulação ácida de diferentes tipos de leites e raças determinado por cromatografia de exclusão de tamanho.

Soro ácido	α – lactalbumina (α -La)	β – lactoglobulina (β -Lg)	(β -Lg) / (α -LA)
Bovino			
Hollstein–Friesian	19.18 \pm 0.34	59.30 ^a \pm 0.23	3.09
Schwyz	18.40 \pm 0.72	62.04 ^b \pm 0.54	3.37
Ovino			
Frisarta	11.66 ^d \pm 0.15	65.77 ^e \pm 0.09	5.64 ^e
Chios	15.15 ^f \pm 0.38	59.24 ^c \pm 0.57	3.91 ^c
Karagouniko	12.28 ^e \pm 0.27	62.39 ^d \pm 0.44	5.08 ^d
Boutsiko	8.97 ^c \pm 0.42	59.64 ^c \pm 0.56	6.65 ^f
Caprino			
Skopelos	14.31 ^g \pm 0.20	43.54 ^g \pm 0.98	3.04 ⁱ
Alpino	20.69 ^h \pm 0.15	47.76 ^h \pm 0.17	2.31 ^h
Saanen	22.03 ⁱ \pm 0.37	44.47 ^g \pm 0.16	2.02 ^g

Fonte: MOATSOU (2005)

2.3.2.1 β -lactoglobulina

O leite de todo ruminante contém β -Lg, ao contrário do leite da maioria dos não ruminantes, a exemplo do leite humano (YADA, 2004). A β -Lg tem diferentes variantes sendo elas: A, B, C, D, e E. As principais são as duas primeiras A e B e diferem entre si basicamente em dois aminoácidos o aspartato (posição 64) e a valina (posição 118). Estes aminoácidos são substituídos na β -Lg – B, pela glicina e pela alanina, ambas tem resíduos de cisteína (WIT, 1998). As demais variantes C,D

e E apresentam diferentes mobilidades eletroforéticas. Em meio alcalino a molécula de β -Lg pode ligar-se a lipídeos ácidos e não polares (YADA, 2004).

Para valores de pH compreendidos entre 5,20 (ponto isoelétrico) e 7,50 (faixa que compreende o pH do leite e do soro) e à temperatura ambiente, todas as variantes genéticas investigadas de β -Lg existem principalmente como um dímero estável de dois monômeros unidos por ligações não covalentes, com massa molar de 36,7 kDa. O dímero consiste em duas esferas com raios de 17,9 Å e uma distância de centro a centro de 33,5Å (WONG et. al., 1999).

O monômero de 18,3 kDa só existe em pH inferior a 3,0 ou acima de 8,0. Para valores de pH inferiores a 3,5 as estruturas quaternárias dissociam-se reversivelmente em monômeros devido à forças eletrostáticas repulsivas muito fortes. O dímero dissocia-se em monômeros, com uma extensão de dissociação que ocorre conforme o pH vai baixando. Existe, portanto um rápido equilíbrio monômero-dímero. A constante de dissociação da reação varia de acordo com a variante genética, temperatura, pH e força iônica (WONG et. al., 1999).

2.3.2.2 α -lactoalbumina

A α -La é encontrada em duas variantes genéticas A e B. A variante B consiste em 123 resíduos de aminoácidos com massa molar de 14,17 kDa e a variante A difere disto tendo glicina em vez de arginina na posição 10. A α -La é imprescindível para a síntese de lactose devido a sua influência mútua com a enzima galactosetransferase, sem a α -La, a glicose é um substrato extremamente pobre para esta enzima (WONG et. al., 1999).

A α -La é uma metalo-proteína com um átomo de cálcio que lhe possibilita a ligação a outras proteínas, tendo por isso tendência a polimerizar. Em valores de pH inferiores a 5,0 ocorre uma mudança na estrutura da proteína, uma vez que a acidificação do meio conduz à liberação do íon Ca^{2+} , levando a uma desnaturação reversível e a um processo de agregação, sendo este mais acentuado em temperaturas próximas dos 55 °C (WIT, 1998).

2.3.2.3 Demais proteínas

Ainda são encontradas no soro do leite outras proteínas em menor quantidade que são elas: Albumina do Soro Bovina (BSA), Imunoglobulinas (Ig), Lactoferrina, Lactoperoxidase e existem ainda alguns polipeptídios (proteose-peptonas) resultantes da proteólise das caseínas por enzimas do leite. Aproximadamente 1,1% da proteína do leite total consistem em proteose-peptonas (YADA, 2004).

2.4 Processos de Separação por Membranas (PSM)

O processo de separação por membranas é uma técnica de barreira seletiva que separa duas fases: o permeado e o retentado. A corrente que atravessa a membrana é chamada de permeado enquanto que a corrente que fica retida na superfície da membrana é chamada de concentrado ou retentado (MULDER, 1996). Na indústria de alimentos tanto o retentado como o permeado pode ser objeto de estudo, isso vai depender do que se deseja separar.

A vantagem da separação por membranas está na grande economia de energia, visto que a separação se dá sem a necessidade de mudança de fase, ao contrário dos processos térmicos tradicionais. As proteínas do soro do leite podem desnaturar facilmente com a exposição ao calor, o que faz do PSM a forma mais adequada de se obter concentrados protéicos do soro (BALDASSO et. al. 2011).

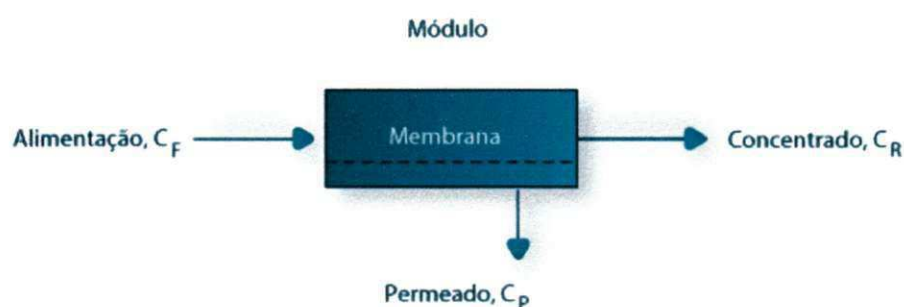
De acordo com Mulder (1996) a permeabilidade das membranas pode ser classificada de acordo com os diferentes critérios como: mecanismos de separação, morfologia física, e natureza química.

A operação da membrana pode ser utilizada a filtração convencional (*dead end*), o fluido é pressionado sob a superfície da membrana, fazendo com que as partículas de tamanho maiores que os poros da membrana fiquem depositadas em sua superfície. A grande desvantagem desse modo de operação é que rapidamente ocorrem entupimentos dos poros, diminuindo consideravelmente a taxa de permeação. Outra operação utilizada é a de fluxo tangencial (*cross flow*) nesta o fluido escoia tangencialmente pela superfície da membrana, é denominado de fluxo

cruzado. A grande vantagem deste modo de operação é que o acúmulo das partículas retidas é bem menor quando comparada a operação convencional (França, 2011).

A corrente de alimentação se divide em duas correntes: O permeado e o retentado. No soro do leite a corrente do permeado é rica em vitaminas, sais minerais e lactose, enquanto que a corrente do retentado é rica em proteínas e uma parte da lactose, o que faz do permeado e do retentado produtos da separação do soro do leite (BALDASSO et. al., 2011). A Figura 3 mostra as correntes do processo de separação por membranas.

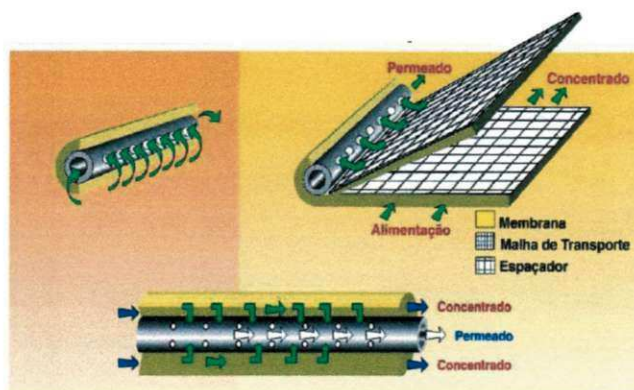
Figura 3 – Correntes do processo de separação por membranas.



Fonte: PORTAL DE ENGENHARIA QUÍMICA (2013).

Existem diversos tipos de membranas as quais são classificadas em dois grupos, as membranas inorgânicas e as poliméricas. Dentre as membranas inorgânicas as membranas cerâmicas tem maior destaque. As membranas poliméricas são freqüentemente utilizadas e podem ser: Plana, Tubular, *Hollow Fiber* e as Espirais, esta última tem maior destaque devido à construção compacta e grande área efetiva de membrana por elemento Mulder (1996). As membranas espirais são soluções de alto custo-benefício em aplicações de grande vazão e quantidades mínimas ou nulas de sólidos suspensos, oferecendo baixo investimento e baixo custo com energia, estando disponíveis para todos os tipos de processo, da microfiltração até a osmose reversa (GEA FILTRAÇÃO, 2013). A ilustração de uma membrana espiral está demonstrada na Figura 4.

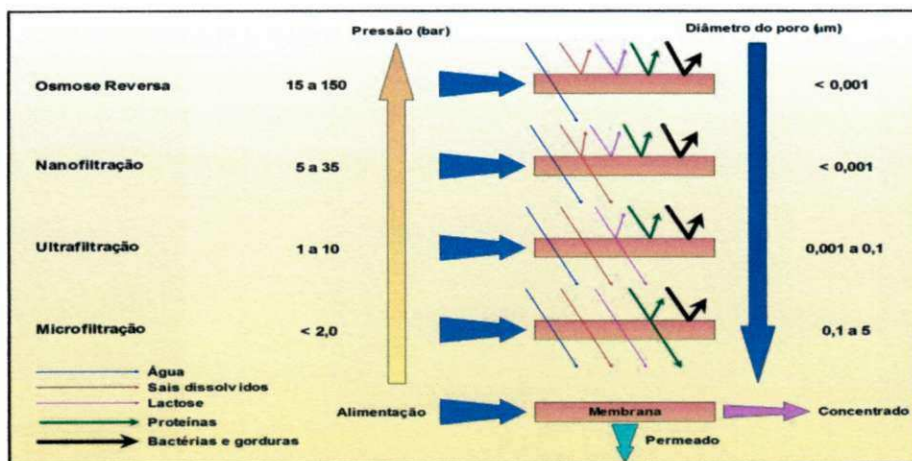
Figura 4 – Elemento de membrana espiral



Fonte: FRANÇA, (2004).

Os processos de separação por membranas são: Microfiltração (MF), Ultrafiltração (UF), Nanofiltração (NF), Osmose Inversa (OI) e Eletrodialise (ED). A escolha do processo está intrinsecamente ligada ao tipo de produto que se deseja obter, pois dependendo do tamanho das partículas é que se determina o tipo de processo a ser utilizado (MULDER, 1996). A Figura 5 mostra o diâmetro dos poros para cada processo de separação assim como a pressão exercida em cada um deles

Figura 5 – Diâmetro dos poros para cada processo de separação assim como a pressão exercida em cada um deles.



Fonte: GEA FILTRATION, (2013).

A força motriz utilizada, bem como a morfologia da membrana, determina o mecanismo de transporte através dessa, que pode ser convectivo e/ou difusivo. No

caso de membranas de MF e UF, o fluxo é essencialmente convectivo, uma vez que estas membranas utilizam como força motriz o gradiente de potencial químico expresso em termos da diferença de pressão através da membrana (BALDASSO et. al., 2011).

A pressão é um dos parâmetros operacionais que pode influenciar na taxa do fluxo do permeado. Chollangi e Hossain (2006) testaram a influência da ΔP na retenção de proteínas e lactose, no soro do leite bovino. Os autores concluíram que, ΔP abaixo de 2 bar, a retenção de proteínas é baixa chegando a aproximadamente 60%, já em ΔP de 2,5 a 3 bar isto pode ser melhorado para aproximadamente 95%.

2.4.1 Ultrafiltração

Os primeiros pesquisadores a estudarem o processo de concentração do leite por UF foram os franceses Maubois, Mocquot e Vassal (patente francesa 2.052.121,1969), e ficou denominado de MMV em homenagem aos inventores. Até 1978 as membranas de UF eram chamadas de primeira e segunda geração, correspondentes às membranas homogêneas e assimétricas, confeccionadas a partir de materiais poliméricos, principalmente o acetato de celulose e polissulfonas (PERES et. al., 1992).

A UF é largamente utilizada na indústria de alimentos, bebidas e laticínios, assim como, em aplicações na biotecnologia e na área médica (HABERT et. al.,1997). É comumente utilizada na indústria alimentícia, de bebidas e láctea, em sistemas de tratamento de efluentes, em aplicações médicas e biotecnológicas (BALDASSO et. al., 2011).

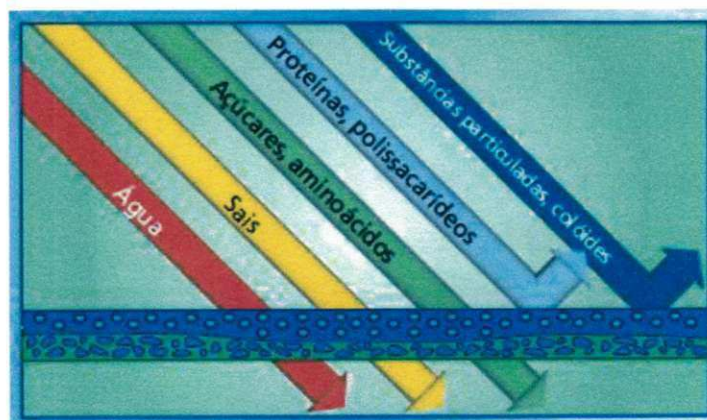
As membranas de UF comerciais são especificadas através da sua massa molar de corte (MMC) cuja unidade mais utilizada é o Dalton (Da). A MMC é definida como a massa molar para a qual a membrana apresenta uma retenção igual a 90 a 95%. A MMC de uma membrana é normalmente determinada através de medidas de rejeição utilizando-se soluções homogêneas de solutos (por exemplo, polietilenoglicol ou dextranas) com massa molar variada e conhecida (BALDASSO et. al., 2011).

A UF é adequada à concentração de soluções, em pressões transmembranas inferiores a 1.000 kPa. São capazes de reter partículas cuja massa molar varia entre 300 e 500.000 Da. Com porosidade de 0,001 a 0,1 μm . Assim, compostos tipicamente retidos nesse processo incluem: açúcares, biomoléculas, proteínas, polímeros e partículas coloidais.

Para Fellows (2006) a UF é uma operação unitária, na qual a água e alguns solutos em uma solução são removidos seletivamente por uma membrana semipermeável. As membranas de UF em comparação com as membranas de osmose inversa (OI) e nanofiltração (NF) apresentam uma porosidade maior e retêm somente macromoléculas como proteínas ou colóides, que têm pressão osmótica mais baixa. Solutos menores são transportados através da membrana com a água. Portanto, a ultrafiltração opera em pressões mais baixas.

Para a produção de um concentrado protéico do soro (CPS) comercial, com composição de 80 % em base seca, é preciso obter 20 % de proteína no retentado na UF. A Figura 6 ilustra os componentes que permeiam e ficam retidos nas membranas de ultrafiltração.

Figura 6 – Componentes que permeiam e ficam retidos em uma membrana de UF.



Fonte: GEA FILTRATION, (2013).

2.4.2 Diafiltração

A Diafiltração é um processo de purificação que consiste em adicionar água a uma das correntes do processo de concentração. No caso do soro do leite o retentado é rico em proteínas, porém ainda traz consigo parte da lactose e dos sais

minerais do leite, sendo assim a adição de água ao retentado do soro “lava” os componentes de menor massa molecular. A diafiltração é utilizada quando se deseja purificar um determinado soluto de uma solução, os contaminantes são compostos de dimensões menores do que as do soluto de interesse (YEE et al., 2007).

