

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
FACULDADE DE CIÊNCIAS AGRONÔMICAS
CAMPUS DE BOTUCATU

**ULTRA E MICROFILTRAÇÃO PARA CLARIFICAÇÃO
DE SUCO DE YACON (*Polymnia sonchifolia*) NA OBTENÇÃO
DE XAROPE RICO EM FRUTANOS**

CRISTIANE FÁTIMA GIBERTONI

Dissertação apresentada à Faculdade de
Ciências Agronômicas da UNESP - Câmpus
de Botucatu, para obtenção do título de
Mestre em Agronomia - Área de
Concentração em Horticultura

BOTUCATU-SP
agosto - 2003

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
FACULDADE DE CIÊNCIAS AGRONÔMICAS
CAMPUS DE BOTUCATU

**ULTRA E MICROFILTRAÇÃO PARA CLARIFICAÇÃO
DE SUCO DE YACON (*Polymnia sonchifolia*) NA OBTENÇÃO
DE XAROPE RICO EM FRUTANOS**

CRISTIANE FÁTIMA GIBERTONI

Orientador: Prof.Dr. Waldemar Gastoni Venturini Filho

Dissertação apresentada à Faculdade de
Ciências Agronômicas da UNESP - Câmpus
de Botucatu, para obtenção do título de
Mestre em Agronomia - Área de
Concentração em Horticultura

BOTUCATU-SP
agosto - 2003

A meu pai, OSMAR,
cujo orgulho pelo meu trabalho
é meu maior incentivo

Dedico

A meu marido, FERNANDO e
à minha filha MARIA DE FÁTIMA,
com muito amor,

Ofereço

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A DEUS, que com infinita paciência guia meus passos pelos caminhos da vida
permitindo meus sucessos e amparando-me nos meus fracassos.

À minha mãe Daisy, minha irmã Sandra, minha sogra Ivani,
meu sogro Luiz Thomaz e meu cunhado Rodrigo,
pelo carinho e incentivo constantes.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Waldemar Gastoni Venturini Filho,
por ter acreditado e por sua orientação dedicada e paciente.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP),
pela concessão da bolsa de estudos
sem a qual este trabalho não teria sido possível.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof.Dr. Francisco Luiz de Araújo Câmara e à Profa.Dra.Marney Pascoli Cereda, pela valiosa orientação.

Ao amigo José Orestes Merola de Carvalho, pelos auxílios prestados mesmo à distância com paciência e amizade.

À amiga Evelise da Silva Fonseca, pela correção do Summary, por suas orientações, pelo apoio e pela amizade.

À amiga Cristhiane da Silva Martin, por suas orientações, sua ajuda, seu apoio e sua amizade.

Ao amigo Mauro Sérgio Vianello Pinto, pela amizade e pelo apoio constante.

A todos os membros da família de meu marido, por seu apoio e amizade.

A toda minha família, pelo carinho e apoio constantes.

Às amigas Eliane Bassetto, Silvana Bortoleto e Raquel Rosati, pelo apoio e amizade.

À Fedra Quijano, pelos materiais e orientações cedidos para este trabalho.

À Andressa Milene Parente Nogueira e ao Teófanés Vicente Trombini, pelo auxílio no desenvolvimento dos trabalhos e das análises laboratoriais.

Ao amigo, Dr. Julio Estuardo Amaya Robles, pela ajuda dedicada e orientação.

Ao Centro de Raízes e Amidos Tropicais (CERAT), pela execução cuidadosa de algumas das análises deste trabalho.

Aos funcionários da biblioteca “Prof. Paulo de Carvalho Mattos”, por suas orientações e pelo tratamento amigo.

Aos funcionários do Departamento de Produção Vegetal - Horticultura: Thomé, Lima, Amauri, Márcio, Osmar, Edmilson, Admilson e Edson, pelo auxílio no desenvolvimento de trabalhos.

Aos funcionários da Seção de Pós-Graduação pela pronta ajuda e pelo tratamento amigo.

Aos colegas do Laboratório de Bebidas do Depto. de Produção Vegetal - Horticultura, pela agradável convivência.

SUMÁRIO

	página
LISTA DE TABELAS.....	III
LISTA DE FIGURAS.....	VII
RESUMO.....	1
SUMMARY.....	3
1. INTRODUÇÃO.....	5
2. REVISÃO DE LITERATURA.....	7
2.1. Yacon (<i>Polymnia sonchifolia</i>).....	7
2.2 Frutanos.....	10
2.3 Filtração tangencial.....	14
2.3.1 Ultrafiltração.....	16
2.3.2 Microfiltração.....	19
2.3.3 O fenômeno da compactação de membranas.....	22
2.4 Produção de xaropes.....	26
2.5 Branqueamento.....	28
3. MATERIAL E MÉTODOS.....	33
3.1 Material	33
3.1.1 Matéria prima.....	33
3.1.2 Equipamento para filtração tangencial.....	34
3.2 Metodologia.....	35
3.2.1 Extração do suco de yacon.....	35
3.2.1.1 Branqueamento.....	36
3.2.1.2 Trituração.....	36
3.2.1.3 Lavagem, filtração e prensagem da fibra.....	36
3.2.1.4 Mistura final.....	37
3.2.1.5 Conservação.....	37
3.2.1.6 Amolecimento das raízes.....	37
3.2.1.7 Trituração.....	38
3.2.1.8 Prensagem das fibras.....	38

	página
3.2.1.9 Mistura final.....	38
3.2.1.10 Utilização.....	38
3.2.2 Caracterização do piloto e das membranas.....	40
3.2.3 Avaliação das condições de operação do piloto.....	40
3.2.4 Testes de repetibilidade.....	41
3.2.5 Produção do xarope de frutanos.....	42
3.2.6 Análises	42
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	43
4.1 Análise da matéria-prima.....	43
4.2 Extração do suco de yacon.....	44
4.3 Caracterização do piloto e das membranas.....	46
4.4 Testes de filtração do suco de raízes de yacon não submetidas ao processo de branqueamento.....	48
4.5 Avaliação das condições de operação do piloto com uso de membranas de ultrafiltração e de microfiltração.....	51
4.5.1 Temperatura.....	51
4.5.2 Pressão transmembrana e velocidade tangencial.....	60
4.5.3 Testes de repetibilidade.....	65
4.5.4 Fator de Redução Volumétrica – FRV.....	72
4.5.5 Produção do xarope.....	77
5. CONCLUSÕES.....	79
6. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	81
7. CONCLUSÕES.....	82

LISTA DE TABELAS

Tabela	página
1. Caracterização da raiz de yacon (GRAU e REA, 1997).....	9
2. Caracterização da raiz de yacon em relação a carboidratos solúveis em água (FUKAI et al, 1993).....	9
3. Características de processos membranares ideais.....	16
4. Caracterização das raízes de yacon utilizadas como matéria prima.....	43
5. Planilha de resultados do processo de extração de suco de yacon – primeira repetição.....	44
6. Planilha de resultados do processo de extração de suco de yacon – segunda repetição.....	45
7. Planilha de resultados do processo de extração de suco de yacon – terceira repetição.....	45
8. Planilha com a média de resultados do processo de extração de suco de yacon.....	45
9. Resultados da determinação do volume morto do piloto de filtração tangencial.....	46
10. Permeabilidade da membrana de 50 kD em água de torneira na temperatura de 20°C, pressão transmembrana de 1,0 bar e velocidade tangencial de 2,0 m/s.....	47
11. Permeabilidade da membrana de 50 kD em água destilada na temperatura de 20°C, pressão transmembrana de 1,0 bar e velocidade tangencial de 2,0 m/s.....	47
12. Permeabilidade da membrana de 0,14 µm em água de torneira na temperatura de 20°C, pressão transmembrana de 1,0 bar e velocidade tangencial de 2,0 m/s.....	48
13. Análises do suco de alimentação, permeado e retentato obtidos nos ensaios com suco de yacon não submetido ao processo de branqueamento, com uso da filtração em membrana de 50 kD e 0,14 µm, na temperatura de 80°C, velocidade tangencial de 2,0 m/s e pressão transmembrana de 2,0 bar.....	48
14. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado em membrana de 50 kD, nas temperaturas de 20°C, 40°C, 60°C e 80°C, com velocidade tangencial de 2,0 m/s e pressão transmembrana de 2,0 bar.....	52

15. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado em membrana de 0,14 μm , nas temperaturas de 20°C, 40°C, 60°C e 80°C, com velocidade tangencial de 2,0 m/s e pressão transmembrana de 2,0 bar.....	52
16. Resultados das análises dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de ultrafiltração, sob diferentes temperaturas, com pressão transmembrana de 2 bar e velocidade tangencial de 2 m/s.....	56
17. Resultados das análises dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de microfiltração, sob diferentes temperaturas, com pressão transmembrana de 2 bar e velocidade tangencial de 2 m/s.....	56
18. Composição relativa de carboidratos dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de ultrafiltração, sob diferentes temperaturas, com pressão transmembrana de 2 bar e velocidade tangencial de 2 m/s.....	58
19. Composição relativa de carboidratos dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de microfiltração, sob diferentes temperaturas, com pressão transmembrana de 2 bar e velocidade tangencial de 2 m/s.....	59
20. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado em membrana de 50 kD, na temperatura de 40°C, com diferentes combinações de pressão transmembrana e velocidade tangencial.....	60
21. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado em membrana de 0,14 μm , na temperatura de 40°C, com diferentes combinações de pressão transmembrana e velocidade tangencial.....	61
22. Fluxo médio de permeado do suco de yacon filtrado em membranas de 50 kD e 0,14 μm , na temperatura de 40°C, com diferentes combinações de pressão transmembrana e velocidade tangencial.....	62
23. Resultados das análises dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de ultrafiltração, sob temperatura de 40°C, com diferentes combinações de pressão transmembrana e velocidade tangencial.....	64
24. Resultados das análises dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de microfiltração, sob temperatura de 40°C, com diferentes combinações de pressão transmembrana e velocidade tangencial.....	64

25. Valores médios de fluxo de permeado e seus R^2 em função das condições de operação do piloto com uso de membranas de 50 kD e 0,14 μm	65
26. Fluxo de permeado dos testes de repetibilidade com suco de yacon ultrafiltrado em membrana de 50 kD, na temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s.....	66
27. Fluxo de permeado dos testes de repetibilidade com suco de yacon ultrafiltrado em membrana de 0,14 μm , na temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s.....	66
28. Variabilidade de resultados de fluxo médio de permeado de suco de yacon ultrafiltrado em membrana de 50 kD, na temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s.....	67
29. Variabilidade de resultados de fluxo médio de permeado de suco de yacon ultrafiltrado em membrana de 0,14 μm , na temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s.....	67
30. Resultados das análises dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de ultrafiltração, sob temperatura de 40°C, com pressão transmembrana de 2 bar e velocidade tangencial de 4 m/s (Repetições 1, 2 e 3).....	69
31. Variabilidade dos resultados das análises de suco de alimentação durante os ensaios de repetibilidade dos testes de ultrafiltração.....	69
32. Variabilidade dos resultados das análises de permeado durante os ensaios de repetibilidade dos testes de ultrafiltração.....	70
33. Variabilidade dos resultados das análises de retentato durante os ensaios de repetibilidade dos testes de ultrafiltração.....	70
34. Resultados das análises dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de microfiltração, sob temperatura de 40°C, com pressão transmembrana de 2 bar e velocidade tangencial de 4 m/s (Repetições 1, 2 e 3).....	70
35. Variabilidade dos resultados das análises de suco de alimentação durante os ensaios de repetibilidade dos testes de microfiltração.....	70
36. Variabilidade dos resultados das análises de permeado durante os ensaios de repetibilidade dos testes de microfiltração.....	71

37. Variabilidade dos resultados das análises de retentato durante os ensaios de repetibilidade dos testes de microfiltração.....	71
38. Coeficiente de variação das análises químicas realizadas nos sucos de alimentação, permeados e retentatos, durante os ensaios de repetibilidade dos testes de ultrafiltração e microfiltração.....	71
39. Fluxo de permeado de suco de yacon ultrafiltrado em membrana de 50kD, na temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s, em função do FRV.....	73
40. Fluxo de permeado de suco de yacon microfiltrado em membrana de 0,14 µm, na temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s, em função do FRV.....	73
41. Análises do suco de alimentação, permeado e retentato oriundos da filtração em membranas de 50 kD e 0,14 µm sob temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar, velocidade tangencial de 4,0 m/s e FRV 6.....	75
42. Composição relativa de carboidratos dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de ultra e microfiltração sob temperatura de 40°C, com pressão transmembrana de 2 bar, velocidade tangencial de 4 m/s e FRV 6.....	76
43. Análises dos xaropes obtidos da concentração dos permeados oriundos da filtração em membranas de 50 kD e 0,14 µm sob temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar, velocidade tangencial de 4,0 m/s e FRV 6.....	77
44. Composição relativa de carboidratos dos xaropes e de seus permeados de origem oriundos da filtração em membranas de 50 kD e 0,14 µm.....	78

LISTA DE FIGURAS

Figura	página
1. Cadeia de frutanos, tipo inulina (VILHENA, 1997, citando Avigad & Dey, 1997)....	12
2. Faixas utilizadas nos processos de separação, mostrando os limites de tamanho de partículas ou moléculas cobertos por cada processo e o fator primário que governa cada processo de separação (CHERYAN, 1986).....	15
3. Desenho esquemático de um ultrafiltro.....	17
4. Descrição esquemática dos mecanismos de bloqueio de membrana (RUOHOMÄKI e NISTRÖM, 2000).....	24
5. Esquema simplificado da hidrólise de inulina (HEINEN et al., 2001).....	30
6. a) planta inteira de yacon; e b) detalhe das raízes de yacon.....	33
7. raízes de yacon secando à sombra, após a colheita e lavagem com água de torneira...	34
8. Fotografia do piloto de filtração tangencial utilizado nos ensaios deste trabalho.....	34
9. Fluxograma da extração de suco de yacon.....	39
10. Fotografias de permeados obtidos da ultrafiltração de suco de yacon, produzido de raízes submetidas (a) ou não submetidas ao processo de branqueamento (b).....	49
11. Fotografias de retentatos obtidos da ultrafiltração de suco de yacon, produzido de raízes submetidas (a) ou não submetidas ao processo de branqueamento (b).....	49
12. Fotografias de sucos de alimentação produzidos de raízes de yacon submetidas (a) ou não submetidas ao processo de branqueamento (b), utilizados no processo de ultrafiltração.....	50
13. Fotografias de permeados obtidos da microfiltração de suco de yacon, produzido de raízes submetidas (a) ou não submetidas ao processo de branqueamento (b).....	50
14. Fotografias de retentatos obtidos da microfiltração de suco de yacon, produzido de raízes submetidas (a) ou não submetidas ao processo de branqueamento (b).....	50
15. Fotografias de sucos de alimentação produzidos de raízes de yacon submetidas (a) ou não submetidas ao processo de branqueamento (b), utilizados no processo de microfiltração.....	50

16. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado com uso da membrana de 50 kD sob temperaturas de 20°C, 40°C, 60°C e 80°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 2,0 m/s.....	53
17. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado com uso da membrana de 0,14 µm sob temperaturas de 20°C, 40°C, 60°C e 80°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 2,0 m/s.....	53
18. Fluxo médio de permeado de suco de yacon filtrado sob diferentes temperaturas em membrana de 50 kD e 0,14 µm, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 2,0 m/s.....	55
19. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado com uso da membrana de 50 kD sob temperatura de 40°C, nas combinações P2V2, P2V4, P4V2 e P4V4.....	61
20. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado com uso da membrana de 0,14 µm sob temperatura de 40°C, nas combinações P2V2, P2V4, P4V2 e P4V4.....	62
21. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado em membrana de 50 kD, na temperatura de 40°C, velocidade tangencial de 4,0 m/s e pressão transmembrana de 2,0 bar (Repetições 1, 2 e 3).....	68
22. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado em membrana de 0,14 µm, na temperatura de 40°C, velocidade tangencial de 4,0 m/s e pressão transmembrana de 2,0 bar (Repetições 1, 2 e 3).....	68
23. Fluxo de permeado de suco de yacon ultrafiltrado em membrana de 50kD, na temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s, em função do FRV.....	74
24. Fluxo de permeado de suco de yacon microfiltrado em membrana de 0,14 µm, na temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s, em função do FRV.....	74

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi utilizar ultra e microfiltração para clarificação de suco de yacon (*Polymnia sonchifolia*) na obtenção de xarope rico em frutanos. Procedeu-se um ensaio inicial de ultra e microfiltração de suco de yacon produzido sem que as raízes tivessem sido submetidas a processo de branqueamento. Este ensaio demonstrou que, embora tenha ocorrido clarificação do permeado em função da filtração tangencial, houve escurecimento enzimático das raízes, resultando em produtos mais escuros do que os oriundos de raízes submetidas ao branqueamento. Os ensaios seguintes objetivaram avaliar os processos de filtração tangencial, utilizando-se de temperaturas de 20, 40, 60 e 80°C. Observou-se aumento do fluxo de permeado em função do aumento da temperatura. Análises de umidade, sólidos totais, cinzas, açúcares redutores, acidez total, proteínas, °Brix e pH feitas nos sucos de alimentação, permeados e retentatos, demonstraram que o aumento da temperatura não interferiu nas características químicas dos produtos, embora ocorra clarificação dos permeados. Escolheu-se a temperatura de 40°C para dar continuidade aos trabalhos. Procedeu-se a seguir ensaios combinando pressões transmembrana de 2 e 4 bar com velocidades tangenciais de 2 e 4 m/s. Verificou-se que a combinação de pressão transmembrana 2 bar com velocidade tangencial de 4 m/s resultou em maior fluxo de permeado. As análises químicas demonstraram não haver interferência da pressão e velocidade na composição química dos permeados e retentatos, em relação aos sucos de alimentação. Para conhecer a variabilidade de fluxos de permeado durante a operação do piloto foram feitos testes de repetibilidade. As baixas variabilidades de resultados de fluxo médio permitiram concluir que as condições

utilizadas podem ser reproduzidas sem problemas. As melhores combinações de temperatura, velocidade e pressão foram utilizadas em ensaios com Fator de Redução Volumétrica crescente (FRV=6), buscando reproduzir as condições encontradas em escala industrial. Nestes ensaios, verificou-se queda de 31 a 33% no fluxo de permeado durante a micro e ultrafiltração, respectivamente. Os permeados oriundos dos testes com FRV crescente foram concentrados em evaporador rotativo a vácuo até 74,5-81,0°Brix. Os processos de ultra e microfiltração foram eficazes na clarificação do suco de yacon e o processo de branqueamento a que foram submetidas as raízes garantiu a produção de xaropes ricos em frutanos.