A concentração e remoção de sais e lactose do concentrado global do soro usando UF em associação com a DF foi estudada por (BALDASSO et. al., 2011; BOSCHI, 2006; PEREIRA, 2009) os pesquisadores concluíram que a UF associada com a DF, são excelentes processos de concentração e purificação das proteínas do soro e observaram também que é possível a total remoção de sal do concentrado, desde que a operação de DF seja repetida diversas vezes.

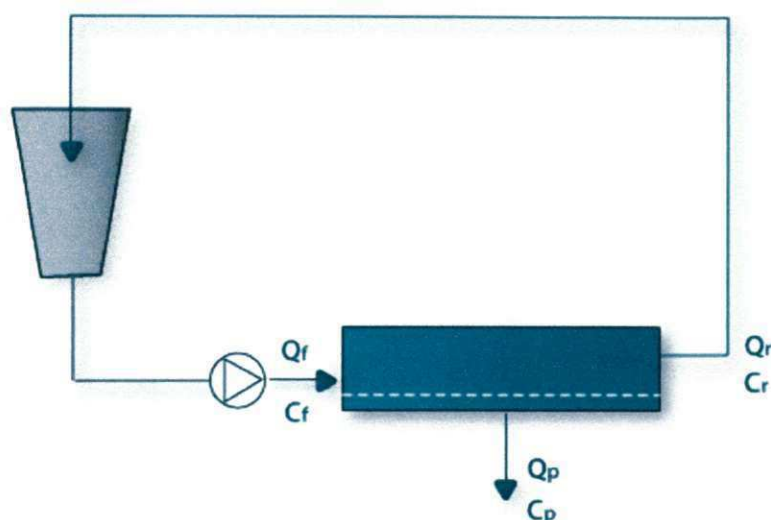
Diversos pesquisadores têm obtido concentrados protéicos através da DF que variam entre 70 – 85% de pureza (ANTUNES, 2003; BALDASSO, 2008; BOSCHI, 2006; PAGNO et. al., 2009).

A redução no tempo de purificação e no consumo de água durante o processo de DF foram também observados por (FOLEY, 2006 e ROMÁN et. al., 2009). O primeiro pesquisador observou que diminuindo a quantidade de água entre um ciclo e outro da DF, é possível reduzir o consumo de água sem aumentar consideravelmente o tempo do processo.

2.5 Ultrafiltração em Modo Operacional Descontínuo com Reciclo

A operação em descontínuo, como se mostra na Figura 7, constitui o modo de operação mais comum em instalações laboratoriais e a escala piloto. Nesta operação o permeado é recolhido continuamente e a corrente de retido é reintroduzida no tanque de alimentação.

Figura 7 - Ultrafiltração em modo operacional descontínuo com reciclo.



Q_p = vazão do permeado Q_f = vazão da alimentação, Q_r vazão do retentado, C_f = concentração na alimentação, C_r = concentração do retentado e C_p = concentração do permeado.

Fonte: PORTAL DE ENGENHARIA QUÍMICA, (2013).

Considerando, uma vez que não há adição de alimentação, o processo decorre em regime transiente, os balanços para este caso estão expressos pelas equações abaixo retiradas do Portal de Engenharia Química (2013):

Balanço total para o módulo

$$Q_f = Q_r + Q_p \quad (1)$$

Balanço ao soluto para o módulo

$$Q_f C_f = Q_r C_r + Q_p C_p \quad (2)$$

2.6 Fatores que Afetam o Fluxo do Permeado

O fluxo do permeado depende das propriedades da membrana, do produto a ser separado e das condições de operação tais como a pressão, velocidade de escoamento tangencial e fator de concentração. É fortemente influenciado pela temperatura da solução de alimentação. Outro parâmetro importante que afeta o

fluxo através da membrana é o pH. Este parâmetro influencia, principalmente, na solubilidade dos componentes da alimentação, alterando as interações entre essa solução e a membrana (BALDASSO et. al., 2011).

2.6.1 Temperatura

Em geral, temperaturas mais altas aumentam o fluxo do permeado, devido à redução da viscosidade do fluido, aumentando a velocidade de difusão e à modificação das interações membrana-solução. O desejável é trabalhar com a maior temperatura possível respeitando os limites estabelecidos da membrana e do produto (PEREIRA, 2009).

As proteínas do soro podem sofrer desnaturação quando em contato com o calor. O soro "doce" obtido da produção do queijo tem temperatura de aproximadamente 30°C. Apesar da temperatura reduzir a viscosidade do soro proporcionando um fluxo maior, economicamente pode tornar-se inviável já que o aumento da temperatura implica em maiores custos, portanto é recomendado se trabalhar em temperaturas amenas. Outro problema que a alta temperatura pode acarretar, é que pode haver mudanças através da desnaturação ou agregação na estrutura das proteínas.

Ricea et. al (2009) verificam que o *fouling* ocorre mais rapidamente em altas temperaturas (50°C) e em pH alcalino (8,9), devido especialmente a precipitação de fosfato de cálcio que formam uma camada espessa visível na membrana.

2.6.2 pH da Solução de Alimentação

O pH influencia na solubilidade das proteínas e, conseqüentemente, promove o aumento da concentração gel (camada gel). O efeito do pH sobre a solubilidade possibilita obter concentrados com maior concentração e fluxo de permeado maior, ou seja, considerando que o ponto isoelétrico (pI) da maioria das proteínas do soro de leite está entre 4 e 5, nesta faixa de pH o fluxo é reduzido devido a baixa solubilidade da camada gel formada (PEREIRA, 2009). Em condições

mais afastadas do pI das proteínas do soro de leite são esperadas mudanças no coeficiente de transferência de massa (K), promovendo aumento do fluxo nas condições de maiores solubilidades (PORTER, 1990 apud PEREIRA, 2009).

A influência do pH na obtenção de concentrados protéicos do soro foi estudada por diversos pesquisadores (BACHIN et. al., 2006; BRANS et. al., 2004; NARONG e JAMES, 2008; RAO, 2002; VAN REIS et. al., 1999)

Brans et. al. (2004) afirmam que o ajuste do pH e adição de sal podem influenciar nas interações eletrostáticas e esféricas entre as proteínas e as membranas, enquanto que Bachin et. al (2006) relatam que a aproximação do pH da solução com o pH isoelétrico dos proteínas causa uma redução na solubilidade, sendo mais propícia a formação do *fouling*.

2.7 Fenômenos que Afetam os PSM

Com um determinado tempo de operação as membranas apresentam uma diminuição considerável no fluxo do permeado assim como em suas características de retenção. Isso ocorre devida a ocorrência de dois fenômenos conhecidos como: camada de polarização e *fouling* (MULDER, 1986).

2.7.1 Fouling

Segundo Bosch (2006) o *fouling* é um fenômeno de camada limite em que os solutos se depositam e/ou são adsorvidos na superfície e nos poros da membrana, modificando a sua estrutura e as propriedades de separação da mesma. O autor destaca ainda que, os principais fenômenos que contribuem para o *fouling* é a adsorção das moléculas de soluto na superfície da membrana e/ou no interior dos poros, entupimento de poros por moléculas ou partículas em suspensão e o depósito de material em suspensão sobre a superfície da membrana a chamada formação de uma torta.

2.7.2 Concentração de Polarização

O acúmulo de soluto na superfície da membrana faz com que ocorra um aumento no gradiente de concentração, ocorre a contra difusão do soluto que está depositado na superfície da membrana para o seio da solução em escoamento. Este acúmulo de soluto próximo a superfície da membrana tem concentração muito maior que a concentração na solução em escoamento. A esta camada dá-se o nome de camada de polarização por concentração (MULDER, 1986).

A polarização por concentração pode ser reduzida com mais facilidade do que o *fouling* devido à natureza química da sua interação com a superfície da membrana (MULDER, 1986).

2.8 PSM Aplicado ao Soro do Leite de Cabra

Ao longo dos anos vários pesquisadores vêm estudando o processo de obtenção de concentrados a partir do soro do leite: testes com diferentes membranas de filtração, os fatores que afetam no fluxo do permeado (*fouling* e polarização por concentração) e parâmetros operacionais como: pressão, pH, força iônica, temperatura, fator de concentração e vazão volumétrica é escopo da maioria dos trabalhos realizados.

Apesar de várias pesquisas serem realizadas com o soro do leite, poucos são os trabalhos relacionados ao soro do leite de cabra, sendo esta uma das motivações que levaram a realização desse trabalho. Esta seção trata de alguns estudos realizados na obtenção de concentrados protéicos do soro do leite de cabra.

Um dos primeiros trabalhos realizados no Brasil relacionado a concentração do soro do leite de cabra por UF seguida de DF, foi realizado por Carneiro (1997), quando estudou as propriedades funcionais tais como: solubilidade e gelatinização, após a obtenção dos concentrados. Três concentrados foram produzidos, os quais apresentaram a seguinte faixa de Proteínas 55,87 – 72,01%. Já para a lactose a faixa ficou entre 14,23 – 26,73%. A composição de aminoácidos foi comparada favoravelmente com o padrão da Food and Agriculture Organization – FAO. Os

concentrados foram solúveis na faixa de pH de 2,0 a 8,0, com pequenas diferenças entre eles. A menor solubilidade foi observada a pH 5,0 e a maior a pH 8,0. A mínima concentração de proteínas requerida para formação de gel foi de 3% a pH 7,0.

Olim (2002) produziu concentrados protéicos do soro do leite caprino utilizando membranas de fibra oca de polissulfona com corte de 10kDa e área de 1,3 m². Amostras do retentado e do permeado com fator de concentração 2 (FC2) e 4 (FC4) foram tomadas para análise de composição química. Para condições operacionais de pressão transmembrana na faixa de 0,2 a 1,2 bar e de vazão volumétrica entre 1,8 e 4,0 m³/h, foi possível verificar, através do planejamento experimental, o efeito combinado destes parâmetros sobre a porcentagem de variação da relação, entre proteína e lactose (Pt/Lact) a FC4. Em relação a alimentação e sobre o fluxo de permeado global, também até FC4. O aumento da vazão volumétrica melhorou sensivelmente o fluxo de permeado, sendo que a 4m³/h a pressão transmembrana de 1,2 bar foi obtido o maior fluxo do permeado e maior concentração relativa de proteína, tendo a relação Pt/Lact assumindo o mais alto valor (3,93) na etapa de concentração a FC4.

Um trabalho que chama bastante a atenção é o de Martinez-Ferez et. al. (2009), pois raramente os pesquisadores utilizam o permeado do soro obtidos por UF com finalidades de reaproveitamento de alguns dos seus constituintes. Porém este autor avaliou o potencial de utilização de uma membrana de 50 kDa tubular cerâmico na produção de permeados de leite de cabra com um teor reduzido de proteína, o processo contínuo de DF concebido foi capaz de recuperar 95% dos oligossacarídeos no permeado e manter 94% das proteínas no concentrado após 3 DF realizadas em um tempo de 12,3 h de operação. Um modelo dinâmico que consiste em um sistema de equações diferenciais e algébricas foi capaz de reproduzir os dados experimentais e foi ainda mais útil para determinar o número mínimo de módulos de membrana necessários para atingir uma recuperação necessária de oligossacarídeos.

Sanmartín et. al. (2012) obtiveram concentrados protéicos do soro do leite de cabra fabricados através de clarificação por precipitação thermocalcic (Precipitação térmica do soro a 95°C, durante 5 min.) seguido da UF e DF. Os lipídeos e composições de proteínas destes concentrados foram avaliados e comparados com

os da clarificação de subprodutos (agregados) e concentrado protéico de soro bovino comercial. O soro do leite de cabra clarificado por precipitação thermocalcica obteve um concentrado protéico com alto teor de proteínas (74%) e baixo teor de lipídeo (6%). Este pré-tratamento aumentou os teores de cinzas e de cálcio. A composição protéica e a percentagem de fosfolípidos e os ácidos graxos principais não foram influenciadas pelo processo de clarificação. Os agregados mostraram um perfil de proteína diferente com os mais altos níveis de caseino macropeptideo e imunoglobulina G. O concentrado protéico do soro caprino apresentou composição semelhante de proteínas, porém, com mais baixo teor de fosfolípidos e elevado teor de ácidos gordos saturados de cadeia curta quando comparado ao concentrado de proteína de soro de leite bovino.

Sanmartín et. al. (2013) estudaram a funcionalidade das proteínas do soro de leite de caprinos. O soro de leite caprino foi clarificado (tratado) por precipitação thermocalcic (Precipitação térmica do soro a 95°C, durante 5 mim.). Em seguida foi ultrafiltrado e diafiltrado, logo após, foi feita a liofilização do retentado obtido. A funcionalidade destes pós foi comparada com: o concentrado protéico do soro não tratado obtidos por UF e DF, clareamento com subprodutos (agregados) e um concentrado de proteína de soro do leite bovino comercial. O tratamento (clarificação) aumentou a capacidade de emulsificação, a pH 7. Outras propriedades funcionais não foram melhoradas pelo processo de clarificação. Os autores constataram que as proteínas do soro de caprinos concentradas apresentaram maior solubilidade e estabilidade de emulsão quando comparadas ao soro de leite bovino comercial. As proteínas do soro de leite concentrado clarificado também apresentaram uma maior capacidade emulsionante do que o concentrado de proteína do soro de leite bovino comercial. É que também os concentrados de proteínas soro do leite de caprinos e concentrado de proteína do soro do leite bovino não demonstraram a capacidade de formação de espuma. Os agregados podem também ser úteis na fabricação de alimentos, devido à sua funcionalidade.

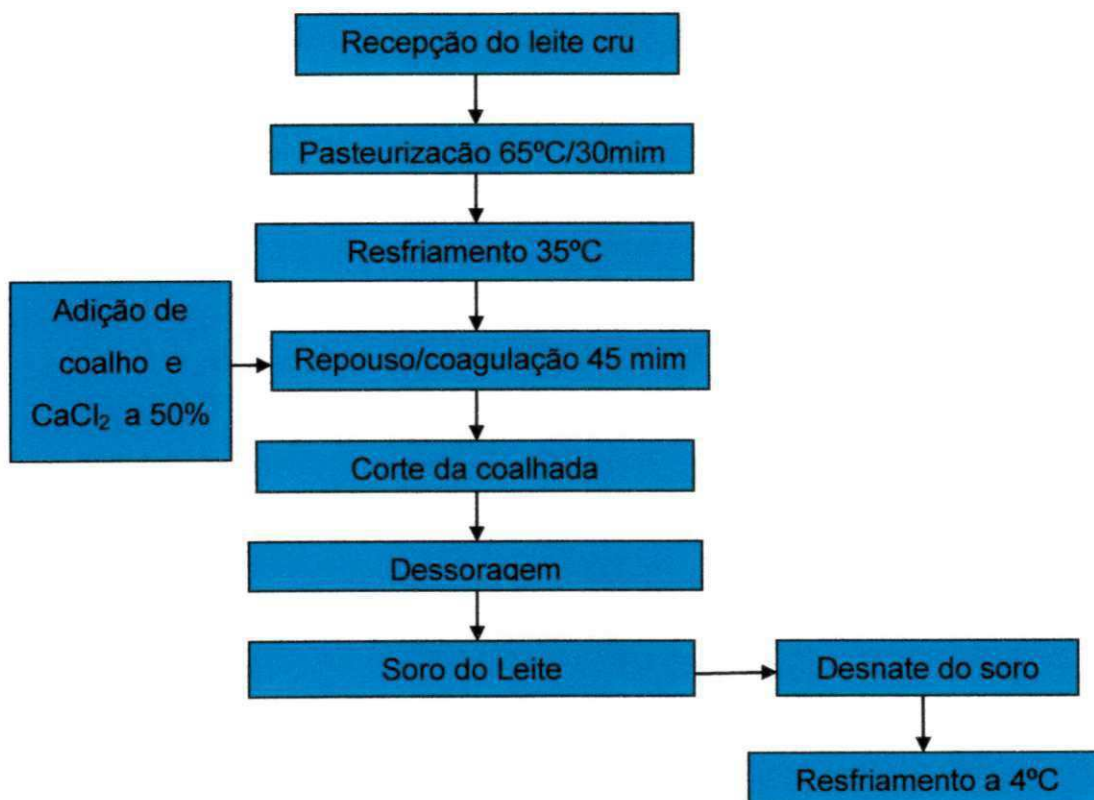
3.MATERIAL E MÉTODOS

Neste capítulo serão descritos os procedimentos para obtenção do soro do leite caprino, os equipamentos, e o planejamento experimental utilizado para a obtenção dos concentrados por UF/DF.