Palavras-chave: Yacon, *Polymnia sonchifolia*, Filtração tangencial, Ultrafiltração, Microfiltração, Xarope.

SUMMARY

The objective of this work was to utilize ultrafiltration and microfiltration techniques for the clarification of yacon (*Polymnia sonchifolia*) juice, in obtainment of rich contents of fructans syrup. An initial essay of ultrafiltration and microfiltration was carried out with yacon's juice produced without the submission of the roots to the bleaching process. This essay demonstrated that there was enzymatic browning of the roots, though occurs permeate clarifies due to the tangential filtration, resulting in darker products than the roots submitted to the bleaching process. The next essays seek to evaluate the tangential filtration process, by testing temperatures of 20, 40, 60, and 80°C. It was observed an increase of the permeate flow following the temperature increase. Moisture, total solids, ash, reducer sugars, total acidity, proteins, °Brix, and pH's analysis of the feed juices, permeates and retentates demonstrated that the temperature rise didn't interfere in the products chemical attributes, though occurs the clarify of the permeates. The temperature of 40°C was chosen for the continuity of the works. Following essays were made by combination of transmembrane pressure of 2 and 4 bars with tangential velocities of 2 and 4 m/s. It was verified that the transmembrane pressure of 2 bar with tangential velocity of 4m/s combination resulted in a greatest permeate flux. The chemical analysis demonstrated that there isn't pressure and velocity's interference in permeates and retentates chemical composition regarding to the feed juices. Repeated tests were made to know the permeate flux variability during the equipment operation. The low variabilities of the medium flux results permitted to conclude that the used conditions can be reproduced without problems. The best combinations of temperature, velocity, and pressure were utilized in essays with crescent Volumetric

Reduction Factor (FRV=6), seeking to reproduce the condition found in industrial scale. At this essays, was verified decrease of 31 to 33% in the permeate flux during the microfiltration and ultrafiltration, respectively. The originated permeates of the tests with crescent Volumetric Reduction Factors were concentrated in vacuum rotatory evaporator at 74,5-81,0°Brix. The ultrafiltration and microfiltration processes were efficient in the yacon juice clarification, and the bleaching process in which the roots were submitted ensured the production of the rich fructans syrup.

Keywords: Yacon, *Polymnia sonchifolia*, Tangential filtration, Ultrafiltration, Microfiltration, Syrup.

1. INTRODUÇÃO

Yacon (*Polymnia sonchifolia*) é uma planta de origem andina, cuja distribuição vem se alargando pelo mundo principalmente a partir de 1980, em função das características de seus compostos, os quais são considerados de interesse medicinal; bem como das características relativas à produtividade, resistência a doenças e facilidade de cultivo.

Trata-se de planta pertencente à família Compositae e, como outras desta família, apresenta em sua composição carboidratos de reserva de baixo grau de polimerização, os oligofrutos, além de inulinas.

Os frutanos são componentes químicos grandemente valorizados no mercado de produtos medicinais naturais. São caracterizados pelo fato de que o corpo humano não os metaboliza, passando praticamente inertes pelo trato digestivo, fornecendo poucas calorias. Além disso, agem na hiperlipemia, reduzindo a taxa de lipídeos e de colesterol no sangue, possuem propriedades anti-cariogênicas e anti-diabéticas, funcionam como fibras dietéticas e exercem um efeito favorável na flora intestinal humana, estimulando a proliferação das bifidobactérias no colo intestinal.

A filtração é definida como a separação de dois ou mais componentes de uma mistura. Em seu uso convencional, refere-se geralmente à separação de partículas sólidas, imiscíveis, a partir de um fluxo de líquido ou gás. A filtração membrana estende esta aplicação para incluir a separação de solutos dissolvidos em líquidos e para separação de misturas gasosas.

Xaropes vêm sendo utilizados como edulcorantes ao longo da história da humanidade, a exemplo do mel. A descoberta de novas tecnologias levou à substituição do mel por outros tipos de compostos com alto poder edulcorante, como o xarope de glucose e o xarope de milho com alto teor de frutose, o conhecido xarope de milho de alto teor de frutanos (High Fructose Corn Syrup-HFCS). Atualmente, a demanda por produtos considerados saudáveis tem levado pesquisadores a buscar alternativas para os adoçantes convencionais. Neste ponto, o xarope de raízes de yacon surge como opção de grande importância, dadas as suas propriedades funcionais.

O objetivo deste trabalho foi clarificar suco de yacon com a utilização de técnicas de ultra e microfiltração em membranas minerais, com a finalidade de obter xaropes ricos em frutanos.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1. Yacon (*Polymnia sonchifolia*)

Originário das florestas úmidas das montanhas do Peru e da Bolívia, o yacon expandiu-se para o norte e o sul, ao longo dos Andes (GRAU e REA, 1997).

De acordo com Grau e Rea (1997), yacon foi inicialmente classificado como pertencente ao gênero *Polymnia* (Compositae, Heliantheae, subtribo Melampodinae), um gênero criado por Linnaeus em 1751, e mantido como *Polymnia* na primeira revisão moderna do gênero, feita por Wells em 1967. No entanto, uma perspectiva diferente foi adotada por Robinson em 1978, num estudo mais recente, o qual restabeleceu o gênero *Smallanthus* - considerando que há diferenças importantes separando os gêneros *Polymnia* e *Smallanthus* - proposto por Mackenzie em 1933. O ponto de vista de Robinson vem ganhando aceitação pelos autores norte americanos, mas ainda vem sendo muito utilizada a classificação como *Polymnia*.

As espécies têm recebido vários nomes na linguagem andina dominante. Aricoma e Aricama são usados em certas áreas da Bolívia. Yacon, com algumas diferenças regionais de pronúncia, é utilizado desde o Peru até o norte da Argentina. O termo Arboloco, usado na Colômbia, sugere uma poderosa influência espanhola. Yacon também recebeu nomes em outras linguagens européias, como Poire de terre e Yacon strawberry (GRAU e REA, 1997).

Ainda segundo Grau e Rea (1997), a produtividade e outros traços de grande valor econômico do yacon sugerem fortemente que esta é uma espécie com grande potencial. Análises demonstraram que antigos cultivos na região dos Andes chegavam a produzir cerca de 100 t/ha. No entanto, durante o presente século mudanças culturais causaram redução paulatina dos cultivos de yacon nos Andes. Após 1980, particularmente após 1989, o interesse de países fora dos Andes pelas propriedades do yacon fez renovar o interesse pelo seu cultivo entre os países andinos. Em alguns casos, as plantas são cultivadas apenas para o consumo familiar, sendo mais freqüentemente cultivada como uma espécie para comercialização em nível local. Em ambas as situações os fazendeiros dificilmente tratam o yacon como seu cultivo principal e raramente dedicam grande parte de seus esforços à sua produção. O yacon produzido no Japão é distribuído para a Coreia e o Brasil. No Brasil, é cultivado comercialmente no Estado de São Paulo.

A preparação do solo para o cultivo do yacon é feita de diferentes formas de região para região e de acordo com a escala de produção desejada. O sistema usado atualmente na região de Cuzco, sudoeste do Peru, pode ser similar àquele utilizado no tempo da domesticação do yacon. No Brasil, o yacon é plantado em canteiros com 1m de largura e 15cm de profundidade. O pH do solo é corrigido para 6,0 com adição de calcário dolomítico e o cultivo inclui fertilizações com N-P-K, zinco e sulfato de amônio, além de irrigação por aspersão (GRAU e REA, 1997). Equipamentos mecânicos utilizados na colheita de batatas têm sido utilizados com sucesso no Brasil. Confirmando a literatura internacional a produtividade do yacon chega a alcançar 100 t/ha em Capão Bonito-SP, Brasil (KAKIHARA et al., 1996).

Yacon é uma planta perene, atingindo de 1,5 a 3,0m de altura. Seu sistema radicular é composto de 4 a 20 raízes tuberosas, que podem atingir 25cm de comprimento e 10cm de diâmetro. Nas raízes, o armazenamento de nutrientes se dá no tecido parenquimatoso, que cresce a partir do córtex radicular e particularmente no cilindro vascular. O parênquima acumula hidratos de carbono e, em alguns casos, pigmentos típicos. (GRAU e REA, 1997).

Vários carboidratos são acumulados nas raízes do yacon: frutose, glicose, sacarose, oligossacarídeos de baixo grau de polimerização (DP 3-10 frutanos), além de amido e inulina (Asami et al., 1989; Oyama et al., 1990 – citados por GRAU e REA, 1997).

Inulina é o principal componente que se acumula em plantas da família Compositae. Oligofrutos com baixo grau de polimerização podem atingir até 67% da massa seca colhida (Asami et al., 1991 – citado por GRAU e REA, 1997). Oligossacarídeos purificados têm sido identificados como beta (2→1) fruto-oligossacarídeos com sacarose terminal - inulina tipo oligofrutano (Goto et al., 1995 – citado por GRAU e REA, 1997). Em experimentos conduzidos por Fukai et al. (1997), frutano foi acumulado principalmente nas raízes e caules.

Além dos carboidratos, as raízes ainda contêm fibras, vitaminas e sais minerais. Níveis elevados de proteínas têm sido relatados nos caules e folhas (Calvino, 1940 – citado por GRAU e REA, 1997).

Com base em dados de Grau e Rea (1997), a Tabela 1 representa uma caracterização geral de raízes de yacon:

Tabela 1. Caracterização da raiz de yacon (GRAU e REA, 1997).

Componente	base fresca	base seca
Água (%)	70 - 93	-
Cinzas (%)	0,3 - 2,0	1,1 - 6,7
Proteína (%)	0,4 - 2,0	1,3 - 7,3
Gordura (%)	0,1 - 0,3	0,4 - 1,0
Fibra (%)	0,3 - 1,7	1,0 - 5,7
Cálcio (mg/g)	23	-
Fósforo (mg/g)	21	-
Ferro (mg/g)	0,3	-
Retinol (mg/g)	10	-
Caroteno (mg/g)	0,08	-
Tiamina (mg/g)	0,01	-
Riboflavina (mg/g)	0,1	-
Niacina (mg/g)	0,33	-
Ácido ascórbico (mg/g)	13	-

Na tabela 2, pode-se observar a composição em glicose, frutose, sacarose e oligofrutos de raízes de yacon, descrita por Fukai et al. (1993). A autora da presente dissertação calculou a percentagem de cada carboidrato.

Tabela 2. Caracterização da raiz de yacon em relação a carboidratos solúveis em água (FUKAI et al., 1993).

Componente na base seca	(mg/g)*	%
Glicose	31	9,75
Frutose	6	1,89
Sacarose	51	16,04
Oligofrutos**	230	72,33

*Valores observados nas raízes tuberosas

**Valores descritos como GF₂, GF₃ e GF₄

Nos mercados andinos, o yacon é considerado como uma “fruta”, suas raízes possuem sabor doce e agradável e são comumente comidas cruas, usualmente após um período de exposição ao sol. Na Bolívia, yacon é comumente consumido por diabéticos e pessoas com problemas digestivos. Também foram mencionadas propriedades no tratamento de problemas renais e para rejuvenescimento da pele. Às folhas de yacon também têm sido atribuídas propriedades medicinais (antidiabética). No Brasil as folhas secas são usadas no preparo de chás medicinais (KAKIHARA et al., 1996). Foi observada, ainda, atividade hipoglicêmica na água extraída das folhas, ao alimentar ratos com diabetes induzida (Volpato et al., 1997 - citado por GRAU e REA, 1997).

Pode-se processar o yacon de diferentes formas: o suco obtido por esmagamento das raízes pode ser fervido e concentrado para produzir blocos sólidos de cor marrom-escura, denominados chancaca (National Research Council, 1989 – citado por GRAU e REA, 1997), semelhantes às rapaduras obtidas por concentração do caldo da cana-de-açúcar. O suco também pode ser concentrado a baixa pressão obtendo-se como produto final um xarope denso com baixo teor energético (Chaquilla, 1997 – citado por GRAU e REA, 1997).

É importante salientar que o yacon pode prover as baixas calorias e as fibras necessárias para auxiliar no combate ao “stress” de pessoas com estilo de vida sedentário, combinado a um consumo excessivo de carboidratos e gorduras (GRAU e REA, 1997).

Recentemente, a isocestose e os homólogos de frutanos de baixo grau de polimerização, encontrados nas raízes de yacon, têm sido utilizados como substitutos do açúcar e de sacarose (Hidaka et al., 1987 – citado por OHYAMA et al., 1990). Estes frutanos são considerados como produtos de baixa caloria podendo exercer efeito favorável na flora intestinal humana e aliviar a hiperlipemia (Hata et al., 1983; Hidaka et al., 1987 – citados por OHYAMA et al., 1990); além disso, não induzem à formação de cáries dentárias (Ikeda et al., 1982 – citado por OHYAMA et al., 1990).

2.2 Frutanos

Os frutanos são polímeros lineares ou ramificados em que uma ou mais ligações beta-frutanofuranosil-frutose constituem as unidades predominantes. Em plantas, o

grupo inclui oligossacarídeos com um grau de polimerização (DP) de 3 a 6, assim como longas cadeias que podem apresentar grau de polimerização próximo de 50 no grupo das inulinas e maiores (DP ao redor de 200) no caso de levanos (AVIGAD e DEY, 1997). Frutanos apresentam um resíduo a mais de glicose geralmente na extremidade da molécula, ligado à frutose por uma ligação alfa 2-1, como na sacarose. São compostos associados estrutural e metabolicamente à sacarose, sendo constituídos de séries homólogas de oligo e polissacarídeos não redutores, onde cada membro apresenta um resíduo a mais de frutose que o membro anterior da série. Os frutanos das dicotiledôneas são do tipo inulina, na qual os resíduos de frutose são unidos por ligações glicosídicas beta 2-1 em cadeias lineares (VILHENA, 1997).

Frutanos, assim como o amido e a sacarose, são provavelmente os carboidratos mais abundantemente metabolizados em plantas; acumulam-se em raízes, tubérculos e bulbos de numerosas plantas, entre Alliaceae, Liliaceae e Compositae, bem como em outras Angiospermas tais como dália, tulipa, aspargos, chicória e alcachofra de jerusalém. São encontrados também em sementes de gramíneas, especialmente nos estágios iniciais de desenvolvimento (AVIGAD e DEY, 1997).

Os carboidratos são usualmente classificados de acordo com seu peso molecular (grau de polimerização) entre açúcares, oligossacarídeos e polissacarídeos, com subgrupos identificados pela natureza de seus monossacarídeos constituintes (VORAGEN, 1998). O grau de polimerização dos frutanos varia com a espécie da planta e mesmo com seu ciclo de vida, mas todos os frutanos têm um baixo grau de polimerização quando comparado ao do amido (PONTIS, 1990).

Frutanos são solúveis em água e ficam armazenados nos vacúolos de células de tecidos “carnosos”. Nas raízes de vegetais da família Compositae, foram encontradas concentrações de frutanos acima de $0,8 \text{ g.g}^{-1}$ de massa seca (INCOLL e BONNETT, 1996). Usualmente, a ocorrência de frutanos é muito pequena nas folhas e especialmente grande em raízes, bulbos, tubérculos, rizomas e em alguns frutos imaturos (Meier e Reid, 1982 – citados por PONTIS, 1990). Os frutanos encontrados nas dicotiledôneas são, tanto quanto se sabe, todos do grupo das inulinas (PONTIS, 1990).

Inulina é o carboidrato de reserva presente em raízes e tubérculos de muitos dos membros da família Compositae, bem como de outras famílias de plantas, e com

uma simples enzima – inulinase – pode ser hidrolisada a frutose e glicose, seus componentes. A indústria de alimentos tem um crescente interesse pela inulina (Gupta, Kaur, Singh, 1993 – citados por GENNARO et al., 2000). Considerando-se que a polidispersão e o grau de polimerização dependem do período de colheita e dos métodos de preparo, as propriedades físico-químicas fundamentais das inulinas ainda não são bem conhecidas. (GENNARO et al., 2000).

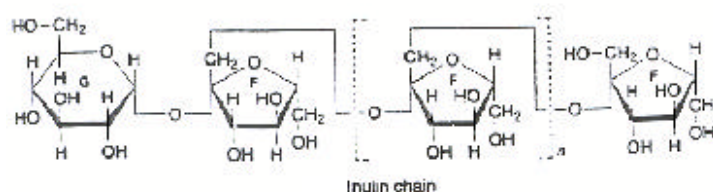
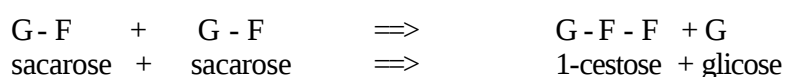
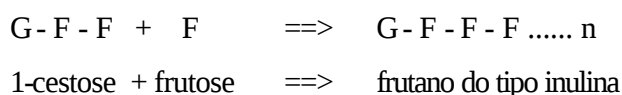


Figura 1. Cadeia de frutanos, tipo inulina (VILHENA, 1997, citando Avigad e Dey, 1997).

O processo de síntese de frutanos, em plantas superiores, está localizado nos vacúolos celulares e é catalisado por um sistema enzimático multifuncional. Primeiramente, a enzima sacarose: sacarose: frutossiltransferase (SST) catalisa a transferência do resíduo de frutose de uma molécula de sacarose para outra, formando o trissacarídeo 1-cestose mais uma glicose livre, como esquematizado abaixo, (Avigad e Dey, 1997 - citados por VILHENA, 1997).