3.1 Obtenção do Soro

O leite de cabra foi gentilmente fornecido pela Fazenda Carnaúba, localizada no município de Taperoá – PB e pelo Centro de Ciências Humanas Sociais e Agrárias – CCHSA, da UFPB Campus III – Bananeiras – PB. As raças foram diversificadas devido à escassez de leite de cabra, isso porque não foi possível obter uma quantidade necessária para experimento utilizando o leite de uma única raça. O leite de cabra foi levado ao laticínio do CCHSA, para a obtenção do soro. A Figura 8 mostra as etapas de do processo de obtenção do soro do leite de cabra desnatado.

Figura 8 – Etapas do processo de obtenção do soro do leite de cabra desnatado.



Foi adicionado ao leite de cabra pasteurizado o coalho (enzima quimosina), a uma proporção de 3 mL do coalho para 10L de leite, em seguida foi preparada uma solução de CaCl_2 a 50% e adicionada a uma proporção de 2,5 mL para cada 10L de leite. Após homogeneização, deixou-se o sistema em repouso por um período de 45 min a uma temperatura de 35 °C para que haja a coagulação. Após essa etapa, o coágulo foi cortado para separação do soro do leite de cabra, este será desnatado em desnatadeira e armazenado em câmara fria a 4°C até a realização do experimento. O equipamento utilizado no desnate está ilustrado na Figura 9.

Figura 9 – Desnatadeira



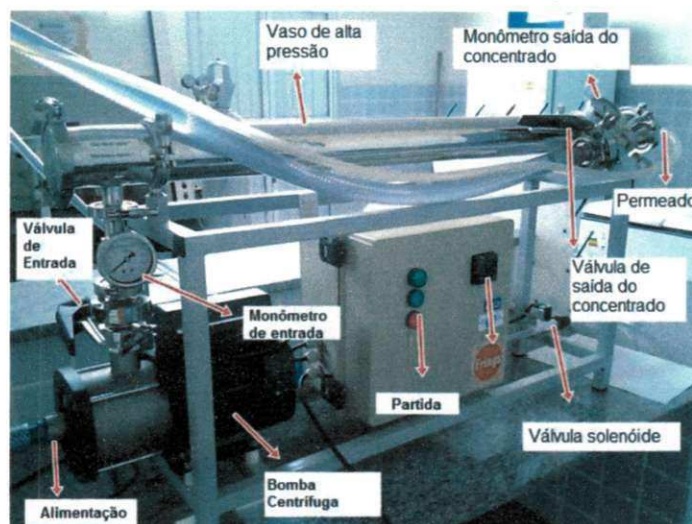
Fonte: Marques (2013)

3.2 Equipamento de Ultrafiltração

O sistema de ultrafiltração em módulo tangencial foi projetado pela Frings Engenharia do Brasil, dispondo de uma bomba centrífuga, duas válvulas (uma logo após a bomba e a outra na saída do concentrado), dois monômetros (um na entrada da alimentação e outro na saída do concentrado), controlador de temperatura, um elemento sensor tipo PT100, uma válvula solenóide que abre e fecha a circulação de água de resfriamento, uma serpentina em aço inox e um rotâmetro de 0 - 50 L/mim.

O vaso de alta pressão e as válvulas são construídos em aço inox, como mostra a Figura 10

Figura 10 – Equipamento de Ultrafiltração



Fonte: Marques (2013)

O sistema tem duas válvulas, uma logo após a bomba e outra na saída do concentrado. Na partida, a primeira operação realizada foi o enchimento de todas as linhas com água ou o soro do leite. Abriram-se ambas as válvulas e certificou-se de que todo o conjunto de UF estava cheio. Então se fechou a válvula após a bomba. A bomba não deve ser ligada sem líquido, pois isso causa danos ao selo mecânico.

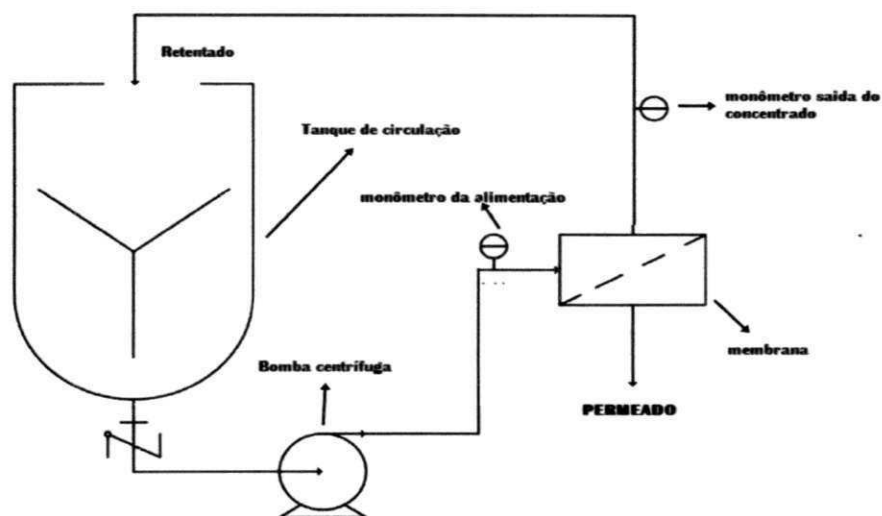
Com a bomba cheia de líquido e com a válvula de entrada fechada, ligou-se a bomba no painel, e então se abriu a válvula lentamente, para fazer fluir o líquido pelo sistema, retornando ao tanque de circulação. A diferença de pressão recomendada pelo fabricante não deve exceder 0,8 bar. Pois valores maiores podem danificar a membrana.

Fechou-se a válvula de saída do concentrado lentamente, para ajustar a pressão de modo a obter no monômetro de entrada a pressão desejada para o processo. A saída do permeado permaneceu sempre aberta, o módulo não permite operação de retrolavagens (injeção de solução de limpeza pelo lado do permeado). O Sistema de resfriamento foi acoplado a uma torneira.

O tanque de circulação é construído de PVC, com capacidade para 50L sendo acoplado a ele o sensor PT100 e a serpentina em aço inox.

O funcionamento do sistema de ultrafiltração foi realizado em modo operacional descontínuo com reciclo, assim como mostra a Figura 11.

Figura 11 – Esquema do sistema de ultrafiltração em modo operacional contínuo com reciclo utilizado no experimento.



Fonte: Marques (2013)

3.3 Membrana de UF

A membrana de ultrafiltração utilizada no experimento é constituída de um material de polietersulfona, modelo UP010-P, em modulo espiral, da marca MICRODYN-NADIR. O modelo UP010-P é do tipo WY-UP-2440, com 2,4 polegadas de diâmetro e 40 polegadas de comprimento, contém uma área de $1,8 \text{ m}^2$, com massa molecular de corte de 10kDa, taxa de rejeição de 63 – 85%, com faixa de pH de 2 – 11 e temperatura de 5 – 55 °C. O fluxo para água é $> 150 \text{ L/m}^2\text{h}$. Tamanho dos poros na faixa de 210 – 250 μm .

A Figura 12 mostra a ilustração da membrana utilizada no experimento.

A cinética do J_p ($L/mim.m^2$) em função do VCF utilizando água destilada com $C.E = 2 \mu S/cm$, foi acompanhada até o volume limite de 10L no tanque de alimentação. A cada 5L permeados o tempo foi anotado e leituras de vazão foram realizadas. A cada ensaio que antecedeu a UF do soro do leite caprino, o teste de permeabilidade foi realizado. Foram mantidas as mesmas condições de operação entre um ensaio e outro: $Q_a = 41L/mim$, $T = 30 \pm 3 \text{ }^\circ C$; $P_e = 2 \text{ Kgf/cm}^2$; $P_f = 1,5 \text{ Kgf/cm}^2$. Este teste de permeabilidade foi realizado a fim de observar o efeito da camada de polarização e *fouling* na superfície da membrana, assim como, a eficiência da lavagem da mesma.

3.5 Acompanhamento cinético

A cinética do fluxo do permeado, fator de concentração de proteínas - FCP, fator de retenção de proteínas - FRP, condutividade elétrica - C.E e concentração de lactose - CL em função do VCF, no concentrado e no permeado, foram acompanhadas durante a realização do experimento.

A cada 5L permeados foram anotados os tempos e coletados 100mL das amostras do permeado e do concentrado para posteriores determinações de concentração de proteínas, condutividade elétrica e concentração de lactose. Devido às condições iniciais do soro não serem as mesmas, a partir das concentrações obtidas, calculou-se o FCP, FRP, CL e C.E.

O VCF não pode ser superior a 5, devido as limitações do equipamento, o tanque de alimentação requer um volume mínimo de 8L e um volume morto de 2L, totalizando 10L. Abaixo dessa quantidade a bomba começa a cavitatar.

3.6 Remoção de sais e lactose do concentrado global

A fim de se obter um retentado mais puro, ou seja, com a menor concentração possível de sais e lactose, utilizou-se a DF. Esta consiste na adição de água ao concentrado remanescente da UF.

Após a etapa de concentração o retentado permaneceu no tanque de alimentação, se iniciou os ciclos de diafiltração em série. Foram realizados dois ciclos nas seguintes condições:

1º Ciclo – Adicionou-se de 10L de água destilada ao concentrado, permeando até Fator de Concentração Volumétrico (FCV) = 2 (Volume final 10L).

- ✓ 2º Ciclo – Adicionou-se de 10L de água destilada ao concentrado do 1º ciclo, permeando até FCV = 2 (Volume final 10L).

Ao final de cada ciclo anotou-se o tempo gasto e foram coletados 100mL do permeado e 100 mL do retentado para realização das análises físico-químicas.

3.7 Planejamento Experimental

A literatura relata diversos fatores que podem influenciar nas respostas do Jp, FCP, FRP, CL e C.E. tais como: temperatura, pressão, pH, força iônica, vazão de alimentação e concentração inicial (BALDASSO, 2011; PEREIRA, 2009). Optou-se por estudar neste trabalho o pH e a pressão de entrada, visto que, o pH é um fator que pode variar com a qualidade inicial do soro e a melhor condição é aquela em que não se faz necessário correção de pH. A pressão é a força motriz utilizada nos processos de separação por membrana sendo esta determinante na realização do projeto. Escolheram-se também esses fatores baseado em experimentos preliminares realizados com o equipamento de UF da Frings Engenharia do Brasil. O equipamento mostrou-se bastante limitado a variação de outros fatores que não fossem o pH e a pressão de entrada.

Sendo assim dividiu-se o experimento em 7 ensaios com valores de pH e pressão de entrada conforme na Tabela 6.

Tabela 6 - Ensaio experimentais para realizar o processo de UF do soro do leite de cabra

Ensaio	pH	P _e (Kgf/cm ²)
1	7	3
2	5	3
3	5	2
4	7	2
5	6	2,5
6	6	2,5
7	6	2,5

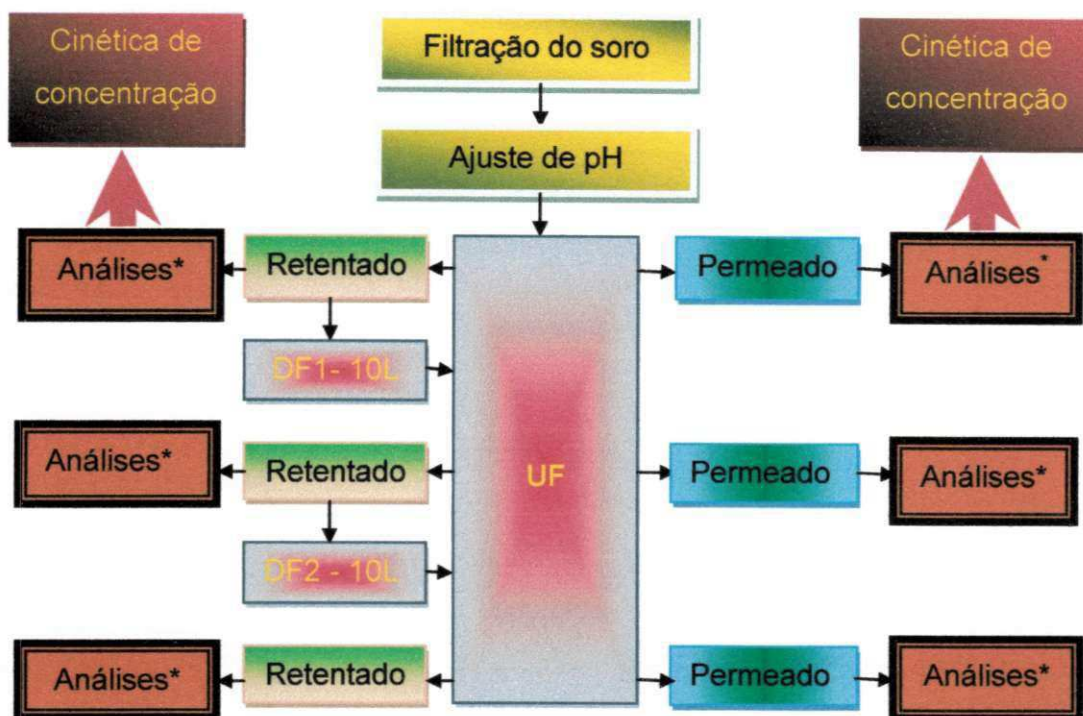
Os valores dos níveis da Tabela 6 foram baseados nos experimentos preliminares com o soro, os quais mostraram as limitações: do aparelho de UF e das condições iniciais do soro. O pH muito ácido ou muito alcalino pode causar precipitação ou agregação das proteínas dificultando a permeação pelos poros da membrana, A pressão de 3 Kgf/cm² foi a maior possível devido a bomba não exercer uma força suficiente para que o soro permeasse a membrana, já para água foi possível obter uma pressão de até 5Kgf/cm² isso porque o soro é mais viscoso e mais denso que água. E a pressão de 2Kgf/cm² foi a menor possível para o início o escoamento do soro.

3.8 Etapas do processo de concentração e remoção de lactose e sais do soro

Na Figura 13 encontram-se as etapas dos processos de concentração e purificação do soro do leite de cabra

O soro do leite foi filtrado e em seguida realizado o ajuste do pH de acordo com o ensaio a ser realizado, utilizando Hidróxido de Sódio a 1% para alcalinizar ou ácido cítrico 1% para acidificar. Com o pH ajustado iniciou-se o processo de UF, a cada 5 L permeado foram coletados 100mL do permeado e 100 mL do retentado para que as cinéticas de concentração de lactose, proteínas e C.E fossem acompanhadas. Ao retentado final da UF adicionou 10 L de água destilada (DF) e passou novamente pelo processo de UF, o permeado e o retentado foi analisado quanto as determinações citadas acima, ao retentado resultante da 1ª DF foi adicionado mais 10L de água destilada, obtendo mais uma vez o permeado e retentado da 2ª DF, onde foram realizadas as análises físico-químicas.