Em seguida, a enzima frutano: frutano: frutossiltransferase (FFT) transfere terminais frutossil de outras moléculas de frutanos para o trissacarídeo 1-cestose (Avigad e Dey, 1997 - citados por VILHENA, 1997):



Durante períodos em que sacarose é produzida em abundância pela fixação de CO₂ durante a fotossíntese, a marcha de produção de 1-cestose e o subsequente

alongamento pelas reações de transfrutolisação manterão uma intensa síntese de frutanos, culminando na sua acumulação. Quando a provisão de sacarose é reduzida ou interrompida, a acumulação cessará e uma despolimerização de frutanos se intensificará (AVIGAD e DEY, 1997); sua degradação ocorre por processo de despolimerização, no qual atua primeiramente a enzima frutano exohidrolase (FEH), que quebra a cadeia entre resíduos de frutose até a molécula de sacarose liberando frutose e glicose (Haaland, 1974; Figueiredo-Ribeiro et al., 1993; Edelman et al., 1968; Avigad et al., 1997 - citados por VILHENA, 1997).

Os frutanos não são digeridos pelo trato intestinal de humanos, mas são fermentados no colon por bifidobactérias benéficas (INCOLL e BONNETT, 1994), uma vez que carboidratos que não são digeridos no trato intestinal superior são os principais substratos para o desenvolvimento de bactérias no colon (Cummings et al., 1989; Cummings, 1983 - citados por VORAGEN, 1998). Os fruto-oligossacarídeos são úteis devido às suas características físicas e fisiológicas que os fazem atrativos como alimentos. Devido à não digestibilidade dos polímeros de frutose, eles passam pelo intestino delgado até o intestino grosso sem serem absorvidos, sendo assim seletivamente utilizados no intestino grosso pelas bifidobactérias. Essas características os tornam úteis no tratamento da constipação, no aperfeiçoamento da composição lipídica do sangue e na redução do pH do intestino, o que permite a supressão de substâncias indesejáveis neste meio. Em alguns casos, fruto-oligossacarídeos também possibilitam ganhos na eficiência dos alimentos em animais domésticos (HIRAYAMA e HIDAKA, 1993).

As raízes tuberosas de yacon têm sido descritas como contendo um montante significativo de frutanos. Goto et al. (1995), citando Ohyama et al.(1990), relataram que o trissacarídeo isolado a partir de raízes tuberosas de yacon é 1-cestose, e também os oligossacarídeos em yacon são considerados como sendo inulina tipo oligofrutanos. A estrutura dos oligossacarídeos com alto grau de polimerização, entretanto, não foi identificada com clareza. Segundo Voragen (1998), oligossacarídeos não digeríveis ocorrem naturalmente em alimentos crus e produtos alimentícios, sendo o exemplo mais proeminente os frutanos (ex. inulina) cujas concentrações no yacon e na alcachofra de jerusalém podem ser superiores a 20% da massa fresca.

Segundo Vilhena (2001), aos oito meses as raízes de yacon apresentam as maiores quantidades de fruto-oligossacarídeos, sendo essa a melhor época de colheita visando à produção de raízes para a extração de frutanos.

2.3 Filtração tangencial

A filtração é definida como a separação de dois ou mais componentes de uma mistura. Em seu uso convencional, refere-se, geralmente, à separação de partículas sólidas, imiscíveis, a partir de um fluxo de líquido ou gás. A filtração membranar estende esta aplicação para incluir a separação de solutos dissolvidos em líquidos e para separação de misturas gasosas (CHERYAN, 1986).

De acordo com Cheryan (1986), o principal papel de uma membrana é agir como uma barreira seletiva. Isto permite a passagem de certos componentes e reter outros componentes da mistura. Desta forma, a fase permeada ou retida poderia conter um ou mais componentes. Hwang e Kammermeyer (1975, citados por CHERYAN, 1986) definiram uma membrana em um senso genérico como “uma região de descontinuidade interposta entre duas fases”. Lakshminarayanaiah (1984, citado por CHERYAN, 1986) referiu-se à membrana como uma “fase que age como uma barreira para prevenir o movimento de massa, mas admitindo a passagem restrita ou regulada de uma ou mais espécies por ela”. Por esta definição, a membrana pode ser gasosa, líquida ou sólida ou uma combinação delas.

Ainda segundo Cheryan (1986), as membranas também podem modificar o permeado física ou quimicamente (tais como as membranas de troca-iônica ou biofuncionais), conduzir corrente elétrica, prevenir o transpasse (por exemplo em aplicações como embalagem ou revestimento) ou apresentar permeabilidade seletiva. Assim, as membranas podem ser passivas ou reativas, de acordo com sua habilidade para alterar a natureza química das espécies permeadas (Lloyd, 1985, citado por CHERYAN, 1986). Grupos ionogênicos e poros nas membranas conferem propriedades tais como permeseletividade e semipermeabilidade (CHERYAN, 1986).

A Figura 2, retirada da obra de Cheryan (1986) mostra a classificação de vários processos de separação baseados no tamanho de partícula ou molécula e os fatores primários que afetam este processo. Nesta obra o autor nos diz que os cinco maiores processos por membranas de separação: osmose reversa, ultrafiltração, microfiltração, diálise e

eletrodíálise, cobrem uma extensa amplitude de tamanhos de partículas, igualando somente com processos de centrifugação em versatilidade; no entanto, um requisito indispensável para processos de centrifugação é a existência de uma diferença de densidade conveniente entre as duas fases que serão separadas, além de que as duas fases sejam imiscíveis. Os processos de separação por membrana não têm esta necessidade. O valor real da ultrafiltração e da osmose inversa é aquele que permite a separação de moléculas dissolvidas abaixo do alcance iônico quando é usada a membrana apropriada (CHERYAN, 1986)

Cheryan (1986) também afirma que entre os processos de separação por membranas, a distinção entre os vários processos é um tanto arbitrária e envolve usos e convenções. O autor demonstra as características de vários processos por membranas.

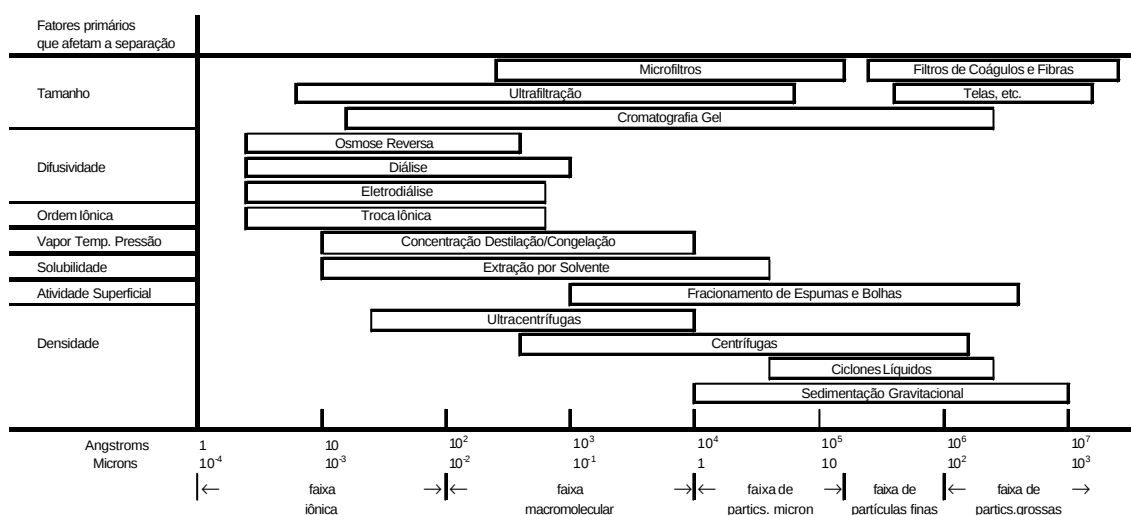


Figura 2. Faixas utilizadas nos processos de separação, mostrando os limites de tamanho de partículas ou moléculas cobertos por cada processo e o fator primário que governa cada processo de separação (CHERYAN, 1986).

A osmose compreende o transporte de solvente através de uma membrana semi-permeável a partir da solução diluída para a solução concentrada, o que é regido por diferenças de potencial químico entre a água em cada lado da membrana. Com a membrana semi-permeável ideal, somente a água seria permeada através da membrana. A técnica de díálise comum em laboratório, por outro lado, é a princípio uma técnica para purificação de macromoléculas e a força condutora primária seria a diferença de concentração entre as substâncias em solução no recipiente de díálise e aquelas contidas no outro lado do recipiente. A eletrodíálise baseia-se em voltagem ou força eletromotora e em membranas iônicas.

seletivas para efetuar uma separação entre espécies ionicamente carregadas (CHERYAN, 1986).

Tabela 3. Características de processos membranares ideais (CHERYAN, 1986).

Processo	Força Diretiva	Permeado	Retentato*
Osmose	Potencial Químico	Água	Solutos
Diálise	Diferença de concentração	Água + pequenas moléculas	Moléculas maiores
Ultrafiltração	Pressão	Água + pequenas moléculas	Moléculas maiores
Osmose reversa	Pressão	Água	Solutos
Eletrodiálise	Força eletromotora	Água + solutos iônicos	Solutos não-iônicos
Microfiltração	Pressão	Água + solutos dissolvidos	Partículas suspensas maiores

* Também inclui água

O que distingue os processos membranares mais comuns – microfiltração, ultrafiltração e hiperfiltração (osmose reversa) – é a aplicação de pressão hidráulica para promover os processos de transporte. No entanto, a própria natureza da membrana exerce controle sobre quais componentes serão permeados e quais serão retidos. Nesta definição ideal, a osmose reversa ou hiperfiltração reteria todos os componentes exceto o solvente (água), enquanto a ultrafiltração reteria somente macromoléculas ou partículas cujas dimensões ocupam uma faixa de 10-200 Å (cerca de 0,001 – 0,02 µm). Processos de microfiltração, por sua vez, são conhecidos por reter partículas localizadas na faixa de “mícrons”, compreendendo partículas suspensas na faixa de 0,10 µm à cerca de 10 µm. Em usos convencionais, partículas maiores que 10 µm são melhor manejadas pelos processos convencionais de filtração. Assim, em seu sentido mais genérico, osmose reversa ou hiperfiltração é essencialmente considerada como uma técnica de extração de água, enquanto que a ultrafiltração pode ser vista como um método para purificação simultânea, concentração e fracionamento de macromoléculas ou finas suspensões coloidais (CHERYAN, 1986).

2.3.1 Ultrafiltração

A ultrafiltração é uma técnica de separação por membranas que emprega sistemas de ativação mediante o uso de pressão, na qual os solutos de pesos moleculares

diferentes se separam da solução (BRENNAN, 1980). As técnicas que fazem uso de membranas são próximas umas das outras e distinguem-se em função do tamanho das partículas ou das macromoléculas que separam. A força que impulsiona o transporte através da membrana está constituída pela pressão aplicada sobre o líquido a ser filtrado, sendo que a porosidade das membranas de ultrafiltração deve reter somente moléculas de elevado peso molecular tais como proteínas e colóides (FELLOWS, 1994). Membranas de ultrafiltração possuem poros na faixa de 20 a 1.000 Å (HABERT, 1994). As pressões requeridas para ultrafiltração giram ao redor de 50 a 2.000 kPa (FELLOWS, 1994). Uma característica interessante do processo de ultrafiltração é a possibilidade de grande redução de energia envolvida nas separações, pois não envolvem mudança de fase. Estimativas mostram que uma redução maior que 40% de energia gasta na separação de misturas de líquidos ou gases pode ser obtida caso os processos com membranas (dos quais faz parte a ultrafiltração) sejam amplamente utilizados (HABERT, 1994).

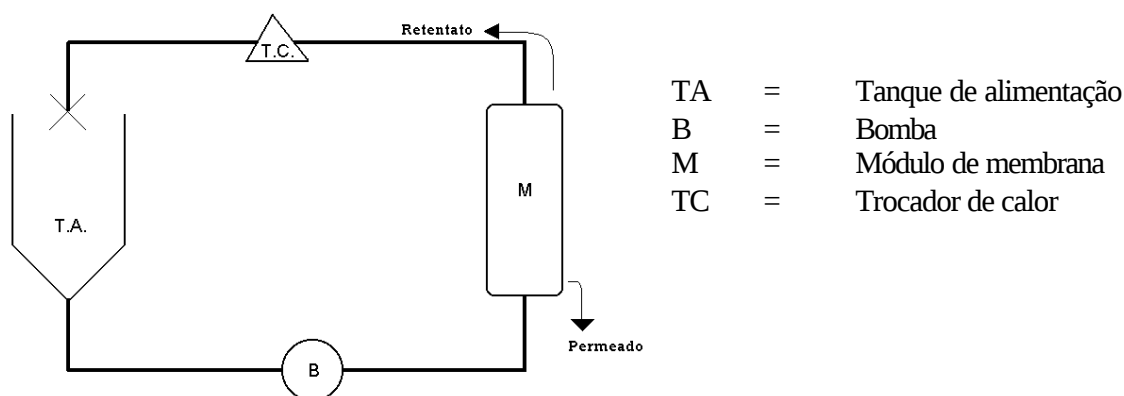


Figura 3. Desenho esquemático de um ultrafiltro (Botucatu, 2003).

Na ultrafiltração, um produto (vinho, sucos de frutas, leite, etc.) circula tangencialmente ao longo de uma membrana que age como uma barreira seletiva, submetida a uma pressão e acarretando a passagem do solvente e dos compostos de pequeno tamanho (filtrado ou permeado) através da parede porosa. O fluxo tangencial limita o acúmulo de partículas sobre a superfície da membrana e, dessa maneira, a formação da camada limite (camada de deposição). O produto proveniente do tanque de alimentação é impulsionado com ajuda de uma bomba de pressão, a partir de um coletor, rumo a um número apropriado de

módulos de membrana suficiente para transpor a superfície de separação. Um trocador de calor se inclui com frequência no sistema, com o fim de permitir o controle da temperatura (BRENNAN et al., 1980). O fluxo de filtrado através da membrana depende da sua resistência e da resistência da camada limite à passagem do permeado (FELLOWS, 1994).

Na ultrafiltração, as membranas desempenham um papel fundamental. Os requisitos mais importantes necessários para o emprego de membranas no tratamento dos alimentos são: 1) a membrana deve ser capaz de conferir o grau de separação desejado, em condições de elevado fluxo e durante períodos prolongados de trabalho; 2) as membranas devem ser capazes de resistir à limpeza e à desinfecção, de acordo com as necessidades para manutenção do grau de higiene desejado durante a operação; 3) as membranas devem possuir um tempo de vida suficientemente longo (BRENNAN et al., 1980). Considera-se, geralmente, que as membranas funcionam como peneira separando as moléculas segundo seu tamanho. Vários fatores são importantes: diferença de pressão transmembrana, concentração do produto tratado, temperatura, velocidade de circulação, interações entre os solutos ou entre os solutos e o material da membrana. O diâmetro médio dos poros e sua distribuição são duas características essenciais ao bom desempenho da membrana (NOVELECT, s.n.t.).

Algumas das atuais aplicações da ultrafiltração são: padronização protéica do leite; separação da proteína do soro de leite; separação de proteínas séricas; tratamento de efluentes de unidades produtoras de amido e fécula; concentração de componentes do ovo; recuperação e reciclagem de tintas, filtração clarificadora e esterilizadora de sucos de frutas e hortaliças, preparação de banhos desengordurantes, redução de demanda química de oxigênio de águas residuárias previamente purificadas, tratamento de água residual de indústrias gráficas, concentração de ativadores provenientes de substratos fermentados, dissociação pirogenada de soluções farmacêuticas e de líquidos turvos, filtração clarificadora e esterilizadora de vinagre, concentração mediante a separação de águas e soluções aquosas; dessalinização mediante um intercâmbio de soluções salinas por água, fracionamento de misturas de substâncias mediante a aplicação de membranas com diferentes limites de separação (NETZSCH-FILTRATIONSTECHNIK, s.n.t.).

Entre as aplicações inovadoras da ultrafiltração, tem-se: a) indústria têxtil – tratamento de efluentes de engomagem e de tinturas; b) indústrias biotecnológicas – acoplamento de fermentadores com os módulos de membrana. A ultrafiltração é capaz de

separar e de depurar também substâncias com uma densidade molecular grande e média como enzimas, proteínas, antibióticos, pirógenos, vírus, tensoativos, aglomerados de metais, azeite, etc., ou de concentrar estas substâncias. A ultrafiltração de polpa de frutas é uma operação industrial comum; ela permite a remoção de parte da água presente na polpa e dessa forma um aumento na consistência. Assim a polpa da fruta torna-se mais adequada para usos industriais subsequentes (Chiampo et al., 1997 - citados por CHIAMPO e CONTI, 1999).

No Brasil, algumas áreas com maiores perspectivas de desenvolvimento da aplicação do processo de ultrafiltração são: a) tratamento de águas – produção de água ultrapura; b) alimentos e bebidas – concentração do leite, concentração do soro do leite, produção de vinho, concentração e purificação do suco de fruta; c) aplicações médicas – hemofiltração (HABERT, 1994). O processamento de açúcar é um processo que consome grande quantidade de energia na indústria química e alimentícia, sendo que as membranas podem ter diversas aplicações nesse segmento (CHERYAN, 1986). Experimentos de Zanto et al. (1970), citado por Cheryan (1986), demonstraram que impurezas com baixa massa molar e água podem ser separadas a partir do açúcar usando membranas de ultrafiltração. Hanssens et al. (1984), citados por Cheryan (1986), conduziram experimentos usando ultrafiltração como uma alternativa para as técnicas de purificação. Eles concluíram que o suco bruto da beterraba poderia ser purificado usando-se membranas; obtiveram um suco fino similar aos obtidos nos processos tradicionais.

Os processos por membranas têm sido utilizados, recentemente, na produção de frutanos. Hicke et al. (1999) procederam a síntese de um polissacarídeo a partir da sacarose como substrato com o auxílio de um novo reator com membrana enzimática. Membranas capilares disponíveis comercialmente, com poro de 0,4, 1,0 e 3,0 μm foram modificadas por imobilização de enzima covalente no interior dos poros. Para uma reação enzimática contínua foi necessário usar membranas com tamanho de poro mínimo de 3,0 μm a fim de evitar o seu bloqueio pelo polifrutano produzido (inulina). As inulinas sintetizadas apresentaram peso molecular entre 30 e 50 Mio g/mol.