Figura 13 – Etapas do processo de concentração e purificação do soro do leite de cabra



3.9 Parâmetros Operacionais

As condições de operação tais como temperatura, vazão, fluxo do permeado, fator de concentração e fator de concentração volumétrico serão discutidas nesta seção.

3.9.1 Temperatura – T

A temperatura utilizada para obtenção do concentrado protéico foi de $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3$, isso porque a temperatura que o soro do queijo de coalho é obtido é de aproximadamente 30°C . Outro fator que levou a fixar esta temperatura é que as proteínas podem facilmente agregar-se ou desnaturar-se com a exposição ao calor.

Com o passar do tempo o soro estando em circulação, à bomba centrífuga tende a aquecê-lo, portanto para que isso não aconteça o sistema de UF é composto por um sistema de resfriamento, com um sensor acoplado ao tanque de

alimentação, tendo este uma serpentina que circula a água fria controlada por uma válvula solenóide.

3.9.2 Vazão – Q

A Vazão do permeado foi medida através de provetas graduadas de 2L, e do concentrado foi obtida através de rotâmetro instalado na saída da corrente do concentrado. A vazão de alimentação foi calculada, sendo a soma das duas correntes de saída igual à corrente de entrada.

3.9.3 Fator de Concentração de proteínas – FCP

O fator de concentração de proteínas foi determinado pela relação entre a concentração final do concentrado e a concentração inicial do concentrado. Conforme Equação 5:

$$FCP = \frac{C_f}{C_i} \quad (3)$$

C_f = concentração final

C_i = concentração inicial

3.9.4 Fator de Retenção de Proteínas

O fator de retenção de proteínas foi determinado pela relação entre a concentração de proteínas no permeado e a concentração de proteínas no concentrado descrito na Equação 6.

$$FRP = 1 - \frac{C_{pp}}{C_{pc}} \quad (4)$$

C_{pp} = Concentração de proteínas no permeado

C_{pc} = Concentração de proteínas no concentrado

3.9.5 Fluxo do permeado – J_p

O fluxo do permeado é definido como a relação entre a vazão do permeado com a área superficial total da membrana conforme a Equação 7:

$$J_p = \frac{Q_p}{A} \quad (5)$$

Q_p = Vazão do permeado (m^3/h)

A = Área superficial da membrana (m^2)

t = tempo (h)

ΔV = Variação de volume do permeado (L)

3.9.6 Volume de Concentração Final – VCF

O VCF foi determinado pelo volume inicial da alimentação sobre o volume final do concentrado (equação 8).

$$VCF = \frac{V_a}{V_c} \quad (6)$$

V_a = Volume inicial da alimentação

V_c = Volume final do concentrado.

3.10 Análises Físico-Químicas

As análises Físico-Químicas do soro do leite de cabra foram conduzidas em triplicata para as amostras do permeado e concentrado

3.10.1 Condutividade Elétrica – C.E

A condutividade elétrica foi medida de forma direta em Condutímetro de marca TECNOPON Modelo nCA 150, os resultados foram expressos em mS/cm. A quantidade de sais presentes na solução pode ser observada por meio da condutividade.

3.10.2 Determinação de Proteínas Pelo Método de Lowry

A determinação do teor de proteína foi realizada através do método de Lowry et al. (1951). Este método tem como objetivo determinar a concentração de proteínas numa solução com o reagente colorimétrico (Folin Ciocalteau). Em condições alcalinas esta substância interage com as proteínas da amostra gerando um complexo de cor azul que pode ser medido num espectrofotômetro no comprimento de onda de 750 nm. A técnica é bastante sensível, apresentando várias vantagens em relação a outros métodos colorimétricos. No experimento foram elaboradas curvas padrões com albumina de soro bovino (BSA) a 5 mg/mL como solução padrão, foi obtido um fator de calibração médio para calcular a concentração de proteínas na amostra. A metodologia utilizada encontra-se no Anexo A.

3.10.3 Determinação de Lactose pelo Método DNS

A concentração de lactose foi determinada seguindo a metodologia descrita por Miller (1959), com algumas adaptações, a qual se baseia na redução do ácido 3,5 dinitrossalicílico (DNS) a 3-amino-5-nitrosalicílico, simultaneamente com a oxidação do grupo aldeído do açúcar a grupo carboxílico. A metodologia encontra-se no Anexo A.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Teste de permeabilidade da Água

Os resultados da cinética do fluxo do permeado ($L/h.m^2$) em função do volume de concentração final (VCF) no teste de permeabilidade da água estão apresentados da Tabela 7. Foram mantidas as mesmas condições de operação entre um ensaio e outro: $Q_a = 41L/mim$, $T = 30 \pm 3 \text{ }^\circ C$; $P_e = 2 \text{ Kgf/cm}^2$; $P_f = 1,5 \text{ Kgf/cm}^2$.

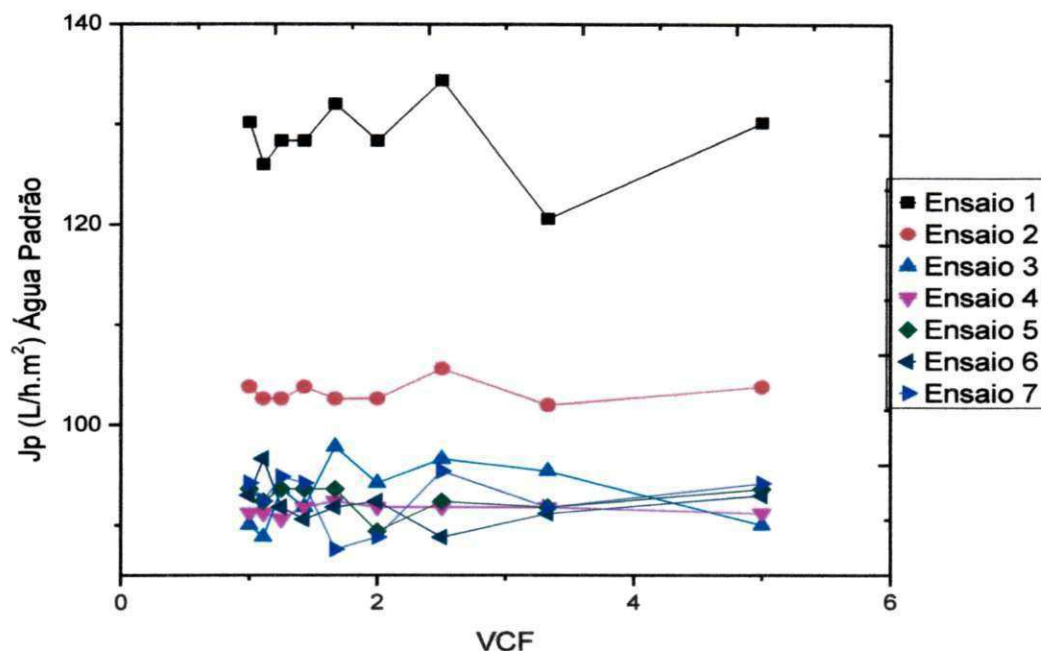
Tabela 7 – Valores obtidos na cinética do JP ($L/mim.m^2$) em função do VCF da Água.

VCF	Ensaio 1	Ensaio 2	Ensaio 3	Ensaio 4	Ensaio 5	Ensaio 6	Ensaio 7
1,00	130,2	103,8	90	91,2	93,6	93	94,2
1,11	126	102,6	88,8	91,2	92,4	96,6	92,4
1,25	128,4	102,6	93,6	90,6	93,6	91,8	94,8
1,43	128,4	103,8	91,8	91,8	93,6	90,6	94,2
1,67	132	102,6	97,8	92,4	93,6	91,8	87,6
2,00	128,4	102,6	94,2	91,8	89,4	92,4	88,8
2,50	134,4	105,6	96,6	91,8	92,4	88,8	95,4
3,33	120,6	102	95,4	91,8	91,8	91,2	91,8
5,00	130,2	103,8	90	91,2	93,6	93	94,2
Média	128,7 $\pm 3,9$	103,3 $\pm 1,1$	93,1 $\pm 3,2$	91,5 $\pm 0,5$	92,7 $\pm 1,4$	92,1 $\pm 2,1$	92,6 $\pm 2,7$

Observa-se que a diferença entre os ensaios não ultrapassa 10% em relação à média geral que foi de $1,65 \text{ L/mim.m}^2$, exceto para o ensaio 1.

A Figura 14 ilustra o gráfico cinético do JP da água, fluido usado como padrão para observar a permeabilidade da membrana, em função do VCF para os 7 ensaios em conformidade com a Tabela 7.

Figura 14 - Cinética do fluxo do permeado para água padrão em função do VCF nas seguintes condições ($T = 30 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$; $Pe = 2 \text{ Kgf/cm}^2$; $Pf = 1,5 \text{ Kgf/cm}^2$; $Qa = 41 \text{ L/ min}$)



Possivelmente os valores para o primeiro ensaio foi superior aos demais devido à membrana estar nova e nunca ter permeado soro. Após a passagem do soro na superfície da membrana fenômenos como: *fouling* e camada de polarização podem ter ocasionado o decréscimo do fluxo, mostrando que mesmo com a lavagem da membrana não foi possível manter o mesmo fluxo inicial, pelo fato de ter ocorrido possíveis incrustações irreversíveis. A partir do ensaio 2 a lavagem mostrou-se capaz de fazer com que os fenômenos citados não se intensificassem mantendo uma diferença percentual menor que 10% em relação à média geral que foi de $99,2 \text{ L/h.m}^2$. A referência percentual é fundamentada pelo manual do equipamento o qual considera a lavagem da membrana eficiente quando a diferença de J_p após as lavagens forem menor que 10%.

Pereira (2009) realizou o teste de permeabilidade da água padrão (NWP) utilizando água pura na etapa final de limpeza da membrana, obtendo valores de NWP na faixa de 1,0 a 1,2 ($\text{L.m}^{-2}.\text{h/psi}$) durante a realização das suas 19 corridas experimentais, o autor concluiu que a limpeza da membrana foi adequada, visto que a diferença entre um experimento e outro não foi superior a 10%.

Baldasso (2011) também realizou medidas de fluxos hidráulicos em diferentes pressões antes e após a permeação do soro e observou que as curvas do fluxo da água após a passagem do soro é bem inferior ao fluxo da água antes da passagem do soro, afirmando a necessidade de se realizar a limpeza química.

4.2 Acompanhamento cinético

A Tabela 8 mostra as análises iniciais do soro do leite caprino in natura.

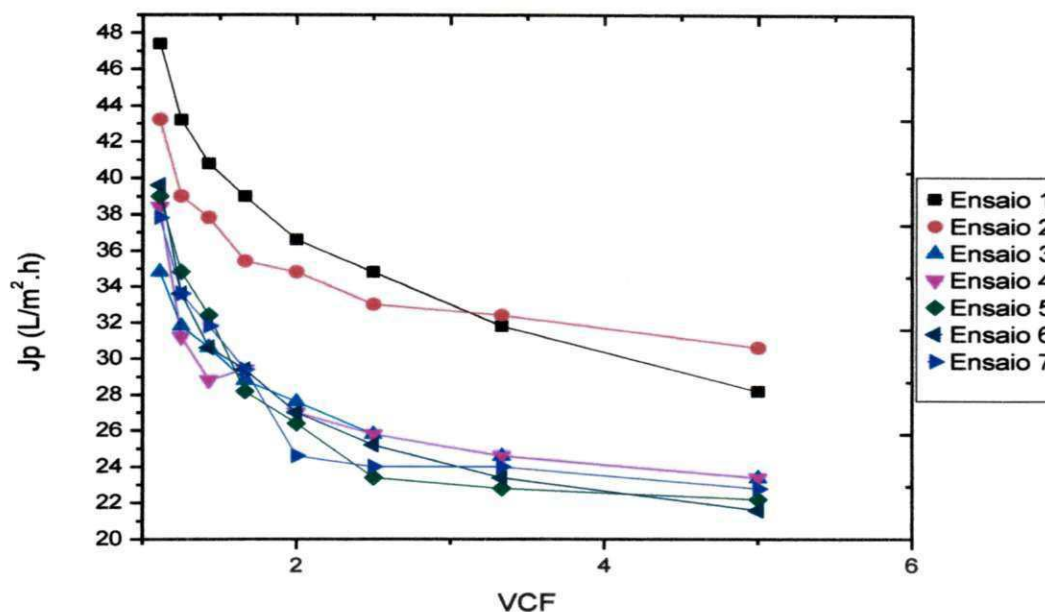
Tabela 8 – Condições Iniciais do soro do leite caprino in natura antes do início do experimento.

	Ensaio 1	Ensaio 2	Ensaio 3	Ensaio 4	Ensaio 5	Ensaio 6	Ensaio 7
pH	6,3	6,4	5,4	5,2	5,8	6,5	6,6
Cp (g/L)	8,45	10,86	5,75	7,24	6,92	6,36	7,18
CL (g/L)	59,54	62,19	46,18	41,26	48,73	51,89	44,46
C.E (mS/cm)	3,16	4,71	7,49	5,4	5,3	4,78	5,06

Os resultados para a concentração dos constituintes após os processos de UF e DF passar a ser descrito a seguir.

As cinéticas foram realizadas nas seguintes condições: $\Delta P = 0,4 \text{ kgf/cm}^2$; $Q_a = 33 \text{ L/min}$ e $T = 30 \pm 3 \text{ }^\circ \text{C}$) para os 7 ensaios. Os resultados para J_p em L/h.m^2 estão na Figura 15.

Figura 15 – Acompanhamento Cinético do Jp em função do VCF para o processo de UF do soro do leite caprino nas seguintes condições: ($\Delta P = 0,4 \text{ kgf/cm}^2$; $Q_a = 33 \text{ L/mim}$ e $T = 30 \pm 3 \text{ }^\circ \text{C}$)



*Ensaio 1 – $\text{pH} = 7$, $P_e = 3 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 2 – $\text{pH} = 5$, $P_e = 3 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 3 – $\text{pH} = 5$, $P_e = 2 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 4 – $\text{pH} = 7$, $P_e = 2 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 5,6,7 – $\text{pH} = 6$, $P_e = 2,5 \text{ Kgf/cm}^2$

Observa-se que o fluxo do permeado diminui com aumento do VCF. Estes resultados estão de acordo com os valores encontrados por de Boshi, (2006); Baldasso, (2008); Karasua et. al (2010) e Yorgun et. al, (2008) que trabalharam com o soro do leite bovino.

O Jp inicial do Ensaio 1 – $\text{pH} = 7$, $P_e = 3 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 2 – $\text{pH} = 5$, $P_e = 3 \text{ Kgf/cm}^2$ foram 47,4 e 43,2 $\text{L/m}^2 \cdot \text{h}$ e o final foi de 28,2 e 30,6 $\text{L/m}^2 \cdot \text{h}$. respectivamente. Os demais ensaios tiveram comportamentos semelhantes entre si, porém um pouco inferior aos ensaios citados. O Jp atingiu o equilíbrio após $\text{VCF} = 2,5$ o que corresponde a uma média de $30 \pm 3 \text{ mim}$.

A diminuição do fluxo deve-se a formação da camada de polarização e formação do *fouling* na superfície da membrana. À medida que o soro diminui no tanque de alimentação, suas propriedades físico-químicas vão sendo alteradas e com isso a concentração de proteínas aumenta e o soro torna-se mais viscoso e

denso, dificultando ainda mais a permeação pelos poros da membrana, agravando ainda mais o transporte de massa.