2.3.2 Microfiltração

Microfiltração é um processo que atua por pressão dirigida utilizando uma membrana para separação de partículas, microrganismos, grandes moléculas e emulsões. O filtro é uma membrana microporosa com um limite de separação na faixa de 0,02 a 10 μm . O processo de microfiltração tornou-se interessante devido à sua capacidade de separar partículas dos tamanhos mencionados, o que é difícil e economicamente inviável para outros métodos de separação como por exemplo a sedimentação, a centrifugação e a filtração profunda (CHANG et al., 1996).

Na microfiltração tangencial, a direção do fluxo de alimentos é paralela à superfície da membrana. Tal fluxo paralelo gera determinadas forças e/ou turbulências sobre o filtro e limita a espessura da torta, assegurando desta forma condições constantes para o filtro e, conseqüentemente, o fluxo do permeado. No entanto, o fluxo do permeado (taxa de filtração) da microfiltração tangencial é menor que o dos métodos tradicionais de separação de sólidos-líquidos. Isto requer uma grande área de membrana, desta forma aumentando os custos (CHANG et al., 1996).

A microfiltração tangencial distingue-se da ultrafiltração pelo tamanho das partículas retidas e por uma pressão de trabalho geralmente baixa ($p < 3$ bars). Teoricamente, tudo o que se aplica a ultrafiltração aplica-se também à microfiltração, também no que concerne aos dispositivos utilizados e à influência dos parâmetros operatórios e aos fenômenos de colmatção (NOVELECT, s.n.t.).

Todisco et al.(1996) afirmam que a microfiltração tangencial tem se tornado um processo importante para separação e concentração de partículas em suspensão em indústrias farmacêuticas, ambientais, de alimentos e na agroindústria.

As aplicações da microfiltração tangencial são numerosas, algumas das mais importantes são: dentro das indústrias de alimentos - separação de lipídios do soro do leite, eliminação de bactérias do leite, separação de leveduras de sucos fermentados, separação da pectina de sucos de frutas; e dentro de outras indústrias - tratamento de efluentes da lavagem da lã ou de curtumes e reciclagem de células em biotecnologia, entre outras (NOVELECT, s.n.t.).

Na enologia, a microfiltração tangencial pode intervir como auxiliar em diferentes estágios da elaboração e estabilização dos vinhos: na debourbagem de mostos de uva branca, na elaboração de sucos de uvas, na filtração clarificadora e estabilizadora de vinhos, na filtração da borra da colagem ou da centrifugação, entre outros. Na indústria farmacêutica, encontra aplicação na produção de água esterilizada ou de água apirogênica, na concentração e purificação de enzimas, de vacinas e vírus, no fracionamento e na concentração do sangue, na concentração e purificação de polissacarídeos, na hemodiálise e em reatores enzimáticos e fermentadores de membrana. Na indústria têxtil pode ser aplicada na recuperação de corantes e de gomas. Na indústria papelreira, atua na recuperação de lignosulfonatos a partir de licores sulfíticos e na recuperação e reciclagem da água. Na indústria petrolífera é útil particularmente na retirada de asfalto do petróleo bruto. Encontra uso, ainda, na depuração bacteriana de salmoura e no tratamento de fluidos corrosivos (clarificação) (NOVELECT, s.n.t.). Alguns outros campos de aplicação da microfiltração tangencial envolvem recuperação de cerveja a partir do fermento, filtração estéril no ciclo de fermentação, preparação de biomassa, separação de suspensões de células antes da concentração de agente ativo, preparação de líquidos turvos a altas temperaturas, filtração fina de açúcares, separação contínua de catalisador e recuperação de pinturas de laca (NETZSCH-FILTRATIONSTECHNIK, s.n.t.).

Finalmente, Todisco et al. (1996) afirmaram que o processo de microfiltração tangencial não envolve mudanças de fase ou agentes químicos, características estas que estão adequando fatores muito importantes na produção de novos sucos de frutas com paladar fresco e natural, que são livres de aditivos.

A viabilidade comercial dos sistemas de microfiltração tangencial depende essencialmente dos fluxos de permeado e de sua estabilidade com o tempo (TODISCO et al., 1996). Chang et al. (1996) afirmaram que a performance da microfiltração tangencial depende muito das condições hidrodinâmicas, tais como velocidade de fluxo e diferença de pressão; e de parâmetros como tamanho de partículas e sua distribuição, bem como das características das membranas.

Segundo Gonçalves (1999), os materiais utilizados na confecção das membranas utilizadas em microfiltração dividem-se em três tipos: polímeros, cerâmicas e metal sinterizado. Os polímeros mais utilizados são: nylon, celulose, polissulfonam

policarbonato, acrílico, polipropileno. Entre os cerâmicos, têm-se compostos de zircônia, alumina, sílica, carbonato de silício; sendo que o aço inoxidável é o principal metal sinterizado.

O sucesso no processo da microfiltração depende, em parte, das propriedades da membrana, determinadas principalmente pelo processo de produção e materiais usados (GONÇALVES, 1999).

Gonçalves (1999) explica que as membranas, em geral, se apresentam na estrutura de discos ou cartuchos e encontram-se acondicionadas em diversas geometrias: chapa estrelada, chapa plana, fibra oca, tubular/capilar e sua seleção é realizada mediante certos critérios: hidrofóbico ou não, alta resistência mecânica, química e térmica, possibilidade de esterilização, facilidade de limpeza, tamanho e estrutura do poro, possibilidade de obtenção de bom fluxo e custo.

2.3.3 O fenômeno da colmatação de membranas

A performance da ultrafiltração ou da microfiltração em muitas aplicações é limitada pela colmatação de membranas, que acarreta um decréscimo no fluxo de filtrado e envolve principalmente altos custos de processos de filtração por membrana (Takizawa et al., 1996, citados por ROUVET et al., 1998). As perdas contínuas na capacidade total são devidas, a princípio, à formação de uma camada limite, que surge naturalmente na superfície da membrana durante a filtração e que, em adição à queda da performance do fluxo da membrana, age como uma membrana secundária reduzindo a seletividade da membrana original, o que acarreta a tendência a limitar o uso de membranas para sucos de alimentação com baixa concentração de sólidos (PREVENTING, 2001). Rouvet et al. (1998) explicam que este fenômeno se refere ao depósito de partículas dos componentes do suco de alimentação na superfície da membrana (colmatação externa) ou à adsorção de pequenas partículas tais como proteínas e moléculas de polissacarídeos, ou macromoléculas dentro dos poros das membranas (colmatação interna), embora Porter (1972) tenha afirmado que o acúmulo de solutos na interface da membrana pode limitar severamente o fluxo, levando alguns autores a interpretar o fenômeno como bloqueio de poros o que, segundo ele, não é o caso, uma vez que pode-se facilmente restaurar o fluxo inicial pela simples lavagem da superfície da membrana.

Rouvet et al. (1998) explicam que a colmatção das membranas deve-se a interações físicas ou químicas específicas, entre partículas dos solutos e a membrana que permanece como um fenômeno ainda pouco compreendido.

Gonçalves (1999) cita Van Den Berg & Smolders (1988) que afirmaram que o declínio do fluxo é causado por vários fenômenos internos, externos e próximos à membrana, podendo, geralmente, ser divididos em entupimento (fenômeno irreversível) e polarização por concentração (fenômeno reversível), sendo esta última definida como o acúmulo de soluto na superfície da membrana ocasionando a diminuição do fluxo. Gonçalves (1999) cita Ripperger (1988) ao descrever os parâmetros que influenciam o desempenho da microfiltração tangencial, quais sejam: a) pressão transmembrana: influencia o fluxo específico do filtrado e a espessura da torta; b) velocidade de fluxo paralela à membrana ou fluxo tangencial: afeta as condições de fluxo, pois forças de arraste e forças de cisalhamento atuam sobre a superfície da torta; c) temperatura: o fluxo aumenta com a temperatura em consequência da menor viscosidade; d) concentração de sólidos retidos no retentado: influencia o transporte de massa para e através da membrana e as condições de fluxo do filtrado.

Corroborando o que diz respeito ao controle da pressão transmembrana e da velocidade do fluxo, Todisco et al. (1996), ao microfiltrar suco de laranja, afirmam que ao se providenciar para que a temperatura seja constante, as condições de operação na microfiltração tangencial são governadas pela velocidade de fluxo tangencial e pela pressão transmembrana.

Todisco et al. (1996) prosseguem afirmando que, embora a pressão transmembrana constitua-se na direção da força para a filtração, o fluxo aumenta com o aumento da pressão até um valor limite TPM_{lim} que depende das propriedades físicas da suspensão a ser filtrada e da velocidade de fluxo. Este é o segundo parâmetro de maior importância para a “performance” dos sistemas de microfiltração. A velocidade de fluxo altera as forças que afetam as paredes das membranas e, conseqüentemente, a taxa de remoção ou depósito de partículas que são responsáveis pelo declínio do fluxo. Estas considerações são consistentes com evidências experimentais divulgadas por diversos autores que têm afirmado que aumentando-se a velocidade axial aumenta-se o fluxo de permeado, J , de acordo com uma relação geral expressa em termos de uma lei (Lojkin et al., 1992, citados por TODISCO et al., 1996).

Segundo o artigo “MAINTAINING the flow with low fouling membranes” (1995), há três mecanismos principais que causam a colmatção da membrana: adsorção, obstrução e polarização:

- Na adsorção, a colmatção ocorre quando contaminantes presentes no fluido são adsorvidos na superfície da membrana, reduzindo a disponibilidade dos poros;
- A obstrução é causada por contaminantes de largo diâmetro que obstruem fisicamente ou bloqueiam os poros; e
- A polarização é gerada pela concentração de partículas ao redor de poros.

Os problemas com obstrução e polarização podem ser minimizados por estratégias físicas. A retrolavagem é mais efetiva na remoção de obstruções dos poros bloqueados, enquanto que a lavagem hidrodinâmica pode ser utilizada para auxiliar na redução da polarização (MANTAINING, 1995); Porter (1972) também afirmou que quando não se trata de bloqueio de poros a retrolavagem não é necessária nem recomendável. O artigo MAINTAINING (1995) afirma ainda que a adsorção só pode ser reduzida por meios químicos.

A Figura 4, elaborada por Ruohomäki e Niström (2000), mostra um esquema de alguns dos mecanismos de bloqueio da membrana.

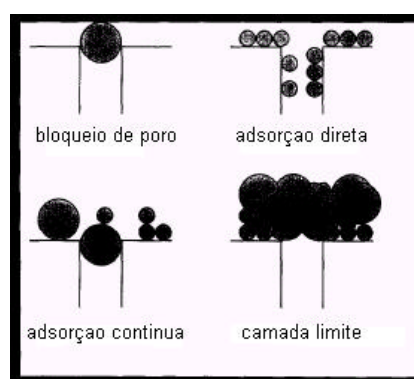


Figura 4. Descrição esquemática dos mecanismos de bloqueio de membrana (RUOHOMÄKI e NISTRÖM, 2000).

A equação apresentada a seguir foi elaborada por Todisco et al. (1996) para descrever as características globais de redução de fluxo:

$$-\frac{dJ}{dt} = k.(J - J_{\text{lim}}). J^{2-n} \quad (1)$$

onde J representa o fluxo do permeado, normalmente expresso em L/h.m^2 , J_{lim} é o valor limite do fluxo de permeado obtido sob condições fixadas; k e n são coeficientes fenomenológico e index geral, respectivamente, ambos dependentes do mecanismo de colmatação. Embora este modelo não seja um prognóstico, com base em dados experimentais ele permite visualizar os mecanismos de colmatação envolvidos durante o processo de filtração tangencial em membrana, de acordo com valores estimados para n , como segue (TODISCO et al., 1996):

- Bloqueio completo de poro ($n = 2$): quando as partículas são maiores do que o tamanho dos poros, uma porção da área da membrana de filtração alcançada pelas partículas é bloqueada como uma consequência de uma completa obstrução de poros por meio de selagem (bloqueando).

- Bloqueio parcial de poros ($n = 1$): como no caso anterior, as partículas sólidas ou macromoléculas alcançam um poro aberto e o selam. Contudo, uma situação dinâmica de bloqueio/desbloqueio pode ocorrer. As partículas também podem ligar-se aos poros obstruindo-os sem no entanto bloqueá-los completamente.

Torta de filtração ($n = 0$): partículas ou macromoléculas que não entram nos poros formando uma torta na superfície da membrana. A resistência total é assumida pela camada formada e pela própria membrana que permanece inalterada.

Bloqueio interno de poros ($n = 1,5$; $J_{\text{lim}} = 0$): partículas entram no interior dos poros e permanecem depositadas ou adsorvidas reduzindo seu volume. Neste caso, a resistência da membrana aumenta devido à conseqüente redução no tamanho do poro. Além disto, se o bloqueio interno de poros acontece, a colmatação se torna independente da velocidade de fluxo e não há limite para o valor do fluxo que pode ser atingido.

A microfiltração é uma técnica largamente utilizada na biotecnologia para a clarificação de líquidos contendo macromoléculas e proteínas. Exemplos estão na recuperação de caldos fermentados, filtração estéril de soluções de proteínas, clarificação de bebidas, etc. Em todos estes processos, as macromoléculas e as proteínas envolvidas são muito menores do que os poros da membrana de microfiltração e normalmente não deveriam ficar

retidas por ela. No entanto, as membranas utilizadas na microfiltração podem ter sua permeabilidade drasticamente reduzida pela colmatção e o sucesso de um processo pode ser dependente das interações entre as membranas e as proteínas (XU-JIANG et al., 1995).

Muitos estudos de colmatção têm sido feitos para membranas de ultrafiltração (Clark et al., 1991, citados por XU-JIANG et al., 1995), mas para um ponto de vista tecnológico as membranas de microfiltração podem ser mais importantes pela adsorção de proteínas (Bowen e Gan, 1991, citados por XU-JIANG et al., 1995), entretanto poucas investigações têm sido devotadas às interações entre as proteínas e as membranas de microfiltração.

Existe um número significativo de técnicas que buscam a prevenção ou eliminação da colmatção. De acordo com os pesquisadores, muitas destas técnicas pecam pela falta de capacidade para medir, ou “ver”, os efeitos resultantes da remoção da camada limite em tempo real (PATENTS, 2001).

2.4 Produção de xaropes

Xaropes, que são adoçantes em forma líquida, normalmente com alta viscosidade, têm sido utilizados como edulcorantes para alimentos desde os primórdios da humanidade, podendo-se citar como exemplo o mel (MACRAE et al., 1993)

Refinarias de cana de açúcar produzem “sacarose líquida”, uma solução de sacarose diluída e transparente de 67-70° Brix (porcentagem em base sólida), normalmente preparada pela diluição de açúcar granulado. O açúcar líquido invertido inclui uma faixa de produtos como sacarose, glicose e frutose de 75-77° Brix e foi, até a década de 1970, um produto majoritário nos EUA (15% do mercado); ele vem sendo substituído pelos xaropes mais baratos com base-amido, de forma mais notável pelo xarope de milho de alto teor de frutose. Já melado é um termo genérico utilizado para o suco de açúcar de cana ou de beterraba, ou a cana de açúcar crua em solução concentrada após as variações nos montantes de sacarose terem sido removidos (MACRAE et al., 1993).

Os xaropes de glicose podem ser descritos corretamente como produtos da hidrólise de amido (HOWLING, 1984). Eles apresentam uma larga e diversificada faixa de propriedades e têm muitas aplicações na indústria de alimentos que está, no entanto,

gradualmente movimentando-se para o uso dos xaropes de glicose convencionais como aditivos e misturas de multi-componentes (DZIEDZIC e KEARSLEY, 1984).

A descoberta de uma enzima que transforma a glicose em frutose, no princípio da década de 60, resultou num adoçante de maior poder edulcorante do que os adoçantes tradicionais de milho. Esse produto, o xarope de isoglucose, mais conhecido como Xarope de Milho de Alto Teor de Frutose (High Fructose Corn Syrup - HFCS), é similar ao açúcar líquido invertido e adequado para a maioria dos produtos que são manufaturados usando-se o açúcar líquido (YOSHII et al., 1994).

Embora derivável de diversas fontes de amido, a principal matéria-prima desse adoçante é o milho, por apresentar menores custos relativos e por ser a fonte mais abundante de carboidratos (YOSHII et al., 1994).

O HFCS caracteriza-se por algumas qualidades ideais, adaptáveis a certos processos industriais, tais como, alta fermentabilidade, alta umidade e baixa viscosidade; contudo, deve ser mantido a temperaturas de 26°C a 37°C, para evitar a cristalização (Smith, 1978, citado por YOSHII et al., 1994).

Em resposta a um aumento na demanda por alimentos saudáveis e pouco calóricos, alguns adoçantes denominados alternativos, entre eles os frutooligosacarídeos (FOS), têm surgido desde 1980. Sua importância primária se deve mais às suas propriedades funcionais que ao seu poder adoçante (YUN, 1996).

A produção industrial de FOS torna possível expandir a demanda em mercados de açúcar, sendo largamente utilizado pela indústria de alimentos, desta forma estando apto para competir com outros adoçantes convencionais tais como o açúcar de mesa e o HFCS (YUN, 1996).

Muitos pesquisadores têm utilizado a inulina para obtenção de xaropes de frutose a partir de sua hidrólise. Seguem alguns dos muitos exemplos de trabalhos voltados para este tema:

A hidrólise de inulina a partir de tubérculos de alcachofra de jerusalém na produção de xaropes com conteúdo de D-frutose superior a 75% foi pesquisada por Vandamme e Derycke (1983, citados por WENLING et al., 1999).

Klaushofer (1986) concluíram que os frutanos na chicória e alcachofra de jerusalém tem uma proporção de glicose:frutose similar ao do HFCS.

Abelyan et al., (1998) estudaram a produção de xarope de frutose-glicose a partir de extrato de tubérculos de alcachofra de jerusalém com o uso de fermentação de células (*Kluyveromyces marxianus* CBS-397).

Em um método compreendendo extração de inulina (a partir de alcachofra de jerusalém triturada), hidrólise, purificação e aumento de volume, Bobrovník et al. (1988) promoveram a hidrólise em dois estágios, de modo a aperfeiçoar a qualidade alimentar e o conteúdo de frutose do xarope obtido.

Foi estudada por Low (1996) a detecção de xarope com alto teor de frutose a partir da inulina (high fructose syrup from inulin - HFSI) em suco de maçã por cromatografia-gás capilar com FID (CGC-FID).