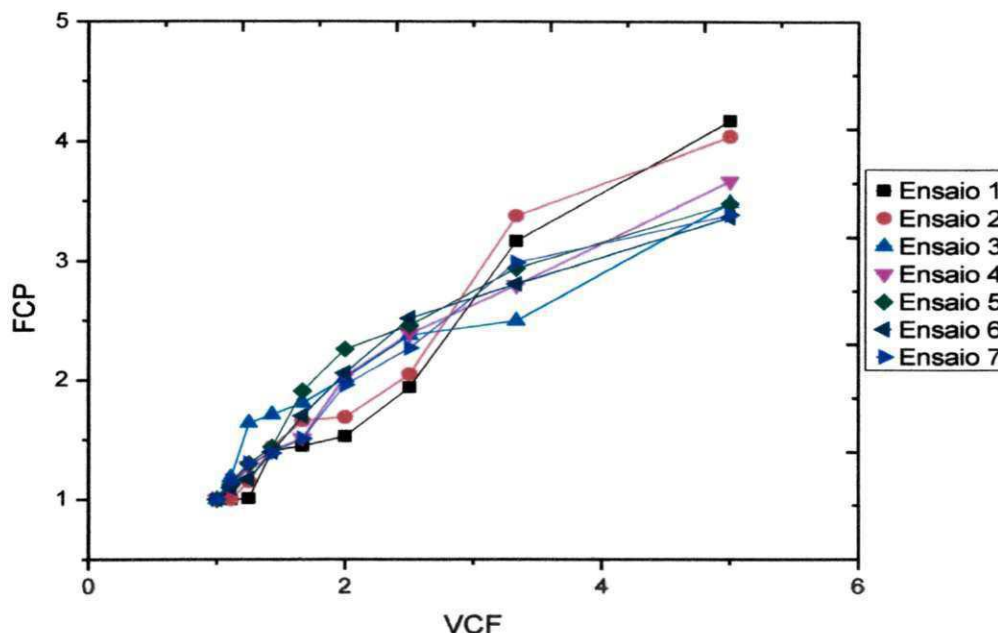
Boshi (2006) constatou que o fluxo do permeado diminui com o aumento da concentração de proteínas, assim como Baldasso (2008) observou que o J_p diminui em função do tempo, atingindo o equilíbrio após 100 mim. Enquanto que Yorgun et. al (2008) atingiram o equilíbrio após 6 mim. Mostrando que a diferença é bem acentuada, isso porque o tempo de equilíbrio vai depender de uma série de fatores como: tipo de membrana, tamanho do poro, temperatura, pH, pressão, composição da amostra, fenômenos que afetam o J_p como *fouling* e camada de polarização por concentração, a forma de obtenção do soro e por fim o tipo de soro que no caso deste trabalho foi oriundo do leite caprino.

Karasua et. al (2010) testaram um modelo combinado para predição de J_p durante o processo de UF do soro do leite bovino concluindo que os agregados da proteína bloqueiam os poros da membrana, reduzindo a área de permeação.

Yorgun et. al, (2008), estudaram diferentes métodos de separação por membranas utilizando o soro do leite bovino, tais como: Ultrafiltração, Nanofiltração e Osmose Inversa. Para o módulo de UF o pesquisador obteve um fluxo inicial de aproximadamente 22,5 L/m².h e final de aproximadamente 15 L/m².h e concluíram que houve um declínio moderado. Não foi encontrado na literatura valores para o fluxo do permeado em função do tempo para o soro do leite caprino.

Os resultados cinéticos do FCP em função do VCF para o soro do leite caprino para os 7 ensaios estão expostos na Figura 16.

Figura 16 -. Acompanhamento Cinético do FCP do concentrado em função do VCF no processo de UF do soro do leite caprino nas seguintes condições: ($\Delta P = 0,4 \text{ kgf/cm}^2$; $Q_a = 33 \text{ L/mim}$ e $T = 30 \pm 3 \text{ }^\circ \text{C}$)



*Ensaio 1 – $\text{pH} = 7$, $P_e = 3 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 2 – $\text{pH} = 5$, $P_e = 3 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 3 – $\text{pH} = 5$, $P_e = 2 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 4 – $\text{pH} = 7$, $P_e = 2 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 5,6,7 – $\text{pH} = 6$, $P_e = 2,5 \text{ Kgf/cm}^2$.

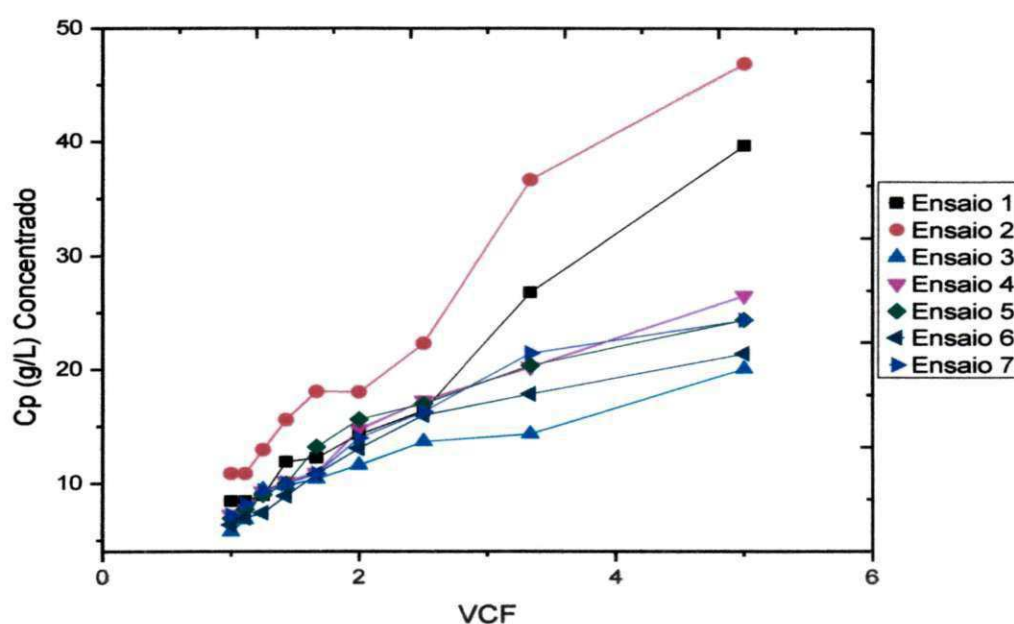
O fator de concentração de proteínas para o concentrado aumentou proporcionalmente ao VCF. Os dois primeiros ensaios tiveram fator final acima de 4. Representando um valor de 74,05% maior que o valor inicial da concentração de proteínas. Sendo o ensaio 1 – $\text{pH} = 7$, $P_e = 3 \text{ Kgf/cm}^2$ o melhor resultado chegando a um $\text{FCP} = 4,17$. Os demais ensaios tiveram fatores de aproximadamente 3,3. A média do FCP final foi de 3,66 com desvio padrão de $\pm 0,33$. Desta forma, foi possível agregar um valor bastante satisfatório ao soro. Por limitações do equipamento o VCF máximo foi 5. Utilizando um tanque de alimentação de maior capacidade poderá se chegar a fatores superiores ao encontrado, visto que até VCF 5 o processo ainda não havia entrado em equilíbrio.

Sanmartín (2012) conseguiu elevar o teor de proteínas do soro do leite caprino para 74% após processo de UF do soro clarificado.

Baldasso (2011) acompanhou a concentração de proteínas em função do tempo partindo de uma concentração inicial de aproximadamente 12% chegando a uma concentração final de 72% do soro do leite bovino.

A concentração de proteínas foi acompanhada durante o experimento e apresentou o perfil da Figura 17.

Figura 17 – Acompanhamento cinético de C_p (g/L) durante a UF do soro do leite caprino em função do VCF.



*Ensaio 1 – pH = 7, $P_e = 3 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 2 – pH = 5, $P_e = 3 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 3 – pH = 5, $P_e = 2 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 4 – pH = 7, $P_e = 2 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 5,6,7 – pH = 6, $P_e = 2,5 \text{ Kgf/cm}^2$.

Observou-se que para a concentração inicial de proteínas o Ensaio 1 – pH = 7, $P_e = 3 \text{ Kgf/cm}^2$ e o Ensaio 2 – pH = 5, $P_e = 3 \text{ Kgf/cm}^2$ alcançaram maiores concentrações, possivelmente devido a composição do leite e conseqüentemente do soro pode variar de acordo com diversos fatores como raça, alimentação, período de lactação e localidade (JENNESSES, 1980; JUÁREZ e RAMOS, 1986; LINZELL AND PEAKER, 1971; PARKASH e JENNESSES, 1968; SCHMIDT, 1971).

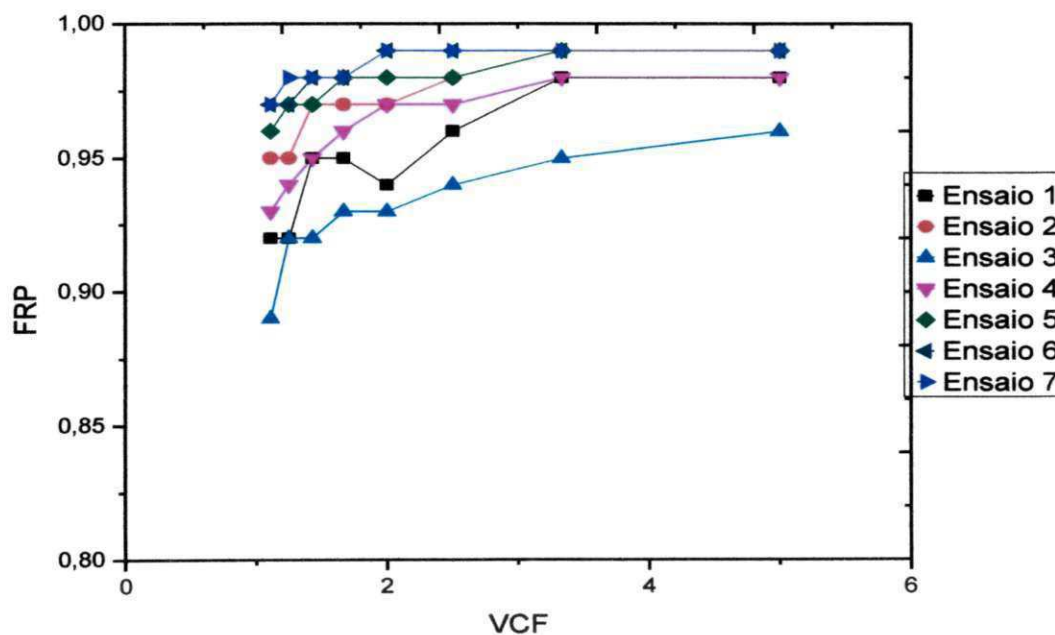
O perfil foi bem parecido com o FCP e a concentração inicial dos dois primeiros ensaios contribuiu para que valores de 39,42 e 46,93 g/L fossem atingidos.

Pois ambos tiveram concentrações iniciais de 8,45 e 10,86 g/L respectivamente. A média da concentração final foi de 28,15 g/L e desvio padrão de $\pm 10,7$.

Sanmartín (2012) chegou a uma concentração de 74% de proteínas no concentrado do soro do leite de cabra clarificado, para o não clarificado o autor encontrou 36,84% de concentração. Baldasso (2011) partiu de uma concentração de 10 g/L chegando a 35 g/L nas condições de $T = 50^{\circ}\text{C}$, $\Delta P = 200\text{KPa}$ e $Q_a = 2,33 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$ e Boshi partiu de 9,1 g/L e concentrou até 40 g/L utilizando uma $P = 2 \text{ bar}$, $T = 50^{\circ}\text{C}$ e $Q_a = 850\text{L/h}$.

A Figura 18 mostra o fator de retenção alcançado pela membrana de UF.

Figura 18 – Acompanhamento cinético do FRP durante o processo de UF do soro do leite de cabra.



*Ensaio 1 – $\text{pH} = 7$, $P_e = 3 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 2 – $\text{pH} = 5$, $P_e = 3 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 3 – $\text{pH} = 5$, $P_e = 2 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 4 – $\text{pH} = 7$, $P_e = 2 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 5,6,7 – $\text{pH} = 6$, $P_e = 2,5 \text{ Kgf/cm}^2$.

O fator de retenção de proteínas apresentou valores inferiores para o Ensaio 3 – $\text{pH} = 5$, $P_e = 2 \text{ Kgf/cm}^2$, porém observa-se que a partir do $\text{VCF} = 2$ o FRP apresenta-se constante. A média para os 7 ensaios foi de 0,98 com desvio padrão de $\pm 0,03$.

Martinez - Ferez et. al (2009) avaliaram o potencial de uma membrana tubular KDa 50 na produção de permeados com um reduzido teor de proteínas do soro do leite caprino, o autor conseguiu reter 94% chegando a uma Cp final no retentado com apenas 6% do valor inicial após 12 h de operação.

Román et. al (2009) realizaram trabalho com a NF utilizando uma membrana em espiral com capacidade de retenção de 96% de sacarose, gordura, proteínas, lactose e sólidos totais. O objetivo foi desmineralizar o soro do leite bovino e o grau de desmineralização alcançado foi de 70 e 90% e a rejeição dos compostos do soro do leite, tais como proteína e lactose, foi superior a 90%.

Baldasso (2008) obteve retenção total das proteínas utilizando a membrana UF 6001 com corte de 5KDa, área de 0,28m² da Koch Membrane Systems. A α - lactalbumina é a proteína com tamanho das moléculas menores no soro do leite estando em torno de 14,2 kDa segundo Mckenzie (1970). A membrana utilizada neste experimento foi de 10 kDa o que apresentou uma retenção de 97%, já a membrana que Baldasso (2008) utilizou foi 100% eficiente Isso porque foi utilizado uma membrana com corte de 5kDa.

O acompanhamento cinético da concentração de lactose em g/L em função do VCF para o concentrado e permeado do soro do leite caprino foi realizado para os 7 ensaios. Os resultados podem ser observados na Figura 19 e Figura 20.

Figura 19 – Acompanhamento cinético da CL em g/L do concentrado durante a UF do soro do leite caprino.

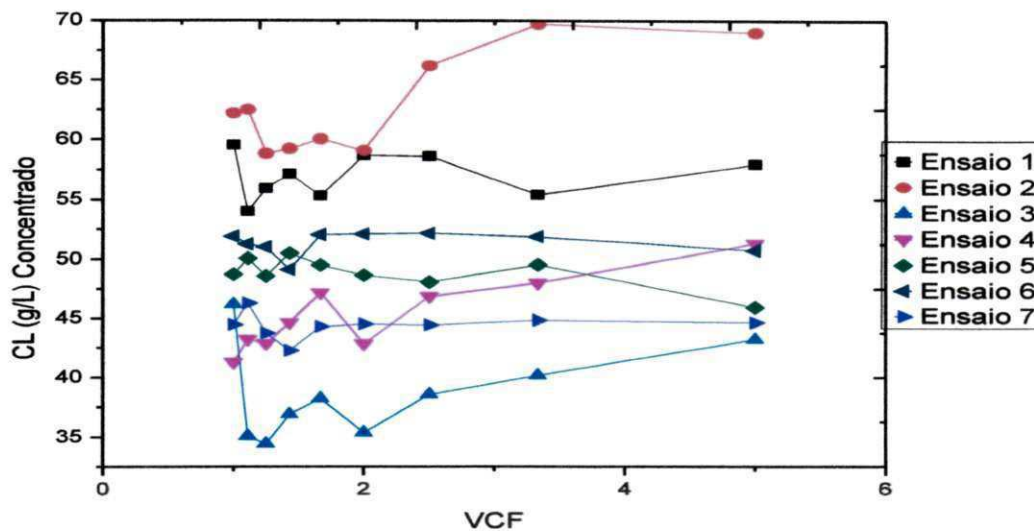
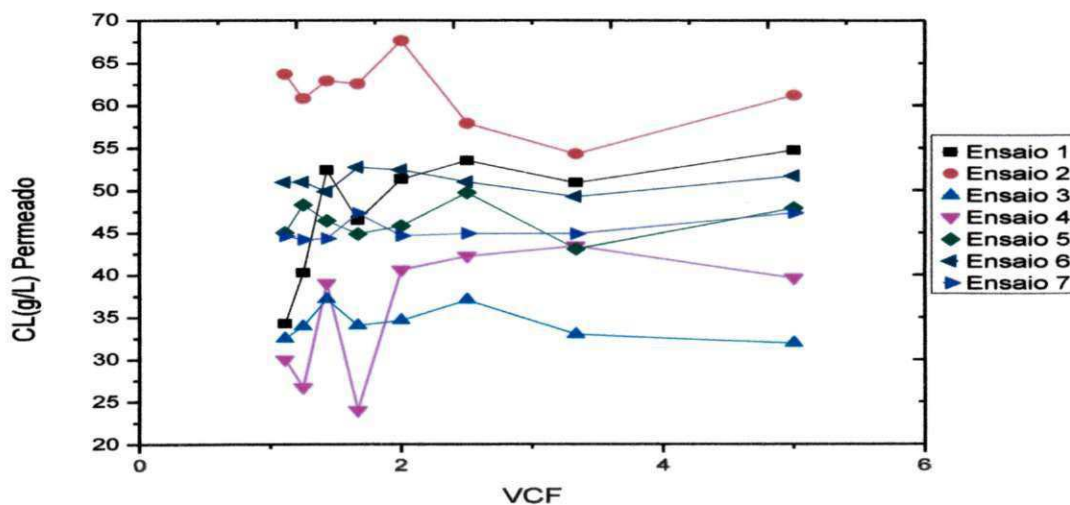


Figura 20 – Acompanhamento cinético da CL em g/L do permeado durante a UF do soro do leite caprino.