Geitel et al. (1993) produziram xaropes de açúcar contendo 95% de frutose pela hidrólise microbiana de suco de alcachofra de jerusalém contendo inulina.

Já no trabalho de Gruehn (1994), propriedades da inulina são discutidas com referência particular para manufatura e propriedades de dois novos ingredientes para a indústria de bebidas: Fibruline Instant, uma inulina em pó derivada da chicória solúvel em água fria, e Fructulina, um xarope de frutose obtido pela hidrólise de inulina sob vácuo (GRUEHN, 1994).

Combes (1998), utilizou yacon como matéria-prima para produção de xarope de frutanos e xarope de frutose com utilização de técnica de ultrafiltração. A autora ultrafiltrou o suco do yacon na temperatura de 68°C para obter um xarope de frutano, que apresentou 32,6% deste composto em relação aos açúcares totais do permeado. A autora citou ainda que a melhor temperatura para fabricar xarope de frutose é 50°C, sendo que neste caso o produto apresentou 85,8% de frutose em relação aos açúcares totais do permeado. Todos os xaropes obtidos apresentaram composição mista, isto é, constituíram-se de frutanos e de frutose. Segundo a autora, pode-se purificar o xarope por precipitação dos frutanos do tipo inulina, reduzindo-se a temperatura do meio a 0°C, mas esta etapa requer um gasto de energia significativo.

2.5 Branqueamento

As alterações enzimáticas de alimentos, ocorrem por enzimas procedentes do próprio produto ou elaboradas por microrganismos. Os tipos de alterações que as enzimas causam aos alimentos, se circunscrevem mais às modificações de seus caracteres organoléticos, do que à sua total decomposição; entre estes, os mais atingidos são a cor, o sabor e a textura do produto (EVANGELISTA, 2000a).

Certos vegetais, principalmente os que se destinam à congelação, para que não se deteriore posteriormente, devem ter suas enzimas inativadas, através de tratamento térmico (branqueamento ou blanching) (EVANGELISTA, 2000a).

Segundo Silva (2000), o branqueamento é um tratamento térmico usualmente aplicado a vegetais, antes do congelamento, desidratação ou enlatamento. Os objetivos desse tratamento dependem do processo subsequente. A adequada inativação das enzimas é feita pelo aquecimento rápido a uma determinada temperatura, em curto espaço de tempo, seguido de resfriamento, a uma temperatura próxima da temperatura ambiente. Os principais fatores que determinam o tempo de branqueamento são o tipo e o tamanho do produto, a temperatura utilizada no processo e o sistema de aquecimento. Esse tratamento pode facilitar as operações seguintes, de acordo com a natureza do produto e do tratamento subsequente. O branqueamento reduz os gases dos tecidos, inativa enzimas e desinfeta a superfície externa. É utilizado ainda para fixar a cor, a textura e pré-aquecer o produto que vai ser submetido a processos térmicos mais rigorosos, como por exemplo a esterilização.

Ainda segundo Silva (2000) o branqueamento consiste em mergulhar o alimento, previamente preparado, em água fervente, ou insuflar vapor sobre ele, durante um certo tempo; em seguida, será imediatamente resfriado em água fria corrente, para evitar que seja submetido a um sobreaquecimento desnecessário.

Na utilização de enzimas em alimentos, são levados em conta sua seleção e controle de atividade, procedendo a sua inativação quando seu comportamento é indesejável e favorecendo sua ação quando útil ao processamento do produto (EVANGELISTA, 2000b).

A propriedade fundamental das enzimas é aumentar a taxa ou a velocidade em que ocorre uma reação. A taxa de uma reação catalisada por enzima é proporcional à concentração dela (AURAND et al., 1987).

Se a concentração de uma enzima é suficientemente aumentada, a taxa de reação diminuirá devido à exaustão do substrato. O aumento ou decréscimo da taxa de reação também estão relacionados à presença de um ativador ou inibidor (AURAND et al., 1987).

Como já citado anteriormente, a inulina é o carboidrato de reserva presente em raízes e tubérculos de muitos dos membros da família Compositae, bem como de outras famílias de plantas, e com uma simples enzima – inulinase – pode ser hidrolisada a frutose e glicose, seus componentes.

A degradação da inulina ocorre por processo de despolimerização, no qual atua primeiramente a enzima frutano exohidrolase (FEH), que quebra a cadeia entre resíduos de frutose até a molécula de sacarose liberando frutose e glicose (Haaland, 1974; Figueiredo-Ribeiro et al., 1993; Edelman et al., 1968; Avigad et al., 1997 - citados por VILHENA, 1997). Embora não se conheça com precisão as taxas fisiológicas da degradação de frutanos, ela pode ser um dos vários mecanismos de sobrevivência com que contam as culturas para sobreviver ao frio e/ou estresse hídrico (Livingston III e Henson, 1997; Suzuki, 1993, citados por HENSON e LIVINGSTONE III, 1998).

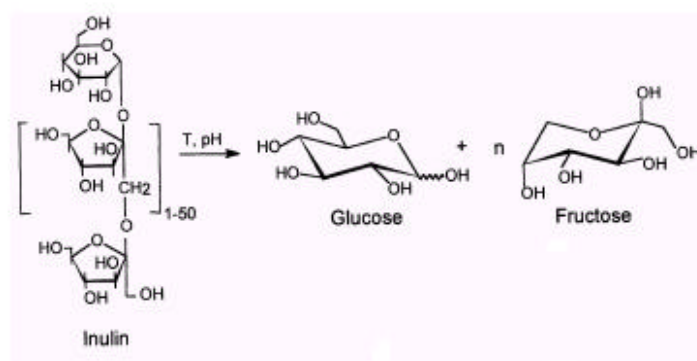


Figura 5. Esquema simplificado da hidrólise de inulina (HEINEN et al., 2001).

A presença de muitos microrganismos, em razão de suas propriedades específicas, transmitem, aos alimentos processados, características especiais (EVANGELISTA, 2000b). Também a inulina pode ser hidrolisada por fungos em oligofrutose ou ainda em frutose (Vandamme e Derijcke, 1983, citados por VANDAMME e SOETAERT, 1995). Pelo menos cinco categorias de enzimas, baseadas na especificidade ao substrato e mecanismos, capazes de degradar frutanos, têm sido identificadas em bactérias e fungos (HENSON e LIVINGSTONE III, 1998). Podemos citar como exemplo o trabalho de Nakamura et al. (1995) em que se observou que *Aspergillus niger* 12 demonstra capacidade para produzir exo e endoinulinases extracelulares.

Determinados vegetais destinados à preparações culinárias e industriais, quando cortados apresentam zonas de pigmentação escura, que identificam o fenômeno de browning ou escurecimento enzimático. O agente responsável por este escurecimento, é a polifenol-oxidase e outras enzimas oxidantes, que atuando sobre grupos fenólicos (tanino e tirosina), produzem quinonas (substâncias que possuem grupos carbonilas), que polimerizados resultam em melanoidinas, pigmentos que dão cor escura aos vegetais (EVANGELISTA, 2000a).

A polifenol-oxidase tem duas atividades catalíticas a cresolase e a catalase. A oxidação de fenóis monohidroxilados (tirosina, fenol, ortocresol), é levada a efeito pela cresolase, que forma os fenóis di-hidrocarboxilados. A remoção de hidrogênio dos fenóis di-hidrocarboxilados, ocorre pela catecolase, que gera ortoquinonas correspondentes. Da polimerização das quinonas, surgem então as melanoidinas (EVANGELISTA, 2000a).

Como acontece com todas as proteínas, as enzimas também podem ser desnaturadas por diferentes métodos, inclusive mudança do pH ou reação do calor, perdendo assim a sua atividade (BOBBIO e BOBBIO, s.n.t.). Evangelista (2000b), afirma que os principais fatores de desnaturação protéica são: além do calor e do pH, agentes oxidantes, radioatividade, substâncias precipitantes, íons metálicos pesados, reativos de alcalóides, alguns ácidos, agitação mecânica, etc.

Efeito da temperatura: um aumento na temperatura aumenta a velocidade de uma reação catalisada por enzima somente até um limite definido. A princípio, a velocidade de reação aumenta com o aumento da temperatura a um patamar ótimo, mas se a temperatura continuar a subir a velocidade da reação será eventualmente reduzida a zero. A

temperatura ótima é dependente do tempo de aquecimento. Isto ocorre porque em um primeiro momento dá-se um grande aumento da atividade molecular; por outro lado, o aumento contínuo da temperatura desencadeará um processo de desnaturação da enzima, levando à sua destruição (AURAND et al., 1987).

Efeito do pH: a atividade de uma enzima é grandemente afetada pela concentração de íon hidrogênio no seu meio. Provavelmente a alteração da atividade enzimática em função da variação do pH ocorre devido a mudanças na ionização da enzima, do substrato, ou do complexo enzima-substrato. Além destes efeitos iônicos, pH baixo ou alto pode causar a inativação devido à desnaturação da enzima. O pH ótimo para a atividade enzimática não é constante em todas as condições; ele pode variar com a fonte da enzima, o tipo de substrato e a temperatura (AURAND et al., 1987).

Grande parte das enzimas é destruída por aquecimento entre 70 e 80°C, durante um intervalo de tempo que varia de dois a cinco minutos (BOBBIO e BOBBIO, s.n.t.). Heilscher e Fiedler (NEW PATENTS, 1996) inativaram enzimas com atividade inulinase utilizando-se de aquecimento de 70 a 100°C.

Desta forma, pode-se perceber a importância do processo de branqueamento tanto no que diz respeito à inativação da enzima frutano-exohidrolase, que atua de forma direta na hidrólise de frutanos; quanto para inativação da enzima polifenol-oxidase e outras causadoras do browning ou escurecimento enzimático; e ainda para a desinfecção, evitando a ação de fungos e bactérias capazes de produzir exo e/ou endoinulinases.

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Material

3.1.1 Matéria-prima

As raízes de yacon foram produzidas no campo experimental do Departamento de Produção Vegetal – Horticultura, sendo os rizóforos plantados em outubro de 2000 e a colheita em junho de 2001 (Figura 6). As raízes foram lavadas com água de torneira, secas à sombra (Figura 7), acondicionadas em sacos plásticos com capacidade para 5 kg e congeladas à temperatura de aproximadamente -18°C em “freezer”, com 500 litros de capacidade.



Figura 6. a) planta inteira de yacon; e b) detalhe das raízes de yacon (Botucatu, 2001).



Figura 7. raízes de yacon secando à sombra, após a colheita e lavagem com água de torneira (Botucatu, 2001).

3.1.2 Equipamento para filtração tangencial

O piloto de filtração tangencial (Figura 8) apresenta as seguintes características:



Figura 8. Equipamento de Filtração Tangencial

- marca : GAUTHIER
- cuba de alimentação: 10 litros
- tipo de operação: manual
- volume morto do piloto: 3,6 L
- fonte de eletricidade: 220 Volts, 50Hz
- potência da bomba: 2,2 kW
- tipo de bomba: lóbulos
- trocador de calor: água quente e fria
- reagentes de limpeza: soda cáustica e ácido nítrico
- água de limpeza: torneira
- água de caracterização das membranas: de torneira ou destilada
- número de módulos: um
- marca da membrana: CARBOSEP
- número de membranas no módulo: 7
- tipo de membrana: monotubular
- material de construção da membrana: $ZrO_2 - TiO_2$
- material de construção do suporte: Carbono
- comprimento da membrana: 1200 mm
- diâmetro interno da membrana: 6 mm
- diâmetro externo da membrana: 10 mm
- área de cada membrana: $226,2 \text{ cm}^2$
- área total das membranas: $1583,4 \text{ cm}^2$
- comprimento do módulo: 1200 cm
- diâmetro do módulo: 40 mm
- pressão de trabalho: 0 – 15 bar
- pH de trabalho: 0 – 14
- tamanho de poro das membranas:
 - MF-M14 = $0,14 \mu\text{m}$
 - UF-M1 = 150000 Dalton
 - UF-M2 = 15000 Dalton
 - UF-M4 = 50000 Dalton
 - UF-M9 = 300000 Dalton

3.2 Metodologia

3.2.1 Extração do suco de yacon

O suco de yacon foi extraído com base em informações verbais dadas pela Prof^a. Marney Pascoli Cereda, do Centro de Raízes e Amidos Tropicais da Unesp, Campus de Botucatu (CERAT/UNESP). O fluxograma de operações é apresentado na Figura 9, em seguida ao detalhamento do protocolo de extração.

3.2.1.1 Branqueamento

- Num caldeirão, aquecer 8 Kg de água de torneira (A1) até o ponto de ebulição (97°C), abaixar o fogo mantendo a temperatura;
 - Adicionar ácido cítrico até que o pH da água atinja valor entre 2 - 3 e voltar a aumentar o fogo;
 - Sobre a água em ebulição, fatiar 8 kg de raízes congeladas de yacon (Y1). A espessura de corte deve estar em torno de 2 cm;
 - Aguardar a ebulição da mistura água/yacon e mantê-la fervente por 30 minutos;
 - Após os 30 minutos, desligar o fogo e sob agitação, adicionar 104 mL de NaOH 1M à mistura;
 - Retirar as raízes branqueadas (Y2) e colocá-las em bandeja plástica;
 - Deixar a água de branqueamento (A2) em repouso no ambiente.
- Análises:
- Nas raízes retiradas do branqueamento: massa;
 - Na água utilizada no branqueamento: massa, e °Brix.

3.2.1.2 Trituração

- Triturar em multiprocessador doméstico as raízes fatiadas e branqueadas (Y2);
- Separar o suco (S1) das fibras (F1);
Análises:
- No suco (S1): massa, e °Brix.

3.2.1.3 Lavagem, filtração e prensagem da fibra

- No caldeirão usado para o branqueamento, misturar as fibras (F1) com a água de branqueamento (A2);
- Filtrar a mistura F1 – A2 em pano de algodão, separando a fibra (F2) do suco (S2);
- Filtrar o suco (S2) em peneira de malha 0,125 mm e descartar as fibras (F3).
Análises:
- No suco (S2): massa e °Brix.

3.2.1.4 Mistura final

- Misturar os sucos S1 e S2 para obter o suco misto S3, que será usado nos ensaios de filtração tangencial.
Análises
- No suco (S3): massa e °Brix.

3.2.1.5 Conservação

- Conservar o suco misto (S3) em “freezer” a -18°C até sua utilização

Foram realizados também testes com uso de suco de yacon extraído sem que as raízes fossem submetidas ao processo de branqueamento prévio, com o intento de verificar se há possibilidade de eliminar este processo sem interferir nas características dos produtos obtidos pela filtração tangencial. O protocolo de extração de suco para estes testes encontra-se detalhado a seguir:

3.2.1.6 Amolecimento das raízes

- Retirar as raízes do “freezer” e deixar à temperatura ambiente por cerca de 12 horas, para que ocorra o amolecimento das raízes pelo rompimento celular causado pelos cristais de gelo formados no interior das células, com o processo de congelamento (Morris e Clarke, 1981 e Jackman et al., 1988, citados por VILHENA, 2001);

3.2.1.7 Trituração

- Triturar em multiprocessador doméstico as raízes amolecidas e fatiadas, separando o suco das fibras;

3.2.1.8 Prensagem das fibras

- Prensar as fibras em pano de algodão, separando-as do suco;
- Filtrar o suco em peneira de malha 0,125 mm e descartar as fibras.

3.2.1.9 Mistura final

- Misturar o suco obtido na fase de trituração ao obtido da prensagem das fibras.

3.2.1.10 Utilização

- Filtrar tangencialmente, imediatamente, o suco resultante da mistura final, à temperatura de 80°C, com pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 2,0 m/s.

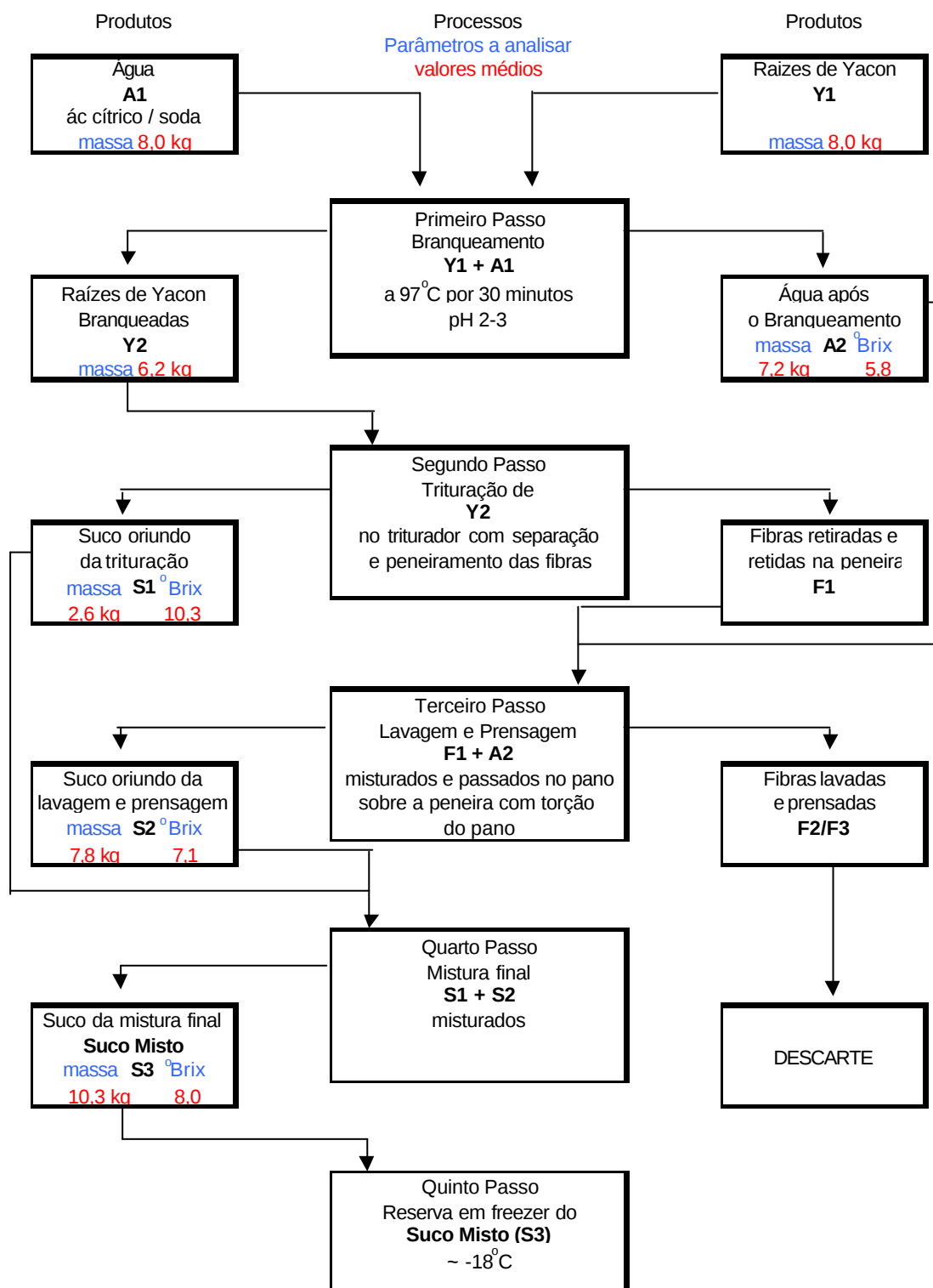


Figura 9. Fluxograma da extração de suco de yacon (Botucatu, 2003).

3.2.2 Caracterização do piloto e das membranas

A caracterização do piloto foi feita pela determinação do seu volume morto, bem como do volume do módulo de filtração tangencial. A determinação do volume do módulo de filtração foi feita por cálculos a partir de suas dimensões de comprimento e diâmetro. Para a determinação do volume morto, esvaziou-se completamente o piloto, colocou-se 6,0 litros de água na cuba de alimentação, acionou-se a bomba de circulação por alguns minutos para encher o piloto de água e em seguida mediu-se o volume morto de três formas: a) diferença de volume na cuba de alimentação, b) medição direta do retentato, c) medição indireta do retentato.

Nessa fase do trabalho foram caracterizadas as membranas de 50 kDalton e de 0,14 μm . A caracterização da membrana de 50 kDalton foi feita pela determinação da sua permeabilidade em água de torneira e água destilada em condição padrão de pressão (1,0 bar), temperatura (20 °C) e velocidade (2,0 m/s - que corresponde à vazão de 1,425 m^3/h). A frequência de amostragem foi de cinco minutos e o tempo de retirada de amostra foi de dois minutos. A permeabilidade foi expressa como sendo o valor médio do fluxo de permeado nos tempos 1, 6, 11 e 16 minutos. A caracterização da membrana de 0,14 μm foi feita apenas pela determinação da sua permeabilidade em água de torneira, nas mesmas condições padrão de pressão, temperatura e velocidade. A frequência de amostragem, o tempo de retirada de amostra e a forma de expressão da permeabilidade foram os mesmos utilizados para a membrana de ultrafiltração.

3.2.3 Avaliação das condições de operação do piloto

Na avaliação do processo de filtração tangencial do suco de yacon com membranas de ultrafiltração (50 kD) e de microfiltração (0,14 μm), determinou-se a melhor temperatura, velocidade tangencial e pressão transmembrana.

Nos testes de temperatura, trabalhou-se com 20, 40, 60 e 80°C, velocidade tangencial de 2 m/s (correspondente à vazão de 1,425 m^3/h), pressão transmembrana 2 bar, Fator de Redução Volumétrica (FRV) igual a 1 e volume inicial de suco igual a 6 Litros.

A seguir, utilizando-se a melhor condição de temperatura observada nos testes anteriores e os mesmos FRV e volume inicial de suco, foram avaliadas combinações de velocidades de 2 e 4 m/s (correspondentes à vazão de 1,425 m³/h e 2.850 m³/h, respectivamente) com pressões de 2 e 4 bar. Para todos os ensaios, o fluxo médio de permeado foi calculado como a média das cinco últimas leituras de cada teste.

Utilizando as melhores condições de temperatura, pressão e velocidade, foi feito um estudo que relacionou o fluxo de permeado com o fator de redução volumétrica. O FRV é definido como a relação entre o volume total (volume de permeado + volume de retentato) e o volume do retentato:

$$FRV = \frac{V_P + V_R}{V_R} \quad (2)$$

onde: V_P representa o volume de permeado e V_R , o de retentato.

O FRV utilizado nestes ensaios foi igual a 6 e o volume inicial de suco foi mantido em 6 Litros.

Os permeados produzidos nesse estudo foram utilizados para a produção de xaropes ricos em frutanos. Todos os testes foram feitos com membrana de 50 kDalton, e de 0,14 µm.

3.2.4 Testes de repetibilidade

Após a fase de avaliação das condições de operação do piloto, foram realizados para a membrana de 50 kDalton e 0,14 µm, testes de repetibilidade com a temperatura, velocidade e pressão escolhidas, FRV igual a 1 e volume inicial de suco igual a 6 Litros. A partir dos resultados de fluxo médio de permeado, calculado a partir dos últimos cinco resultados de fluxo de cada ensaio de repetibilidade, foram calculados o desvio padrão e o coeficiente de variação. A finalidade desses testes foi conhecer a variabilidade de resultados de fluxo de permeado durante a operação do piloto, uma vez que em virtude da pequena quantidade de matéria-prima armazenada congelada (“freezer” de 500 litros) e da elevada capacidade mínima de operação do piloto (5 litros), torna-se impraticável trabalhar com repetições.

3.2.5 Produção do xarope de frutanos

Para a produção de xarope de frutanos, concentrou-se os permeados obtidos dos testes de FRV com as membranas de 50 kD e 0,14 μm , até aproximadamente 80°Brix em evaporador rotativo a vácuo.

3.2.6 Análises

Todas as análises de matéria-prima foram feitas pelo Centro de Raízes e Amidos Tropicais (CERAT), da Unesp de Botucatu.

Em todos os testes de filtração tangencial houve caracterização do suco de alimentação, permeado e retentato.

No suco de yacon (suco de alimentação), permeado, retentato e xarope foram determinados o teor de sólidos solúveis (°Brix), açúcares redutores (g glicose / 100 mL), cinzas (%), umidade (%), sólidos totais (%), pH, acidez total (g ácido láctico / 100 mL) e proteína bruta (%), conforme IAL (1976). A composição em frutanos foi determinada por cromatografia líquida (HPLC) e feita pelo Centro de Raízes e Amidos Tropicais (CERAT) da Unesp, campus Botucatu. A viscosidade do xarope foi determinada em viscosímetro de tambor rotativo e também analisada pelo CERAT de Botucatu. Todas as análises foram feitas em duplicata.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Análise da matéria-prima

A análise da matéria-prima foi feita pelo CERAT e está representada na Tabela 4:

Tabela 4. Caracterização das raízes de yacon utilizadas como matéria prima (Botucatu, 2003)

Componente	Yacon
Umidade inicial (g/100g)	85,67
Massa seca (g/100g)	14,33
Açúcares redutores (g/100g)	16,49
Fibras (g/100g)	9,76
Cinzas (g/100g)	6,35
Matéria graxa (g/100g)	0,75
Proteína bruta (g/100g)	6,93
pH	5,55
Acidez (mL NaOH N/100g)	15,98

Obs.: valores expressos na base seca.

Observa-se que os valores de cinzas, matéria graxa e proteína das raízes de yacon, utilizadas como matéria-prima para os ensaios do presente trabalho (Tabela 4), se mantiveram próximos dos valores médios relativos à caracterização das raízes de yacon feita por Grau e Rea (Tabela 1). Por outro lado, os parâmetros relativos a fibras foram superiores

àqueles apontados na Tabela 1, o que provavelmente se deve à composição característica casualmente encontrada nas raízes utilizadas como matéria-prima para os ensaios.

Estas análises foram feitas após um período de armazenamento das raízes em “freezer” a -18°C , pois, segundo Vilhena (2001) a condição de armazenamento durante a pós-colheita é de grande importância na qualidade e manutenção dos compostos em raízes tuberosas de yacon. A autora explica que nesta fase, os carboidratos de reserva devem suprir a demanda de energia necessária, principalmente ao processo respiratório, e isso somente é possível com a despolimerização das cadeias de frutanos e conseqüente liberação de açúcares livres. Desta forma, a condição ideal de armazenamento seria aquela em que, entre outros, o processo respiratório fosse desacelerado, diminuindo assim, a demanda de energia e a despolimerização das cadeias. A autora concluiu, em seu trabalho, que o armazenamento das raízes tuberosas a -18°C mostrou ser o mais eficiente na manutenção dos teores de frutanos totais.

4.2 Extração do suco de yacon

As Tabelas 5 a 8 apresentam os resultados dos processos de extração do suco de yacon, ao se trabalhar com 8 kg de raízes e 8 kg de água.

Tabela 5. Planilha de resultados do processo de extração de suco de yacon – primeira repetição (Botucatu, 2003).

Material	Código	Parâmetros	
		Massa (kg)	$^{\circ}\text{Brix}$
Raízes de Yacon	Y1	8,000	
Água utilizada no Branqueamento	A1	8,000	
Raízes de Yacon Branqueadas	Y2	-	
Água após o Branqueamento	A2	7,300	5,9
Suco oriundo de Y2 triturado e peneirado	S1	2,710	10,6
Fibras de Y2 retiradas e retidas na peneira	F1		
Suco oriundo da lavagem e prensagem de F1 com uso de A2	S2	8,375	7,2
Suco oriundo da mistura de S1 + S2	S3	10,860	8,2

Tabela 6. Planilha de resultados do processo de extração de suco de yacon – segunda repetição (Botucatu, 2003).

Material	Código	Parâmetros	
		Massa (kg)	°Brix
Raízes de Yacon	Y1	8,000	
Água	A1	8,000	
Raízes de Yacon Branqueadas	Y2	6,385	
Água após o Branqueamento	A2	7,477	5,4
Suco oriundo de Y2 triturado e peneirado	S1	2,903	10,2
Fibras de Y2 retiradas e retidas na peneira	F1		
Suco oriundo da lavagem e prensagem de F1 com uso de A2	S2	7,710	6,7
Suco oriundo da mistura de S1 + S2	S3	10,595	7,7

Tabela 7. Planilha de resultados do processo de extração de suco de yacon – terceira repetição (Botucatu, 2003).

Material	Código	Parâmetros	
		Massa (kg)	°Brix
Raízes de Yacon	Y1	8,000	
Água	A1	8,000	
Raízes de Yacon Branqueadas	Y2	6,040	
Água após o Branqueamento	A2	6,755	6,1
Suco oriundo de Y2 triturado e peneirado	S1	2,326	10,0
Fibras de Y2 retiradas e retidas na peneira	F1		
Suco oriundo da lavagem e prensagem de F1 com uso de A2	S2	7,255	7,4
Suco oriundo da mistura de S1 + S2	S3	9,535	8,1

Tabela 8. Planilha com a média de resultados do processo de extração de suco de yacon (Botucatu, 2003).

Material	Código	Parâmetros	
		Massa (kg)	°Brix
Raízes de Yacon	Y1	8,000	
Água	A1	8,000	
Raízes de Yacon Branqueadas	Y2	6,213	
Água após o Branqueamento	A2	7,177	5,8
Suco oriundo de Y2 triturado e peneirado	S1	2,646	10,3
Fibras de Y2 retiradas e retidas na peneira	F1		
Suco oriundo da lavagem e prensagem de F1 com uso de A2	S2	7,780	7,1
Suco oriundo da mistura de S1 + S2	S3	10,330	8,0

Observando-se a Tabela 8, verifica-se que 8 kg de yacon produziram 10,330 kg a 8°Brix, o que resulta em 10,012 L de suco de yacon. Este cálculo foi considerado como base para extração de suco a ser utilizado nos testes subseqüentes.

4.3 Caracterização do piloto e das membranas

O piloto foi caracterizado por determinação de seu volume morto, conforme metodologia descrita no item 3.2.2. O valor encontrado para o volume morto do piloto foi calculado pela média de 5 repetições, conforme Tabela 9, resultando em 3,6 litros.

Tabela 9. Resultados da determinação do volume morto do piloto de filtração tangencial (Botucatu, 2003).

Método	Volume morto (resultados em Litros)					Média	DP	CV(%)
	1	2	3	4	5			
Régua	3,60	3,60	3,60	3,50	3,50	3,56	0,05	1,40
Direto	3,63	3,59	3,62	3,56	3,59	3,60	0,03	0,83
Indireto	3,60	3,56	3,57	3,50	3,56	3,56	0,04	1,12
Média	3,61	3,58	3,60	3,52	3,55	3,57	0,04	1,12
DP	0,02	0,02	0,02	0,03	0,05	0,02		
CV (%)	0,55	0,56	0,56	0,85	1,41	0,56		

O cálculo do volume bruto do módulo de filtração (sem as membranas) e de seu volume líquido (com as membranas) foi feito com base em seu comprimento (1.200 mm) e diâmetro (40 mm), resultando em 1.508 cm³ de volume bruto e 848 cm³ de volume líquido.

A membrana de 50 kD foi caracterizada por sua permeabilidade em água de torneira e água destilada.

Nos testes com água de torneira (Tabela 10), observou-se que nos dois primeiros testes a membrana de 50 kD estava colmatada ou desidratada. Sabe-se que a permeabilidade de uma membrana pode cair abaixo do nível mínimo estipulado para o trabalho, tanto em função da sua colmatagem (conforme relatado no item 2.3.3), e ainda em virtude de sua desidratação, que pode levar a membrana, após algum tempo sem uso, a apresentar baixa permeabilidade. A permeabilidade de trabalho desejada é, então, recuperada procedendo-se a um novo ciclo de limpeza.

Tabela 10. Permeabilidade da membrana de 50 kD em água de torneira na temperatura de 20°C, pressão transmembrana de 1,0 bar e velocidade tangencial de 2,0 m/s (Botucatu, 2003).

Teste	Data	Permeabilidade (L/h.m ² .bar)				Média
		1 min.	6 min.	11 min.	16 min.	
1	10.04.01	28,04	28,80	28,42	29,37	28,66
2	12.04.01	40,74	40,55	41,11	41,49	40,97
3	12.04.01	56,84	57,41	54,95	54,95	56,04
4	17.04.01	62,90	62,33	62,33	62,33	62,47
5	18.04.01	58,73	59,11	59,49	59,49	59,21
6	19.04.01	64,80	62,52	61,58	61,58	62,62
7	02.05.01	52,86	54,76	57,60	59,49	56,17

A permeabilidade média calculada para os testes de 3 a 7, nos quais as membranas foram consideradas limpas e próprias para uso, foi de 59,30 L/h.m².bar, o desvio padrão (DP) 3,22 e o coeficiente de variação (CV) 5,43%. Admitiu-se que a membrana estaria limpa e própria para o uso quando a permeabilidade em água de torneira estivesse dentro do intervalo 52,86 a 65,74 L/h.m².bar, que corresponde à seguinte expressão:

$$\text{Permeabilidade média} - 2 \text{ DP} < \text{Permeabilidade} < \text{Permeabilidade média} + 2 \text{ DP}$$

A permeabilidade da membrana de 50 kD, também foi determinada para água destilada, cujos resultados são apresentados na Tabela 11 e variou de 63,52 a 67,88 L/h.m².bar, sendo a permeabilidade média de 65,50 L/h.m².bar, o DP 1,92 e o CV 2,93%.

Pela facilidade de uso, pelo baixo custo e pelo fato de a diferença de permeabilidade das membranas entre o uso de água de torneira ou destilada situar-se em torno de 10%, optou-se por usar a água de torneira para a determinação de permeabilidade das membranas, após os procedimentos de limpeza.

Tabela 11. Permeabilidade da membrana de 50 kD em água destilada na temperatura de 20°C, pressão transmembrana de 1,0 bar e velocidade tangencial de 2,0 m/s (Botucatu, 2003).

Teste	Data	Permeabilidade (L/h.m ² .bar)				Média
		1 min.	6 min.	11 min.	16 min.	
1	24.04.01	62,33	64,23	66,12	65,18	64,47
2	25.04.01	64,23	63,28	63,28	63,28	63,52
3	26.04.01	66,12	66,88	66,12	65,37	66,12
4	03.05.01	69,72	67,26	67,26	67,26	67,88

A membrana de 0,14 µm foi caracterizada apenas por sua permeabilidade em água de torneira. No teste inicial (Tabela 12), observou-se que a membrana não estava própria para uso apenas no primeiro teste.

Tabela 12. Permeabilidade da membrana de 0,14 μm em água de torneira na temperatura de 20°C, pressão transmembrana de 1,0 bar e velocidade tangencial de 2,0 m/s (Botucatu, 2003).

Teste	Data	Permeabilidade (L/h.m ² .bar)				
		1 min.	6 min.	11 min.	16 min.	Média
1	07.11.01	12,32	12,32	12,13	11,94	12,17
2	09.11.01	98,52	98,52	96,63	96,63	97,57
3	20.11.01	142,10	143,99	142,10	142,10	142,57
4	21.11.01	108,00	108,00	108,00	108,00	108,00
5	22.11.01	104,21	104,21	104,21	104,21	104,21
6	27.11.01	184,73	178,10	178,10	178,10	179,76
7	28.11.01	115,57	115,57	115,57	115,57	115,57

A permeabilidade média calculada para os testes de 2 a 7 foi de 124,61 L/h.m².bar, o desvio padrão (DP) 31,21 e o coeficiente de variação (CV) 25,04%, considerado aceitável para a situação de adequação da membrana ao uso. Admitiu-se que a membrana estaria limpa e própria para o uso quando a permeabilidade em água de torneira estivesse dentro do intervalo 62,21 a 187,02 L/h.m².bar, que corresponde à seguinte expressão:

$$\text{Permeabilidade média} - 2 \text{ DP} < \text{Permeabilidade} < \text{Permeabilidade média} + 2 \text{ DP}$$

4.4 Testes de filtração do suco de raízes de yacon não submetidas ao processo de branqueamento

Nos testes para eliminação do processo de branqueamento das raízes, utilizou-se o suco de yacon que não foi submetido ao processo de branqueamento prévio, obtido conforme detalhado nos itens 3.2.1.6 a 3.2.1.10. Os resultados das análises feitas no suco de alimentação, permeado e retentato são observados na tabela 13:

Tabela 13. Análises dos sucos de alimentação, permeados e retentatos obtidos nos ensaios com suco de yacon não submetido ao processo de branqueamento, com uso da filtração em membranas de 50 kD e 0,14 μm , na temperatura de 80°C, velocidade tangencial de 2,0 m/s e pressão transmembrana de 2,0 bar (Botucatu, 2003).

	membrana de 50 kD			membrana de 0,14 μm		
	Suco de Alimentação	Per-meado	Reten-tato	Suco de Alimentação	Per-meado	Reten-tato
Umidade (%)	94,47	94,14	93,91	85,20	85,44	84,16
Sólidos Totais (%)	5,53	5,86	6,09	14,80	14,56	15,84
Cinzas (%)	0,22	0,20	0,29	0,76	0,69	1,02
Proteína (%)	0,38	0,37	0,43	0,82	0,76	0,94
°Brix	6,10	6,60	6,80	15,00	14,90	15,60
pH	5,29	5,86	5,91	6,19	6,14	6,17

Nota-se através da Tabela 13 que houve um aumento de sólidos totais nos retentatos. Observa-se ainda, a menor concentração de cinzas e proteínas nos permeados em relação aos retentatos e que os valores de °Brix e pH não apresentaram grande variação.