*Ensaio 1 – pH = 7, $P_e = 3 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 2 – pH = 5, $P_e = 3 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 3 – pH = 5, $P_e = 2 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 4 – pH = 7, $P_e = 2 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 5,6,7 – pH = 6, $P_e = 2,5 \text{ Kgf/cm}^2$.

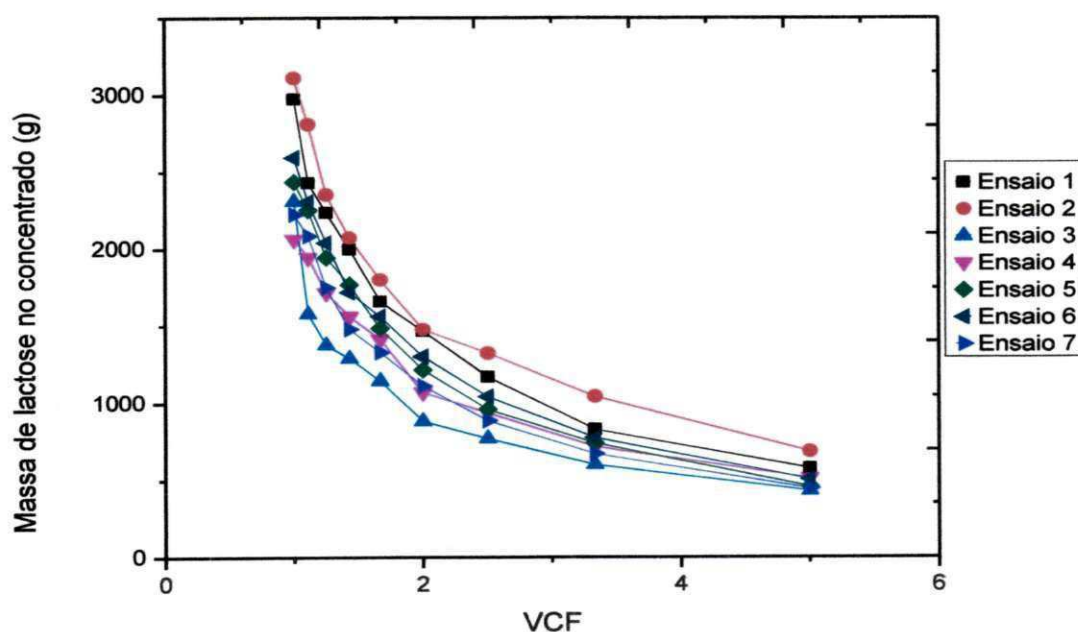
As concentrações iniciais de lactose entre os 7 ensaios foram bastante distintas e que a partir do VCF = 2 o comportamento cinético passa a ser constante

tanto para o concentrado como para o permeado. Porém fazendo o balanço de massas pode-se observar que a massa de lactose no concentrado diminui como pode ser observado na Figura 21.

Fica evidente também que as concentrações iniciais da amostra são bastante distintas, tendo ensaio que a amostra controle obteve valores de concentração próximos de 34 g/L e ensaios que chegaram a obter 59 g/L na amostra controle. Como já citado neste trabalho, a composição inicial do leite, como também do soro depende de uma série de fatores.

Outra explicação para o ocorrido está na obtenção do soro. Dependendo da quantidade de coalho a precipitação da caseína pode alterar na quantidade de lactose, diferentemente das proteínas do soro que não coagulam com a adição do coalho.

Figura - 21 – Acompanhamento cinético da massa de lactose (g/L) no concentrado durante a UF do soro do leite caprino.



*

*Ensaio 1 – pH = 7, $P_e = 3 \text{ Kg/cm}^2$; Ensaio 2 – pH = 5, $P_e = 3 \text{ Kg/cm}^2$; Ensaio 3 – pH = 5, $P_e = 2 \text{ Kg/cm}^2$; Ensaio 4 – pH = 7, $P_e = 2 \text{ Kg/cm}^2$; Ensaio 5,6,7 – pH = 6, $P_e = 2,5 \text{ Kg/cm}^2$.

Através da condutividade elétrica é possível verificar alterações das espécies eletricamente ativas, que em sua grande maioria são os sais. O acompanhamento cinético da condutividade elétrica em mS/cm em função do VCF para o concentrado e permeado do soro do leite caprino foi realizada nas seguintes condições: ($\Delta P = 0,4\text{kgf/cm}^2$; $Q_a = 33\text{L/mim}$ e $T = 30 \pm 3^\circ\text{C}$) para os 7 ensaios. Os resultados podem ser observados na Figura 22 e Figura 23.

Figura 22 – Acompanhamento cinético da C.E em mS/cm do concentrado durante a UF do soro do leite caprino

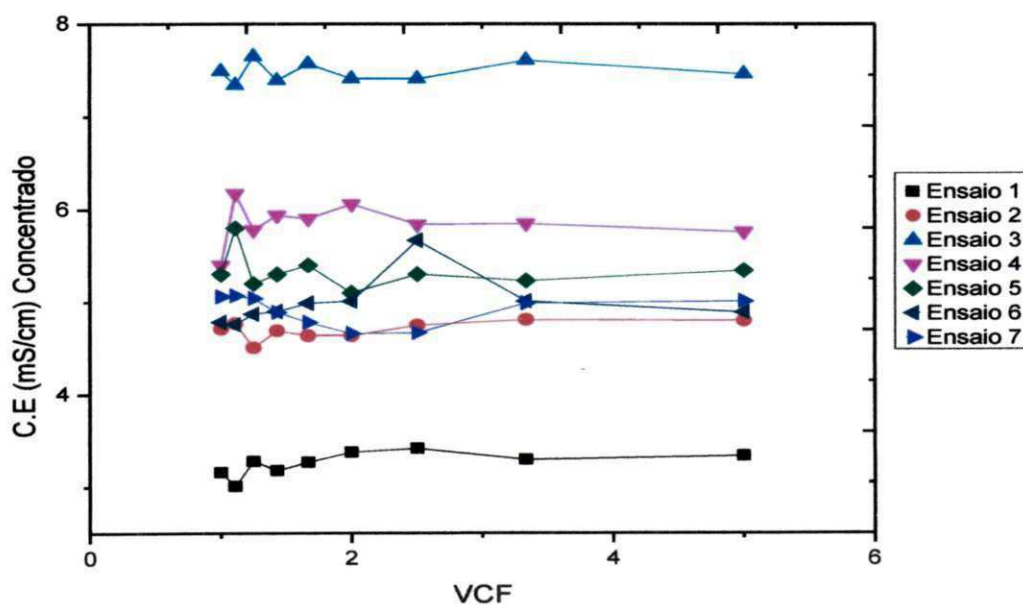
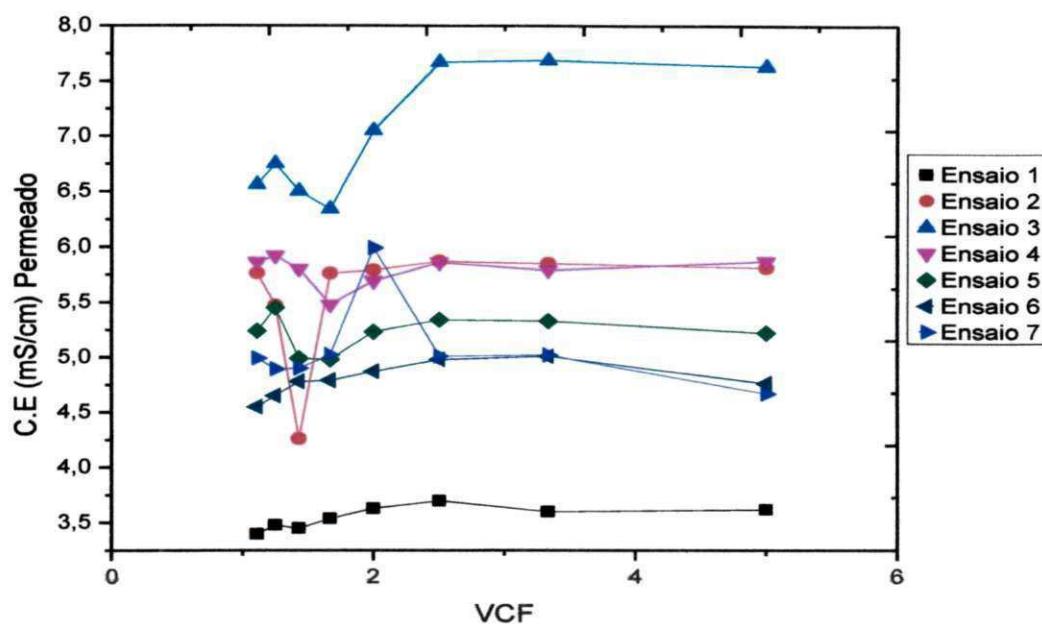


Figura 23 – Acompanhamento cinético da C.E em mS/cm do permeado durante a UF do soro do leite caprino.



*Ensaio 1 – pH = 7, $P_e = 3 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 2 – pH = 5, $P_e = 3 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 3 – pH = 5, $P_e = 2 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 4 – pH = 7, $P_e = 2 \text{ Kgf/cm}^2$; Ensaio 5,6,7 – pH = 6, $P_e = 2,5 \text{ Kgf/cm}^2$.

Observa-se que a condutividade elétrica apresenta-se constante, a partir de VCF = 2 para cada ensaio, porém com diferenças entre um ensaio e outro. Mais uma vez a amostra controle apresenta composições iniciais distintas, e como já citadas, devido a uma série de fatores, que no caso dos sais o que mais se destaca é a alimentação fornecida aos ruminantes. O experimento foi realizado em épocas de seca, onde a ração não era a mesma todos os dias, além de parte do leite não ter sido proveniente de local e raças idênticas, o que fez alterar consideravelmente a composição inicial do leite.

A condutividade elétrica permaneceu constante em função do VCF provavelmente porque a membrana não é seletiva para sais, Estes resultados estão de acordo com Boshi (2006); Baldasso (2008) e Chollangi e Hossain (2006).

4.3 Aplicação da Diafiltração no Concentrado do soro do Leite Caprino

Foram aplicadas duas diafiltrações em série para solubilizar o concentrado do leite caprino e o objetivo foi remover os sais e lactose presentes no concentrado global. Para isso foram determinadas as concentrações de proteínas e lactose, Jp, FCP e condutividade elétrica no concentrado. As médias dos resultados obtidos nos 7 ensaios foram calculadas e os resultados podem ser observados na Tabela 9.

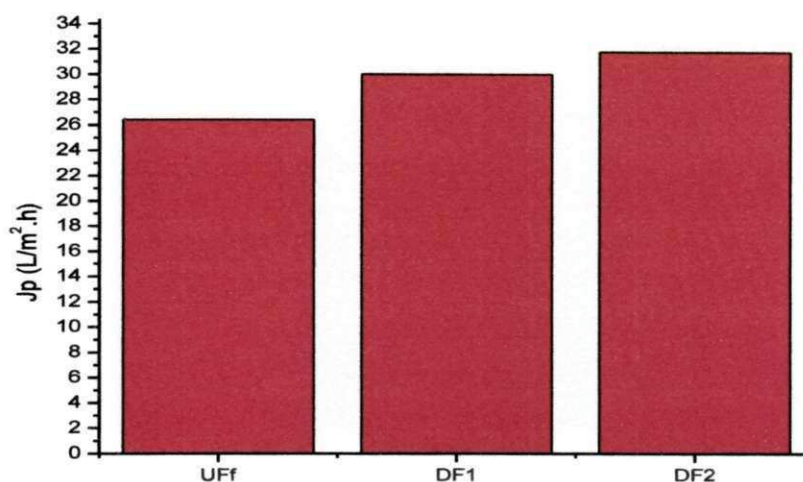
Tabela 9 - Resultados obtidos das amostras dos 7 ensaios para CL, C.E, FCP e Jp, do concentrado realizados na UF_f, DF₁ e DF₂ do soro do leite caprino.

Ensaio	CL (g.L ⁻¹)	C.E (mS.cm ⁻¹)	FCP	Jp (L.m ⁻² .h ⁻¹)
UF_f				
1	43,22	3,34	4,17	28,2
2	51,34	4,8	4,07	30,6
3	57,9	7,46	3,49	23,4
4	57,9	5,76	3,67	23,4
5	45,92	5,34	3,48	22,2
6	50,75	4,89	3,37	21,6
7	44,65	5,01	3,39	22,8
Média	50,2 ± 6,0^a	5,2 ± 1,2^a	3,66 ± 0,32^a	26,4 ± 3,4^a
DF₁				
1	25,64	2,08	3,9	33,6
2	19,69	3,00	3,67	38,4
3	34,26	4,18	3,67	25,8
4	34,26	2,69	3,64	25,8
5	22,64	2,18	3,5	28,2
6	21,2	2,25	3,44	30,0
7	22,93	2,22	3,39	28,2
Média	25,8 ± 6,1^b	2,7 ± 0,7^b	3,60 ± 0,2^a	30,0 ± 4,6^a
DF₂				
1	10,08	1,01	3,87	41,4
2	15,22	1,83	3,87	37,2
3	12,18	2,25	3,44	26,4
4	12,18	1,00	3,53	26,4
5	9,23	1,09	3,44	28,8
6	11,76	1,01	3,38	32,4
7	10,35	1,09	3,19	30,0
Média	11,6 ± 2,0^c	1,3 ± 0,5^c	3,5 ± 0,3^a	31,8 ± 5,7^a

As Figuras a seguir ilustram de forma clara os resultados obtidos nesta tabela.

A Figura 24 – mostra a comparação entre a UF_f e as duas DF para o fluxo do permeado do soro do leite caprino. As condições de operação para as diafiltrações foram às mesmas utilizadas nos ensaios das ultrafiltrações.

Figura 24 – Gráfico de Barras das médias do fluxo do permeado (J_p) obtidos nos 7 ensaios nas etapas de UF_f , DF_1 e DF_2 no soro o leite caprino



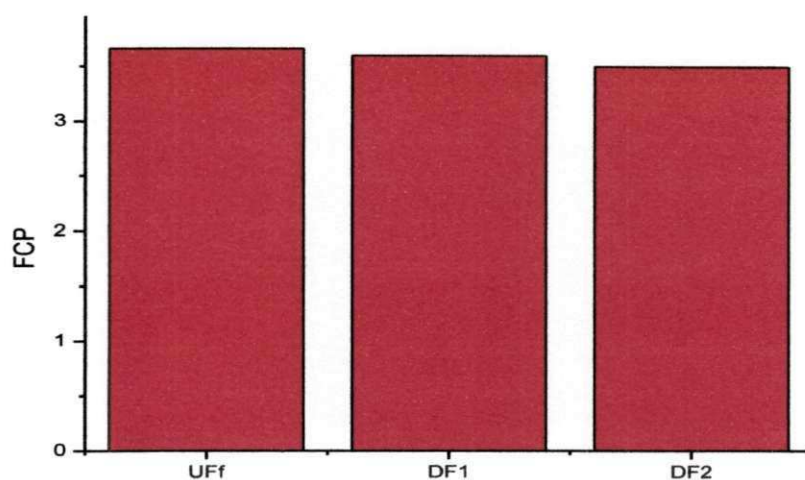
A UF_f atingiu uma média entre os 7 ensaios de $26,4 L.m^{-2}.h^{-1}$, após a adição de 10L de água no concentrado final o fluxo do permeado teve uma média superior chegando a $30 L.m^{-2}.h^{-1}$. Adicionando mais 10L no concentrado remanescente da primeira diafiltração o fluxo aumentou ainda mais chegando a um valor de $31,8 L.m^{-2}.h^{-1}$. Porém não houve diferença significativa ($p < 0,05$) para o J_p , corroborando com o trabalho de Román et. al (2009) que em seu experimento utilizaram a DF após o processo de NF em soro do leite bovino e não encontraram diferença significativa.

Com a adição de água o concentrado que antes estava viscoso e bastante denso se solubilizou facilitando o escoamento do soro sob a superfície da membrana e conseqüentemente permeando mais. Segundo Bacchin et. al (2006) a resistência a permeação está relacionada a concentração inicial da solução de alimentação, com isso o fluxo diminui a medida que a solução fica concentrada. O autor cita que isso ocorre devido à pressão osmótica mais elevada e ao maior acúmulo de moléculas de soluto na camada polarizada. Isso explica o aumento do fluxo após a adição de água, pois a mesma diluiu o concentrado e, por conseguinte este

aumentou o seu fluxo. Porém neste trabalho tais fatores não influenciaram significativamente.

A Figura 25 – mostra a comparação entre a UF_f e as duas DF para o Fator de Concentração de proteínas do soro do leite caprino. As condições de operação para as diafiltrações foram às mesmas utilizadas nos ensaios das ultrafiltrações.

Figura 25 – Gráfico de barras das médias do FCP dos 7 ensaios durante as etapas de UF_f, DF₁ e DF₂ no soro do leite caprino

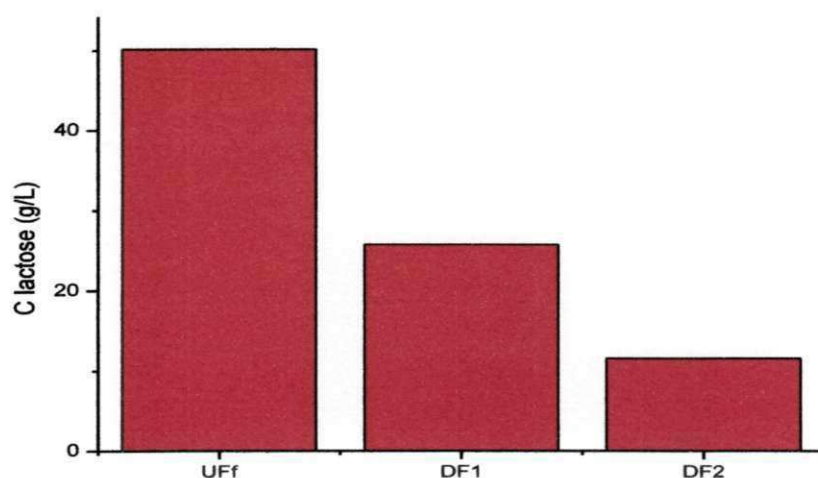


A média para o FCP na UF_f foi de 3,66, enquanto que para DF₁ e DF₂ foram de 3,6 e 3,5 respectivamente, os resultados mostraram que as Diafiltrações não influenciou significativamente ($p < 0,05$) no FCP. Baldasso et. al (2011) partiram de uma concentração de proteínas inicial de aproximadamente 9 Kg.m^{-3} e no final da UF obteve uma concentração próxima de 35 Kg.m^{-3} . O que nos dá um fator de 3,88, resultado bem próximo ao obtido em nosso trabalho que foi de 3,66. Após a DF o autor encontrou valores próximos de 3,88, concluindo que a DF não influenciou na concentração de proteínas. Boshi (2006) também encontrou os valores da concentração de proteínas na DF praticamente os mesmos da UF_f.

Mesmo com a adição de água as proteínas não permearam isso pode ter ocorrido porque as mesmas moléculas permaneceram com mesmo tamanho, não ocorrendo desnaturação das mesmas devido aos processos pelos quais as mesmas passaram, fazendo com que a seletividade da membrana continuasse a mesma, assim como seu fator de retenção.

A membrana é seletiva para proteínas, porém segundo Rektor e Vatai (2004) a retenção da lactose pela membrana de UF ocorre devido a camada gel formada durante o processo. Desta forma faz-se necessário a remoção da lactose do concentrado global, para isso a DF pode ser capaz de solubilizar o meio e facilitar o transporte da lactose para o permeado. A Figura 24 – mostra a comparação entre a UF_f e as duas DF para a concentração de lactose do soro do leite caprino. As condições de operação para as diafiltrações foram às mesmas utilizadas nos ensaios das ultrafiltrações.

Figura 26 – Gráfico de barras das médias da concentração de lactose obtida nas etapas de UF_f, DF₁ e DF₂ no soro do leite caprino



A concentração de lactose na UF_f foi de 50,2 g/L, após a primeira DF esse valor caiu para 25,8 g/L e ao final da segunda DF o soro do leite caprino obteve valores de 11,6 g/L o que mostra que houve diferença significativa ($p < 0,05$). Em termos percentuais a DF₁ foi capaz de reduzir em 43% o teor de lactose e após a DF₂ a redução foi de 76,8%.

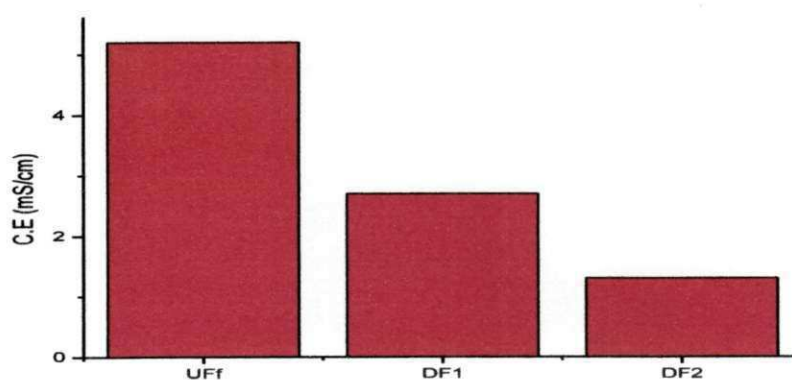
Baldasso et. al (2011) conseguiram reduzir de 50 Kg.m⁻³ para 15 Kg.m⁻³ o teor de lactose após aplicadas quatro diafiltrações. Observou-se que foi possível obter em nosso trabalho um concentrado com 11,6 g/L de lactose com apenas duas diafiltrações ao contrário dos autores que obtiveram os valores citados acima após aplicação de 4 DF. Em Baldasso (2008) quando a autora testou diferentes volumes de água na DF e diferentes quantidades de DF, chegou à conclusão que o melhor

ensaio foi o que utilizou menor quantidade de DF e menores volumes, onde obteve um concentrado em base seca de 70% de proteínas e menos de 30% de lactose.

Certamente a lactose no soro do leite concentrado diminui devido a sua fácil dissolução em água, isso porque a membrana não é seletiva, para as moléculas de lactose, o que para o processo é uma grande vantagem, pois assim consegue-se obter um concentrado mais puro, rico em proteínas. Todos os autores estudados que utilizaram a DF no processo de UF do soro do leite bovino conseguiram obter um concentrado global em base seca entre 70 - 80%, Yee et. al (2007), Antunes (2003), Boshi (2006), Román (2009). Para o soro do leite de cabra não foram encontrados trabalhos de obtenção de concentrados protéicos por UF seguido de DF.

Os sais apresentam comportamento semelhante ao da lactose, pois a membrana não é seletiva para esses componentes por conta deles terem massa molar menor que a massa molar de corte da membrana. Sendo assim o uso da DF também pode reduzir a concentração de sais no concentrado global. Sendo assim a medida da condutividade elétrica foi determinada no concentrado global UF_f e ao final de cada ciclo de DF durante a realização dos 7 ensaios. As médias obtidas podem ser observadas na Figura 25.

Figura 27 – Gráfico de barras das médias da C.E obtidas nas etapas de UF_f, DF₁ e DF₂ no soro do leite caprino



A Condutividade elétrica verifica alterações nas espécies eletricamente ativas que na maioria dos casos compreendem os sais: Calcio e Sódio dissolvido. A UF_f teve uma medida média de 5,2 mS.cm⁻¹, após as DF 1 e 2 esse valor for reduzido a 1,3 mS.cm⁻¹. Isso mostra que os resultados estão de acordo com

Baldasso (2008) onde houve uma redução de aproximadamente $4,5 \text{ mS.cm}^{-1}$ para $2,0 \text{ mS.cm}^{-1}$. E que são bastante satisfatórios, visto que além de remover a lactose, a DF também é capaz de remover os sais presentes no concentrado global.

5. CONCLUSÕES

- ✓ O teste de permeabilidade da água padrão mostrou que a lavagem da membrana foi eficiente e que os fenômenos de camada de polarização e *Fouling* puderam se controlados em todos os ensaios, exceto para o primeiro ensaio que apresentou maior permeabilidade devido à membrana nunca ter sido utilizada com o soro;
- ✓ O J_p diminuiu em função do VCF à medida que o soro tornou-se mais denso e viscoso e após a ocorrência de fenômenos de camada de polarização e *Fouling*;
- ✓ Foi possível concentrar até 4,17 vezes o valor inicial de proteínas no soro do leite caprino; e a média entre os 7 ensaios foi de 3,66 com desvio padrão de $\pm 0,33$;
- ✓ O FRP atingiu uma média de $98\% \pm 0,03$ mostrando que a membrana foi seletiva para proteínas;
- ✓ A CL alcançou concentrações distintas entre os ensaios devido às condições iniciais do soro, o comportamento cinético atingiu o equilíbrio após $VCF = 2$ e em termos de quantidade de massa, observou-se que a concentração de lactose diminuiu à medida que o soro foi recirculando;
- ✓ A C.E obteve comportamento similar ao da lactose mostrando que a membrana não foi seletiva para os sais presentes no soro;
- ✓ O processo de remoção da lactose por diafiltração DF mostrou-se bastante eficiente reduzindo em até 43% e 76,8% o teor de lactose após os ciclos de DF1 e DF2 respectivamente;
- ✓ O processo de remoção de sais mostrou-se também eficiente, reduzindo a C.E. A média da UF_f foi de 5,2mS/cm enquanto que após a DF₂ foi de 1,3 mS/cm o que mostra uma diminuição de 75% na C.E após os dois ciclos de DF.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- ✓ Qualificação e quantificação das principais proteínas presentes no soro do leite caprino utilizando Eletroforese e HPLC;
- ✓ Utilização de processos de separação por membranas tais como MF, NF, OI e ED para separação de outros componentes do soro;
- ✓ Gerar produtos com alto teor protéico advindos da adição de diferentes concentrações do soro do leite caprino;
- ✓ Recuperação da lactose do permeado sendo esta uma fonte rica de carbono, podendo ser utilizada na indústria alimentícia, farmacêutica e biotecnológica;
- ✓ Estudo da viabilidade econômica para a construção de uma planta industrial;
- ✓ Modelagem e Otimização do processo de concentração, purificação e fracionamento dos componentes do soro caprino.

REFERÊNCIAS

ALBENZIO M., A. CAMPANOZZI, M. D'APOLITO, A. SANTILLO, M. PETTOELLO MANTOVANI, A. Sevi. Differences in protein fraction from goat and cow milk and their role on cytokine production in children with cow's milk protein allergy. **Small Ruminant Research** V. 105 P. 202–205, 2012.

ANDRADE, P. V. D.; SOUZA, M. R.; PENNA, C. F. A. M.; FERREIRA, J. M. Características microbiológicas e físico-químicas do leite de cabra submetido à pasteurização lenta pós-envase e ao congelamento. **Ciência Rural**, v. 38, n. 5, p. 1424-1430, 2008.

ANTUNES, A. J. Funcionalidades de proteínas do soro de leite bovino, 4. Ed. São Paulo: Ed. Manole, 2003.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. Official methods of analysis. 15. ed. Washington, DC, 1990.

BACCHIN, P.; AIMAR, P.; FIELD, R.W. Critical and sustainable fluxes: Theory, experiments and applications. **Journal of Membrane Science**, v. 281, p. 42-69, 2006.

BACCHIN, P.; SI-HASSEN, D.; STAROV, V.; CLIFTON, M.; AIMAR, P. A unifying model for the concentration polarization, gel-layer formation and particle deposition in cross-flow membrane filtration of colloidal suspensions. **Chemical Eng Science**, V. P. 57, 77-91, 2002.

BALDASSO, C. **Concentração, Purificação e Fracionamento das Proteínas do Soro Lácteo através da Tecnologia de Separação por Membranas**, 2008. 179p Dissertação, (Mestrado em Eng. Química), Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. UFRGS, Porto Alegre, 2008.

BALDASSO, C. **Fracionamento dos componentes do soro de leite através de separação por membranas**, 2011, 310p. Tese, (Doutorado em Eng. Química), Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. UFRGS, Porto Alegre, 2011.

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

BARBOSA, A.S.; FLORENTINO, E.R.; FLORÊNCIO, I.M. Utilização do soro como substrato para produção de aguardente: estudo cinético da produção de etanol. **Revista Verde** v.5, n.1, p.07 - 25 , 2010.

BARROS, G. C.; LEITÃO, C. H. S. Influência da mastite sobre as características físico-químicas do leite de cabra. **Pesquisa Veterinária Brasileira**, Rio de Janeiro, v.12, n. 3-4, p.45-48, 1992.

BOSCHI, J. R. **Concentração e purificação das proteínas do soro de queijo por ultrafiltração**, 2006, 119p Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2006.

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

BRASIL. Ministério da Agricultura e do Abastecimento. LANARA. Portaria 001, de 07 de outubro de 1981: métodos analíticos oficiais para controle de produtos de origem animal e seus ingredientes: métodos físicoquímicos. Brasília, DF, 1981. cap. 2, p. 3, met. 3.

BRASIL. Ministério da Agricultura e do Abastecimento. Secretaria Nacional de Defesa Agropecuária. Regulamento Técnico de Produção, Identidade e Qualidade do Leite de Cabra. Instrução Normativa nº 37. Brasília, 2000.

BRIGGS, H.M; BRIGGS, D.M. *Moderns Bruds of livestock*. 4. Ed., **Macmillon Company**, 1980.

CARNEIRO, J.G.M, **Características funcionais do concentrado protéico do soro do leite de cabra**. 1997, 120p Tese, (doutorado em Eng Química), Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP, Campinas – SP, 1997.