Como se verificará no decorrer deste trabalho, o acúmulo de sólidos totais nos retentatos ocorreu também nos demais ensaios de filtração tangencial estudados, sendo consequência da concentração quando da retirada de amostra de permeado para análises, uma vez que retirou-se 1 L de amostra de permeado para 6 L de suco de alimentação utilizados em todos os testes.

Da mesma forma, a menor concentração de sólidos totais, cinzas e proteínas observada nos permeados em relação aos retentatos ocorreu nos outros ensaios e deveu-se, provavelmente, à sua retenção pela membrana ou pela camada limite, como será detalhado na discussão dos outros resultados, refletindo-se nos permeados na forma de clarificação deles.

Assim, embora se note em todos os testes do presente trabalho a ocorrência da clarificação do permeado em virtude do processo de filtração tangencial, o grande diferencial entre este teste e os demais feitos com suco de yacon foi resultado do escurecimento enzimático, como se pode observar pelas Figuras 10 a 15. Tais figuras são derivadas de fotografias que permitem a visualização das diferenças na coloração das amostras.

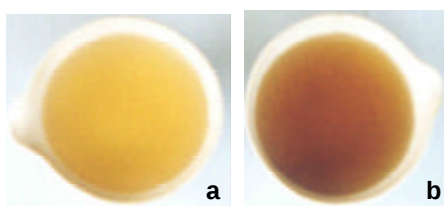


Figura 10. Fotografias de permeados obtidos da ultrafiltração de suco de yacon, produzido de raízes submetidas (a) ou não submetidas ao processo de branqueamento (b) (Botucatu, 2003).

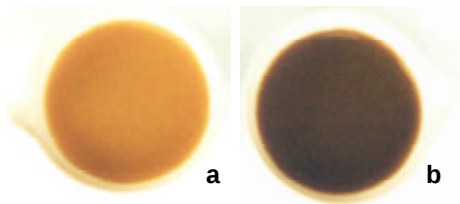


Figura 11. Fotografias de retentatos obtidos da ultrafiltração de suco de yacon, produzido de raízes submetidas (a) ou não submetidas ao processo de branqueamento (b) (Botucatu, 2003).

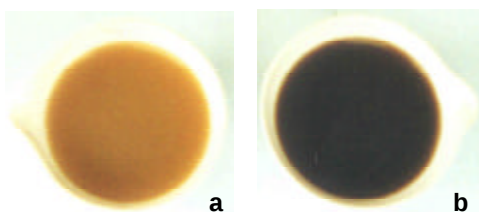


Figura 12. Fotografias de sucos de alimentação produzidos de raízes de yacon submetidas (a) ou não submetidas ao processo de branqueamento (b), utilizados no processo de ultrafiltração (Botucatu, 2003).

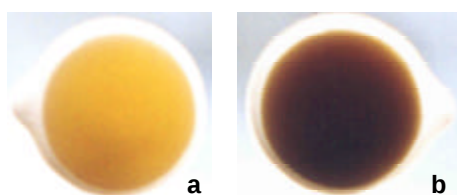


Figura 13. Fotografias de permeados obtidos da microfiltração de suco de yacon, produzido de raízes submetidas (a) ou não submetidas ao processo de branqueamento (b) (Botucatu, 2003).

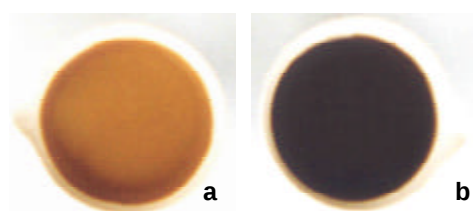


Figura 14. Fotografias de retentatos obtidos da microfiltração de suco de yacon, produzido de raízes submetidas (a) ou não submetidas ao processo de branqueamento (b) (Botucatu, 2003).

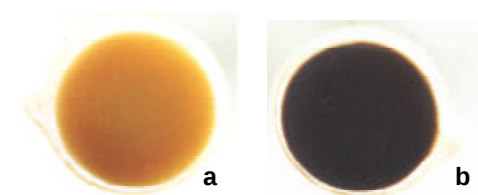


Figura 15. Fotografias de sucos de alimentação produzidos de raízes de yacon submetidas (a) ou não submetidas ao processo de branqueamento (b), utilizados no processo de microfiltração (Botucatu, 2003).

O agente responsável pelo escurecimento enzimático, segundo Evangelista (1992), é a polifenol-oxidase e outras enzimas oxidantes, que atuando sobre os grupos fenólicos, produzem quinonas que, polimerizadas, resultam em melanoidinas (pigmentos que dão cor escura aos vegetais). Durante o processo de branqueamento, especificado no item 3.2.1.1, foi adicionado o ácido cítrico que, segundo Silva (2000), quando

utilizado com antioxidantes fenólicos apresenta efeito sequestrante ou sinérgico. Por outro lado, conforme apresentado no item 2.5, verifica-se que o uso de altas temperaturas contribui para a inativação tanto das enzimas polifenol-oxidase como das outras responsáveis pelo escurecimento enzimático, e também da enzima frutano-exohidrolase, responsável pela hidrólise da inulina a glicose e frutose.

Embora os sucos de alimentação tenham sido produzidos sem passar pelo processo de branqueamento prévio, mesmo para estes ensaios se nota, com nitidez, a clarificação dos permeados, promovida pelo processo de filtração tangencial. Como se observa nas Figuras 12 e 15 os próprios sucos de alimentação já se encontravam escurecidos, o mesmo ocorrendo com os permeados e os retentatos quando comparados aos mesmos produtos obtidos nos ensaios com uso de suco de yacon produzido após o procedimento de branqueamento das raízes (Figuras 10 e 13; e 11 e 14, respectivamente);.

4.5 Avaliação das condições de operação do piloto com uso de membranas de ultrafiltração e de microfiltração

4.5.1 Temperatura

Na fase de avaliação, realizaram-se testes de filtração de suco de yacon com as membranas de 50 kD e 0,14 μm para definir a melhor combinação de temperatura, pressão e velocidade de trabalho. Estudou-se, a princípio, o efeito da temperatura no fluxo de permeado e na composição dos permeados e retentatos. Os dados de fluxo de permeado, obtidos nos testes de efeito da temperatura, encontram-se nas Tabelas 14 e 15 e são mais facilmente visualizados nas Figuras 16 e 17.

Tabela 14. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado em membrana de 50 kD, nas temperaturas de 20°C, 40°C, 60°C e 80°C, com velocidade tangencial de 2,0 m/s e pressão transmembrana de 2,0 bar (Botucatu, 2003).

Tempo (min)			Fluxo (L/h.m ²)			
			20°C	40°C	60°C	80°C
0	a	2	35,62	45,08	79,33	90,36
10	a	12	34,10	41,03	69,04	89,26
20	a	22	31,83	42,32	65,19	87,44
30	a	32	30,69	41,40	66,29	86,71
40	a	42	29,94	41,95	60,05	85,79
50	a	52	29,56	41,21	58,58	85,61
60	a	62	29,56	41,21	57,11	85,79
70	a	72	29,18	41,03	56,01	84,33
80	a	82	28,80	41,58	54,72	84,33
90	a	92	28,42	40,85	53,99	83,97
100	a	102	28,04	41,03	53,44	83,97
110	a	112	27,66	41,40	53,07	83,97
120	a	122	27,66	41,03	52,88	83,97

Tabela 15. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado em membrana de 0,14 µm, nas temperaturas de 20°C, 40°C, 60°C e 80°C, com velocidade tangencial de 2,0 m/s e pressão transmembrana de 2,0 bar (Botucatu, 2003).

Tempo (min)			Fluxo (L/h.m ²)			
			20°C	40°C	60°C	80°C
0	a	2	37,89	63,08	92,06	131,12
10	a	12	38,84	59,97	89,86	130,20
20	a	22	36,95	57,58	87,29	130,20
30	a	32	36,00	55,38	86,92	130,20
40	a	42	36,00	53,91	86,74	130,20
50	a	52	35,05	53,55	86,56	130,20
60	a	62	34,10	53,55	87,47	127,45
70	a	72	33,16	53,00	86,74	125,62
80	a	82	33,16	52,81	86,74	125,62
90	a	92	33,16	53,00	86,74	125,62
100	a	102	33,16	53,36	87,29	125,62
110	a	112	33,16	53,00	86,74	125,62
120	a	122	33,16	52,81	86,56	125,62

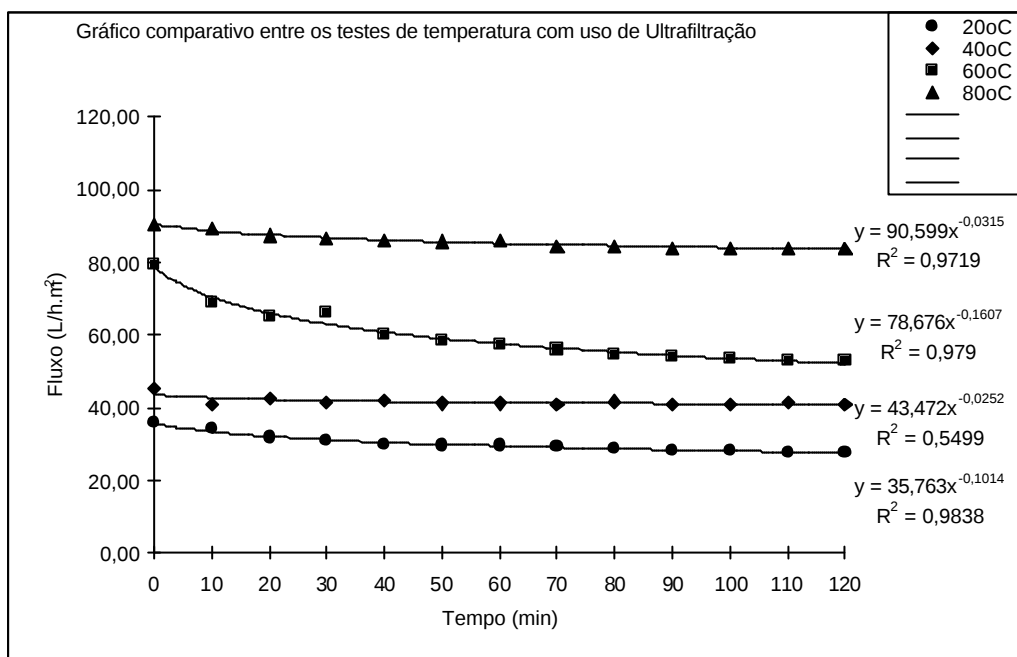


Figura 16. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado com uso da membrana de 50 kD sob temperaturas de 20°C, 40°C, 60°C e 80°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 2,0 m/s (Botucatu, 2003).

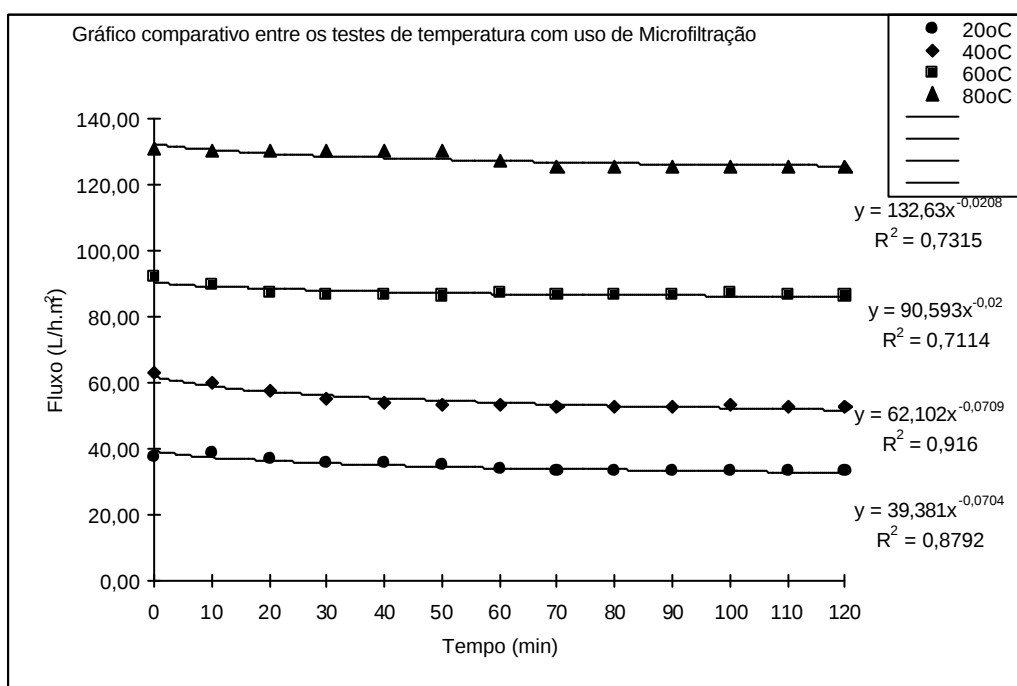


Figura 17. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado com uso da membrana de 0,14 μm sob temperaturas de 20°C, 40°C, 60°C e 80°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 2,0 m/s (Botucatu, 2003).

Observando-se as Tabelas 14 e 15 percebe-se que houve uma relativa estabilizaçãono fluxo de permeado em todos os testes. Nota-se ainda, que os valores de fluxo de permeado obtidos nos testes com os dois tipos de membrana, apresentaram tendência para aumentar de forma diretamente relacionada ao aumento da temperatura. Observa-se também que os valores de fluxo de permeado obtidos durante os ensaios com uso de membranas de microfiltração foram maiores que aqueles obtidos nos ensaios com uso de membranas de ultrafiltração.

A relativa estabilização do fluxo de permeado, observada em todas as temperaturas, está intimamente relacionada ao fenômeno da colmatação de membranas que, conforme explicado no item 2.3.3, termina por afetar o fluxo de permeado.

O aumento nos valores de fluxo de permeado diretamente relacionado ao aumento da temperatura reflete, com nitidez, os conceitos apresentados na Lei de Darcy, a qual afirma que o fluxo de permeado é inversamente proporcional à viscosidade do fluido submetido ao processo de filtração.

Historicamente, Darcy, em 1856, foi um dos primeiros a equacionar empiricamente a modificação na energia do fluido causada pela sua passagem através de um meio poroso. Trabalhando com meios granulares não-consolidados, Darcy propôs que, para baixas velocidades, o gradiente de pressão (dP/dx) de um fluido incompressível com viscosidade μ escoando através de um meio poroso fosse dado por (Scheidegger, 1974; Ergun, 1952, citados por INNOCENTINI e PANDOLFELLI, 1999):

$$-\frac{dP}{dx} = \frac{m}{k_l} v_s \quad (3)$$

Ainda, segundo Inocentini e Pandolfelli (1999), a integração da equação 3 para a espessura (L) do meio poroso resulta em:

$$\frac{\Delta P}{L} = \frac{m}{k_l} \cdot v_s \quad (4)$$

O parâmetro k_l , conhecido como constante de permeabilidade Darciana ou viscosa, é uma propriedade apenas da estrutura porosa (INNOCENTINI e PANDOLFELLI, 1999).

A equação 4, conhecida como Lei de Darcy para a permeabilidade, tem o grande mérito de ser simples e de separar as influências do fluido (μ), escoamento (v_s) e meio poroso (k) (INNOCENTINI e PANDOFELLI, 1999).

Com relação ao fato de os maiores valores de fluxo de permeado terem sido obtidos quando do uso de membranas de microfiltração, em comparação àqueles obtidos quando da utilização de membranas de ultrafiltração, este está relacionado ao tamanho dos poros das membranas de microfiltração, que são relativamente maiores do que os das membranas de ultrafiltração permitindo, assim, a passagem de maior quantidade de material no intervalo de tempo estipulado.

A equação que melhor se ajustou à interação do fluxo de permeado com a temperatura, tanto de ultra como de microfiltração, foi do tipo exponencial, conforme se pode observar na Figura 18.

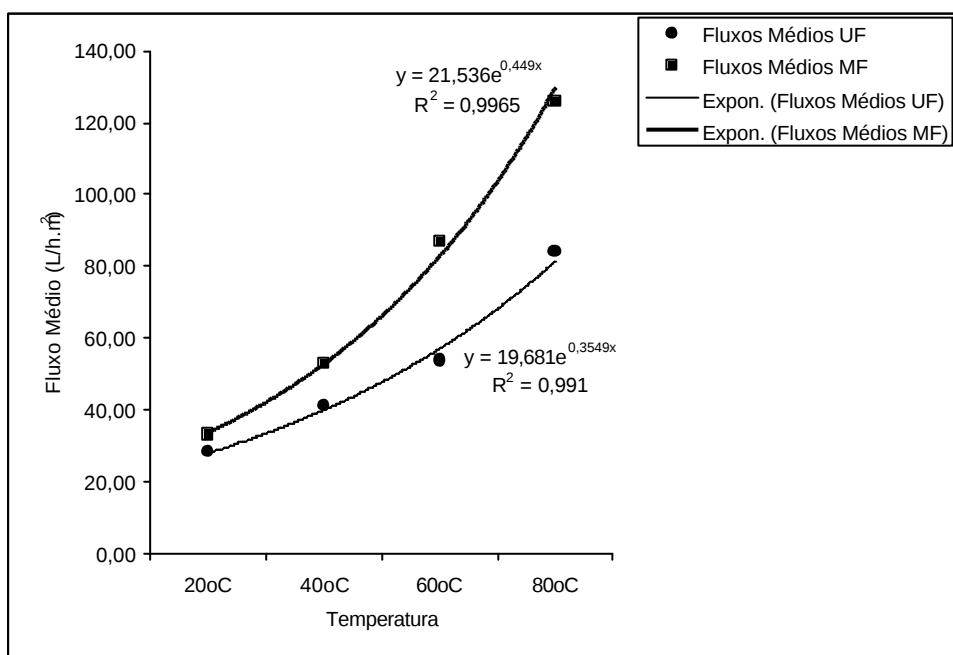


Figura 18. Fluxo médio de permeado de suco de yacon filtrado sob diferentes temperaturas em membrana de 50 kD e 0,14 μm , pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 2,0 m/s (Botucatu, 2003).