CASTRO B. N. PATRICIA G. E. Hollow fiber and spiral cheese whey ultrafiltration: minimizing controlling resistances, **Journal of Food Engineering** v. 69 p. 495–502, 2005.

CASTRO, Aristóbulo. *A Cabra*. 3. ed. Rio de Janeiro: 1984.

CHOLLANGI, A.; HOSSAIN, M. Separation of proteins and lactose from dairy wastewater. **Chemical Engineering and Processing**, v. 6, p. 105 – 107, 2006.

CONAB: Caprinocultura na Bahia. Maio 2006. 13 p. Disponível na internet: <http://www.conab.gov.br/conabweb/download/sureg/BA/caprinocultura_na_bahia.pdf> Acessado em: dezembro de 2012.

CORDEIRO, P. R. C.; CORDEIRO, A. G. P. C. O Negócio do Leite de Cabra no Brasil e sua Cadeia Produtiva In: Estruturação Da Cadeia Produtiva Do Leite Caprino, Seminário Nordestino De Pecuária, 12, 2008, Fortaleza. Anais... Ceará: PecNordeste, 2008. CD-ROM.

CORREIA, R. T. P.; CRUZ, V. M. F. Leite de cabra e derivados. ACOSC – Associação dos Criadores de Ovinos e Caprinos do Sertão do Cabugi. 2006.

DEL VAL, G. et al. Thioredoxin treatment increases digestibility and lowers allergenicity of milk. **Journal of Allergy and Clinical Immunology**, v.103, n.4, p.690-697, 1999.

FAO: 2006. Statistical databases, disponível na internet, <http://www.apps.fao.org> Acessado em: dezembro de 2012.

FELLOWS, P. J. Tecnologia do processamento de alimentos: Princípios e Práticas - 2 ed. – Tradução: Oliveira, F. C. et al; Porto Alegre: Artmed, pp. 153 – 181, 2006.

FERREIRA, M.C.C.; TRIGUEIRO, I.N.S. Produção de leite de cabras puras no Curimataú paraibano durante a lactação. **Ciênc. Tecnol. Aliment.** V.18, n. 2 Campinas, 1998.

FOLEY, G. Ultrafiltration with variable volume diafiltration: A novel approach to water saving in diafiltration processes. **Desalination**, v. 199, p. 220–221, 2006.

FONSECA, C. R.; PORTO, E.; DIAS, C. T. S.; SUSIN, I. Qualidade do leite de cabra *in natura* e do produto pasteurizado armazenados por diferentes períodos. **Ciência e Tecnologia Alimentar**, Campinas, v. 26, n. 4, p. 944-949, 2006.

FOX, P.F.; MCSWEENEY, P.L.H. Dairy Chemistry and Biochemistry, 4. Ed.

FRANÇA, K. B., Capacitação de operadores de sistemas de dessalinização via osmose inversa, Laboratório de Referência em Dessalinização, UFCG – Campus I, Campina Grande – PB, 2004.

FRANÇA, K.B. Projeto e Simulação de Processos de Dessanilização via Osmose Inversa. Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, Laboratório de Referência em Dessanilização – LABDES, Campina Grande, 2011.

FURTADO, M. Fabricação de queijos de cabra. São Paulo: Nobel S.A, 6. ed., 1985.

GALVÃO, P. F. M.; LIMA, D. M. Desenvolvimento sustentável da caprinovinocultura no cariri paraibano. In. ENCONTRO NACIONAL DE PRODUÇÃO DE CAPRINOS E OVINOS, 2006.

GEA FILTRATION, Filtração por Membranas, disponível na internet www.geafiltration.com, acessado em janeiro de 2013.

GRZESIAK, T. O leite de cabra, leite do futuro para as crianças. in: interesses nutritivos e dietéticos do leite de cabra, , **Niort. Anais** Paris v. 20 p. 22-37. 1997.

HABERT, A. C., BORGES, C. P. E NÓBREGA, R., Processos de separação com membranas. Escola Piloto em Engenharia Química, COPPE/UFRJ – Programa de Engenharia Química, 1997.

IBGE: Censo Agropecuário Brasil, Nordeste e Paraíba, Período 1970 a 2006, disponível na internet, www.ibge.gov.br acessado em dezembro de 2012.

JACOBUCCI, H.B.; SCARBIERI, V.C.; DIAS, N.F.G.P.; BORGES, P.; TANIKAWA, C. Impact of different dietary protein on rat growth, blood serum lipids and protein and liver cholesterol. **Nutrition research**,;V.21, p.905-915, 2001.

JENNESS, R. Composition and characteristics of goat Milk: review 1968 – 1979. **J. Dairy Sci**, v. 63 p 1605 – 1630, 1980.

JUÁREZ, M., RAMOS, M. Physico-chemical characteristics of goat milk as distinct from those of cow milk. In: International Dairy Federation (Ed.), Proceedings of the IDF Seminar Production and Utilization of Ewe's and Goat's Milk, Bulletin No. 202. Athens, Greece, pp. 54–67. 1986.

KARASUA, K.; YOSHIKAWAA, S.; OOKAWARA, S.; OGAWAA, K.; KENTISSHC, S.E.; STEVENSC, G.W. A combined model for the prediction of the permeation flux during the cross-flow ultrafiltration of a whey suspension. **Journal of Membrane Science**, v. 361, p. 71–77, 2010.

KEVIN W.K. YEEA, D. E. W. JIE B. A unified model of the time dependence of flux decline for the long-term ultrafiltration of whey **Journal of Membrane Science** v. 332 p. 69–80, 2009.

LEINDECKER, G.C. **Separação das proteínas do soro do leite *in natura* por ultrafiltração**. 2011, 106p. Monografia (Mestrado em Eng. Química) Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS, Porto Alegre 2011.

LINZELL, J.L., PEAKER, M. The effects of oxytocin and milk removal on milk secretion in the goat. **Thomson Science** London:, v. 378 p.100 - 110 1998.

LOWRY, O. H.; ROSEBROUGH, N. J.; FARR, A. L.; RANDALL, R.J. Protein measurements with the Folin phenol reagent. **J. Biol. Chem.**, v.193, p.265-275, 1951.

MACEDO, A. DUARTE, E. PINHO, M. The role of concentration polarization in ultrafiltration of ovine cheese whey, **Journal of Membrane Science** v381 p. 34– 40 2011.

MARTINEZ-FEREZ A., ZAPATA J.E., GUADIX A. M.C., ALMECIJA M. GOMEZ, GUADIX, E.M. Obtention of goat milk permeates enriched in lactose-derived Oligosaccharides **Desalination** v. 245 p. 730–736, 2009.

MAUBOIS, J.L. MOCQUOT, G. VASSAL, L. Procédé de traitement Du lait et de sous produits laitiers. Patente Française 2.052.121, Paris, França, 1969

MCKENZIE, H.A. Milk Proteins-chemistry and Molecular Biology. Academic Press. v1 p. 50 – 53 (1970).

MESTAWET T. A. A. GIRMA, T. ÅDNØY, T.G. DEVOLD, J.A. NARVHUS, G.E. VEGARU, D. Milk production, composition and variation at different lactation stages of four goat breeds in Ethiopia. **Small Ruminant Research** v.105 p. 176– 181. 2012.

MILLER, G. L. Use of dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugar. **Anal. Chem.**, Washington, v. 31, p. 426-428, 1959.

MOATSOU G., HATZINAKI A., SAMOLADA M., ANIFANTAKIS E. Major whey proteins in ovine and caprine acid wheys from indigenous greek breeds, **International Dairy Journal** v. 15 p. 123–131, 2005.

MORR, C.V.; HA, E.Y.W. Whey protein concentrates and isolates: processing and functional properties. **Food Science and Nutrition**, v. 33 p. 431-476. 1993

MULDER, M., *Basic Principles of Membrane Technology*, Kluwer **Academic Publishers**, Netherlands, 1986.

MULDER, M. *Basic Principles of Membrane Technology*. 2ndEd. Kluwer **Academic Publishers**, Netherlands, 564 p., 1996.

MULVIHILL DM, DONOVAN M Whey proteins and their thermal denaturation – a review. **Irish Journal of Food Science and Technology** v. 11 p. 43-75, 1987.

NARONG, P.; JAMES, A. E. Efficiency of ultrafiltration in the separation of whey suspensions using a tubular zirconia membrane. **Desalination**, v. 219, p. 348 – 357, 2008.

OLIM, J.A.C.V. **Produção de concentrados protéicos do soro do leite de cabra por ultrafiltração utilizando membranas de fibra oca**. 2002, 180p Dissertação (mestrado em Eng de Alimentos) Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP, Campinas – SP, 2002.

PAGNO, C. H.; BALDASSO, C.; TESSARO, I.C.; FLORES, S. H.; DE. JONG, E.V. Obtenção de concentrados protéicos de soro de leite e caracterização de suas propriedades funcionais tecnológicas. **Alim. Nutr.**, v.20, n.2, p. 231-239, 2009.

PARK Y.W., M. JUÁREZ, M. RAMOSC, G.F.W. HAENLEIN. Physico-chemical characteristics of goat and sheep Milk. **Small Ruminant Research** v 68 p. 88–113. 2007.

PARKASH, S. & JENNESS,R. The composition and characteristics of goats milk: a review. **Dairy Sci. Abs.**, v. 30 p. 67 – 87, 1968.

PELLEGRINI, L.G; CASSANEGO, D.B; GUSSO, A.P; MATTANNA, P; SILVA, S.V. características físico-químicas de leite bovino, caprino e ovino. **Synergis muss cyentifica** UTFPR, Pato Branco, v. 07, p. 01 -03, 2012.

PEREIRA, I.O. **Análise e Otimização do Processo de Ultrafiltração do Soro do Leite para Produção de Concentrado Protéico**, 2009 62p (Mestrado em Eng de Alimentos) UESB, Itapetinga – BA, 2009.

PEREIRA, R. A. G.; QUEIROGA, R. C. R. E.; VIANNA, R. P. T.; OLIVEIRA, M. E. G. Qualidade química e física do leite de cabra distribuído no Programa Social "Pacto Novo Cariri" no Estado da Paraíba. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, São Paulo, v. 64, n. 2, p. 205-211, 2005.

PERES, L; ROIG, S.M BITTENCOURT, E. Ultrafiltração usando membranas minerais – aplicação na área de laticínios, In: Congresso Brasileiro de Engenharia Química, 9, Salvador, Trabalhos técnicos, , p.173 – 182, 1992.

PORTAL DE ENGENHARIA QUÍMICA, Processos de separação por membranas, disponível na internet <http://labvirtual.eq.uc.pt>, acessado em fevereiro de 2013.

PRATA, L. F.; RIBEIRO, A.C.; REZENDE, K. T.; CARVALHO, M. R. B.; RIBEIRO, S. D. A.; COSTA, R. G. Composição, perfil nitrogenado e características do leite caprino (Saanen). Região Sudeste. Brasil. **Ciência e Tecnologia Alimentar**, Campinas, v. 18, n. 4, p. 428-432, 1998.

QUEIROGA, R. C. R. E.; COSTA, R. G.; BISCOTINI, T. M. B.; MEDEIROS, A. N.; MADRUGA, M. S.; SHULER, A. R. P. Influência do manejo do rebanho, das condições higiênicas da ordenha e da fase de lactação na composição química do leite de cabras Saanen. **Revista Brasileira de Zootecnia**, Viçosa, v. 36, n. 2, p. 430-437, 2007.

QUEIROGA, R. C. R. E.; TRIGUEIRO, I. N. S.; FERREIRA, M. C. C. Caracterização do leite de cabras mestiças do Brejo Paraibano, durante o período de lactação. **Higiene Alimentar**, São Paulo, v. 12, n. 58, p. 77-80, 1998.

RAO, H. G. R. Mechanisms of flux decline during ultrafiltration of dairy products and influence of pH on flux rates of whey and buttermilk. **Desalination**, v. 144, p. 319-324, 2002.

RAYNAL-LJUTOVAC, K.; LAGRIFFOUL, G.; PACCARD, P. et al. Composition of goat and sheep milk products: An update. **Small Ruminant Research**, v.79, p.57-72, 2008.

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

RIBEIRO, A. C. Estudo dos efeitos genéticos e de ambiente sobre características de importância econômica em caprinos da raça Saanen, 1997, p.116. Dissertação (Mestrado em Melhoramento Genético Animal) - Universidade Estadual Paulista, Jaboticabal, 1997.

RICEA, G.; BARBERB, A.; O'CONNORA, A.; STEVENSA, G.; KENTISHA, S. Fouling of NF membranes by dairy ultrafiltration permeates, **Journal of Membrane Science** v. 330, p. 117–126, 2009.

ROCHA, D. Caprinocultura: o leite de cabra como alimento funcional. Zootecnia Brasil, 2007.

ROMÁN, A.; WANG, J.; CSANÁDI, J.; HODÚR, C.; VATAI, G. Partial Demineralization and Concentration of Acid Whey by nanofiltration combined with diafiltration. **Desalination**, v.241, p. 288-295, 2009.

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

SAMPAIO, B. SAMPAIO, Y. LIMA, R.C. AIRES, A. SAMPAIO, G. A Economia da Caprinocultura em Pernambuco: Problemas e Perspectivas, **Revista de Economia**, v. 35, n. 2 (ano 33), p. 137-159, 2009.

SANMARTÍN Beatriz, DÍAZ Olga, RODRÍGUEZ-TURIENZO Laura, COBOS Angel, Functional properties of caprine whey protein concentrates obtained from clarified cheese whey **Small Ruminant Research** v. 110 p. 52– 56, 2013.

SANMARTÍN Beatriz, DÍAZ Olga, RODRÍGUEZ-TURIENZO Laura, COBOS Angel, Composition of caprine whey protein concentrates produced by membrane technology after clarification of cheese whey, **Small Ruminant Research** v. 105 p. 186– 192, 2012.

SCHMIDT, G.H. Factors affecting the yield and composition of milk. In: **Biology of Lactation**. WH **Freeman and Company**, San Francisco, pp. 178–198. 1971.

SGARBIERI, V.C. Propriedades fisiológicas - funcionais das proteínas do soro do leite. Departamento de Alimentos e Nutrição, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas. **Revista de Nutrição** Campinas, SP, Brasil – 2004.

SGARBIERI, V.C. Proteínas em alimentos protéicos: Propriedades, degradações, modificações. São Paulo: Varela, 1996.

Determinação de Lactose pelo método DNS

A lactose será quantificada por espectrofotometria com comprimento de onda de 570 nm, utilizando-se uma curva padrão de lactose. Abaixo segue a descrição do método:

Materiais:

Estufa a 85 °C;
Reagente DNS;
Tubos de ensaio;
Lactose (padrão).

Método

1. Preparar uma solução de DNS:

0,25 gramas de Ácido 3,5-dinitrosalicílico
75,0 gramas de Tartarato de sódio e potássio dissolvidos em 50 mL de NaOH 2 M.
250 mL de água.

2. Adicionar 200 µL de padrão, amostra ou controle a 2 mL de solução DNS.
3. Aquecer a mistura em banho-maria a 100 C por 10 min.
4. Esperar esfriar e ler a absorbância à temperatura ambiente e a 570 nm.
5. Aplicar o valor da leitura na respectiva equação da curva-padrão previamente elaborada para o aparelho.

Metodologia para obtenção da curva-padrão para açúcares redutores

1. Preparar uma solução de lactose 5 g.L-1.
2. Diluir para concentrações desejadas (Ex: 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 e 5,0 g.L-1).
3. Colocar em tubo de ensaio: 200 µL da solução contendo o açúcar + 2 mL do reagente DNS.

4. Preparar uma solução sem lactose, contendo H₂O e DNS para zerar o aparelho.
5. Deixar em banho-maria a 100 oC por 10 minutos.
6. Esperar esfriar até atingir a temperatura ambiente.
7. Ler a absorbância em espectrofotômetro a 570 nm.