Nas Tabelas 16 e 17 encontram-se os resultados das análises feitas para os sucos de alimentação, permeados e retentados obtidos durante os testes feitos com uso de diferentes temperaturas, com membrana de 50 kD e 0,14 μm , respectivamente.

Tabela 16. Resultados das análises dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de ultrafiltração, sob diferentes temperaturas, com pressão transmembrana de 2 bar e velocidade tangencial de 2 m/s (Botucatu, 2003).

	Temperatura 20°C			Temperatura 40°C			Temperatura 60°C			Temperatura 80°C		
	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.
U	93,03	92,91	92,78	92,43	95,21	92,33	93,03	92,40	91,81	96,00	91,21	90,72
ST	6,97	7,09	7,22	7,57	4,79	7,67	6,97	7,60	8,19	4,00	8,79	9,28
C	0,38	0,38	0,41	0,42	0,33	0,45	0,38	0,41	0,53	0,33	0,53	0,64
AR	1,96	1,88	1,92	2,31	2,47	2,31	1,96	2,00	*	1,14	2,88	2,72
AT	0,10	0,08	0,18	0,23	0,18	0,21	0,10	0,09	*	0,06	0,08	0,16
PB	0,40	0,34	0,39	*	0,35	0,53	0,40	0,35	*	0,34	0,46	0,50
°Brix	7,60	7,30	7,40	8,10	7,60	8,20	7,60	8,20	8,70	7,90	9,50	9,80
pH	5,60	6,40	5,70	*	4,70	4,50	5,60	6,40	6,50	6,50	6,40	6,30

*Amostra perdida

Produtos: Suco = Suco de Alimentação; Perm = Permeado; Ret. = Retentato. Parâmetros: U = Umidade, dada em %; ST = Sólidos totais, dado em %; C = Cinzas, dado em %; AR = Açúcares redutores, dado em g.glicose/100 mL; AT = Acidez total, dado em g.ácido láctico/100 mL; PB = Proteína bruta, dado em %; °Brix = Teor de sólidos solúveis, dado em °Brix; pH = Potencial hidrogeniônico.

Tabela 17. Resultados das análises dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de microfiltração, sob diferentes temperaturas, com pressão transmembrana de 2 bar e velocidade tangencial de 2 m/s (Botucatu, 2003).

	Temperatura 20°C			Temperatura 40°C			Temperatura 60°C			Temperatura 80°C		
	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.
U	93,47	93,20	93,42	93,36	93,89	93,21	93,34	93,71	93,10	92,47	92,31	91,71
ST	6,53	6,80	6,58	6,64	6,11	6,79	6,66	6,29	6,90	7,53	7,69	8,29
C	0,56	0,36	0,43	0,34	0,46	0,46	0,42	0,31	0,54	0,47	0,39	0,45
AR	1,74	1,79	1,78	1,75	1,77	1,75	1,95	1,90	1,86	3,25	3,46	3,53
AT	0,05	0,05	0,06	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,17	0,13	0,12	0,15
PB	0,56	0,32	0,55	0,69	0,50	0,76	0,54	0,45	0,58	0,56	0,61	0,60
°Brix	7,00	6,60	7,10	7,00	6,60	7,20	7,20	6,85	7,40	7,50	7,80	8,30
pH	5,24	5,09	5,11	5,36	5,35	5,36	5,35	5,32	5,35	6,03	6,05	6,08

Produtos: Suco = Suco de Alimentação; Perm = Permeado; Ret. = Retentato. Parâmetros: U = Umidade, dada em %; ST = Sólidos totais, dado em %; C = Cinzas, dado em %; AR = Açúcares redutores, dado em g.glicose/100 mL; AT = Acidez total, dado em g.ácido láctico/100 mL; PB = Proteína bruta, dado em %; °Brix = Teor de sólidos solúveis, dado em °Brix; pH = Potencial hidrogeniônico.

Nas Tabelas 16 e 17 observa-se de modo geral que, dentro de cada um dos testes de temperatura, os resultados obtidos nas análises dos sucos de alimentação, permeados e retentatos apresentaram diferenças relativamente pequenas, exceto para os valores de sólidos totais no ensaio com uso de membrana de ultrafiltração e temperatura de 80°C, onde o valor apontado para o retentato é bastante superior ao do suco de alimentação. Observa-se, ainda, a ocorrência de acúmulo de sólidos totais e também de acidez total no retentato em todos os testes, além de uma tendência geral dos valores de cinzas, proteína bruta

e °Brix dos permeados situarem-se abaixo dos retentatos. Por outro lado, os valores de açúcares redutores dos permeados em todos os testes foram de forma geral superiores aos dos retentatos e aos dos sucos de alimentação. Já os valores de pH dos permeados e retentatos não apresentaram grande alteração em relação àqueles dos sucos de alimentação. Entretanto, comparando-se os resultados das análises de cada uma das temperaturas testadas, nota-se divergência expressiva entre os valores de acidez total do teste feito com temperatura de 20°C e membranas de microfiltração e os obtidos nos ensaios com as demais temperaturas para estas membranas e para as de ultrafiltração.

As pequenas diferenças observadas dentro de cada ensaio de temperatura, entre os resultados das análises dos sucos de alimentação, permeados e retentatos, sugerem que estes produtos não diferem entre si de forma expressiva, exceto entre o valor de sólidos totais do retentato e do suco de alimentação resultantes das análises do ensaio com membrana de ultrafiltração e temperatura de 80°C. Esta diferença é possivelmente explicada pelo fato de ter havido evaporação do suco durante o teste, em virtude da alta temperatura e do fato de a cuba de alimentação ter permanecido aberta no decorrer do ensaio.

A provável explicação para o pequeno acúmulo de sólidos totais nos retentatos está ligada ao procedimento de retirada de amostra de permeado para análises, como explicado na discussão de resultados do item 4.4.

Também como explicado naquele item, o fato de os valores de sólidos totais, cinzas e °Brix dos permeados terem sido menores que os dos retentatos reflete a clarificação promovida pelo processo de filtração tangencial, podendo-se crer que as partículas concentradas no retentato continham, além de uma parcela orgânica composta em parte por partículas de alto peso molecular, também uma parcela mineral composta muito provavelmente por argila que, embora as raízes tenham sido lavadas, permaneceu aderida a elas. No que se refere à tendência dos valores de proteína bruta dos permeados terem sido menores que os dos retentatos, poder-se-ia supor que a retenção de material protéico de elevada massa molecular pelas membranas ou pela formação de camada limite - relacionada ao fenômeno da colmatação explanado no item 2.3.3 - seria sua principal causa. No entanto, o tamanho de poro das membranas de microfiltração (0,14 µm) permite a passagem de partículas

de alta massa molecular, o que leva à conjectura de que a ocorrência do fenômeno de colmatação foi causadora de tal retenção.

Já os maiores valores obtidos para o parâmetro acidez total, observados nos retentatos, sugerem a existência de reação ácida entre as partículas que ficaram concentradas neles.

Os maiores valores de açúcares redutores observados nos permeados quando comparados aos dos retentatos e dos sucos de alimentação não encontram equivalência quando se analisa a composição relativa de carboidratos (Tabelas 18 e 19), podendo-se inferir que tais variações sejam fruto do acaso.

Não foi encontrada qualquer explicação lógica para a divergência entre os valores de acidez total, observada nas análises dos produtos resultantes do ensaio com temperatura de 20°C e membranas de microfiltração e os demais valores de acidez total obtidos nos testes com as outras temperaturas e membranas.

Encontram-se nas Tabelas 18 e 19 as análises da composição relativa de carboidratos de cada um dos produtos obtidos nos testes com uso das membranas de 50 kD e 0,14 µm, sob diferentes temperaturas, com pressão transmembrana de 2 bar e velocidade tangencial de 2 m/s.

Para facilitar a comparação entre os resultados, estes foram compilados em uma única tabela para o teste com uso de membrana de ultrafiltração e outra para o teste feito com uso da membrana de microfiltração.

Tabela 18. Composição relativa de carboidratos dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de ultrafiltração, sob diferentes temperaturas, com pressão transmembrana de 2 bar e velocidade tangencial de 2 m/s (Botucatu, 2003).

	Temperatura 20°C			Temperatura 40°C			Temperatura 60°C			Temperatura 80°C		
	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.
FOS	67,20	67,85	64,22	66,93	68,39	66,13	59,75	64,10	*	65,54	62,09	64,36
Sac	17,56	15,85	18,07	9,85	10,32	9,29	14,25	14,77	*	16,08	15,08	15,34
Glic	3,30	7,24	6,38	1,76	1,99	5,09	11,42	10,23	*	2,49	11,74	11,81
Frut	11,94	9,06	11,33	21,46	19,30	19,49	14,58	10,90	*	15,89	11,09	8,49
Total	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	*	100,00	100,00	100,00

*Amostra perdida

Produtos: Suco = Suco de Alimentação; Perm = Permeado; Ret. = Retentato. Parâmetros: FOS = Frutanos; Sac = Sacarose; Glic = Glicose; Frut = Frutose.

Tabela 19. Composição relativa de carboidratos dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de microfiltração, sob diferentes temperaturas, com pressão transmembrana de 2 bar e velocidade tangencial de 2 m/s (Botucatu, 2003).

	Temperatura 20°C			Temperatura 40°C			Temperatura 60°C			Temperatura 80°C		
	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.
FOS	67,16	65,13	68,29	66,21	67,02	69,94	67,84	67,69	68,30	54,03	52,29	55,69
Sac	9,44	8,97	9,69	10,45	9,17	9,07	9,53	9,48	9,68	4,50	6,47	5,30
Glic	7,90	8,11	6,60	6,98	7,71	5,61	7,26	6,55	6,39	15,57	14,88	14,76
Frut	15,50	17,79	15,42	16,36	16,10	15,38	15,37	16,28	15,63	25,90	26,36	24,25
Total	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Produtos: Suco = Suco de Alimentação; Perm = Permeado; Ret. = Retentato. Parâmetros: FOS = Frutanos; Sac = Sacarose; Glic = Glicose; Frut = Frutose.

Observando-se as Tabelas 18 e 19, pode-se observar que dentro de cada um dos testes de temperatura, os resultados obtidos para frutanos nas análises dos sucos de alimentação, permeados e retentatos apresentaram diferenças relativamente pequenas, tendo as quantidades relativas de frutanos mantido-se entre 60 e 70% para todas as temperaturas, exceto no ensaio com uso de membrana de microfiltração e temperatura de 80°C.

As pequenas diferenças que se percebem entre os valores de composição relativa de frutanos obtidos para os sucos de alimentação, permeados e retentatos resultantes dos testes com uso de diferentes temperaturas e membranas de ultra e microfiltração indicam que não ocorreu separação entre os frutanos e os demais carboidratos contidos nos sucos de alimentação em virtude da filtração tangencial, podendo-se supor que houve completa inativação das enzimas hidrolíticas durante o procedimento de branqueamento das raízes. A baixa acidez do suco de alimentação também deve ter sido responsável pela não ocorrência de hidrólise química durante o seu processamento.

As semelhanças entre as composições relativas de frutanos, quando comparados os diferentes ensaios, também indicam que não houve interferência das temperaturas sobre tais composições, exceto para o teste com uso de membrana de microfiltração e temperatura de 80°C. Esta poderia estar ligada, por motivo de hidrólise ocorrida nas raízes durante seu armazenamento, ao grande período de tempo que separa os ensaios feitos com uso de membrana de microfiltração daqueles feitos com uso de membrana de ultrafiltração (cerca de 10 meses); no entanto, para que tal hipótese fosse válida seria necessário que os valores observados para os outros testes com uso de membrana de microfiltração, independentemente da temperatura utilizada, também apresentassem tal

diversidade, o que não ocorreu. Assim, surge a possibilidade de que durante a fase de análise cromatográfica de composição de carboidratos tenha ocorrido algum problema. Esta hipótese, porém, foi descartada em virtude de tal análise ter sido repetida e apresentar os mesmos resultados; indicando que o problema pode estar relacionado ao processo de branqueamento.

Em função da maior facilidade de controle, optou-se pelo uso da temperatura de 40°C para continuar os trabalhos, tanto para as membranas de ultra como para as de microfiltração.

4.5.2 Pressão transmembrana e velocidade tangencial

Utilizou-se para este estudo as seguintes combinações de pressão transmembrana e velocidade tangencial:

P2V2 ? pressão de 2,0 bar e velocidade de 2,0 m/s;

P2V4 ? pressão de 2,0 bar e velocidade de 4,0 m/s;

P4V2 ? pressão de 4,0 bar e velocidade de 2,0 m/s;

P4V4 ? pressão de 4,0 bar e velocidade de 4,0 m/s.

Os resultados de fluxo de permeado são mostrados nas Tabelas 20 e 21 e melhor visualizados nas Figuras 19 e 20.

Tabela 20. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado em membrana de 50 kD, na temperatura de 40°C, com diferentes combinações de pressão transmembrana e velocidade tangencial (Botucatu, 2003).

Tempo (min)			Fluxo (L/h.m ²)			
			P2V2	P2V4	P4V2	P4V4
0	a	2	45,08	94,38	51,07	103,06
10	a	12	41,03	93,83	47,38	90,52
20	a	22	42,32	89,98	46,46	87,20
30	a	32	41,40	93,10	44,43	82,04
40	a	42	41,95	94,20	43,88	81,86
50	a	52	41,21	91,81	41,85	81,30
60	a	62	41,21	92,91	40,19	80,93
70	a	72	41,03	91,08	38,90	81,12
80	a	82	41,58	92,91	35,40	80,56
90	a	92	40,85	92,36	33,18	80,20
100	a	102	41,03	92,55	31,71	80,20
110	a	112	41,40	91,63	31,16	80,01
120	a	122	41,03	90,90	30,05	80,20

Tabela 21. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado em membrana de 0,14 μm , na temperatura de 40°C, com diferentes combinações de pressão transmembrana e velocidade tangencial (Botucatu, 2003).

Tempo			Fluxo (L/h.m ²)			
(min)			P2V2	P2V4	P4V2	P4V4
0	a	2	63,08	152,21	59,60	145,79
10	a	12	59,97	151,29	58,68	141,20
20	a	22	57,58	151,29	58,68	141,20
30	a	32	55,38	151,29	57,77	141,20
40	a	42	53,91	151,29	57,77	142,12
50	a	52	53,55	151,29	57,77	141,20
60	a	62	53,55	151,29	57,77	141,20
70	a	72	53,00	151,29	57,77	141,20
80	a	82	52,81	151,29	57,77	141,20
90	a	92	53,00	151,29	57,77	141,20
100	a	102	53,36	151,29	57,77	141,20
110	a	112	53,00	151,29	57,77	141,20
120	a	122	52,81	151,29	57,77	141,20

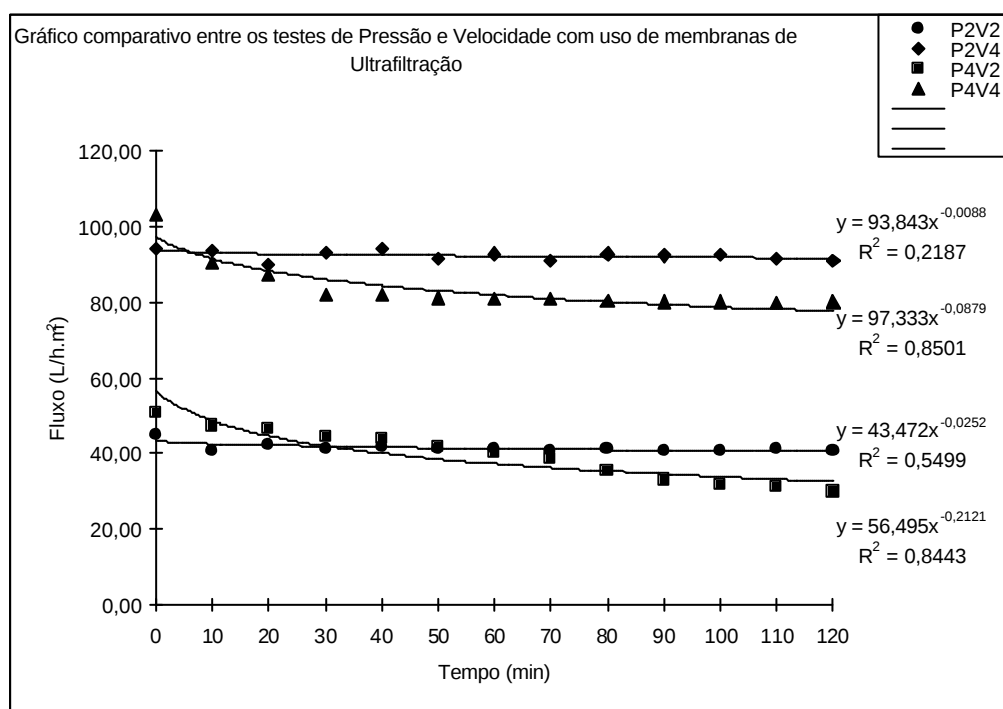


Figura 19. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado com uso da membrana de 50 kD sob temperatura de 40°C, nas combinações P2V2, P2V4, P4V2 e P4V4 (Botucatu, 2003).

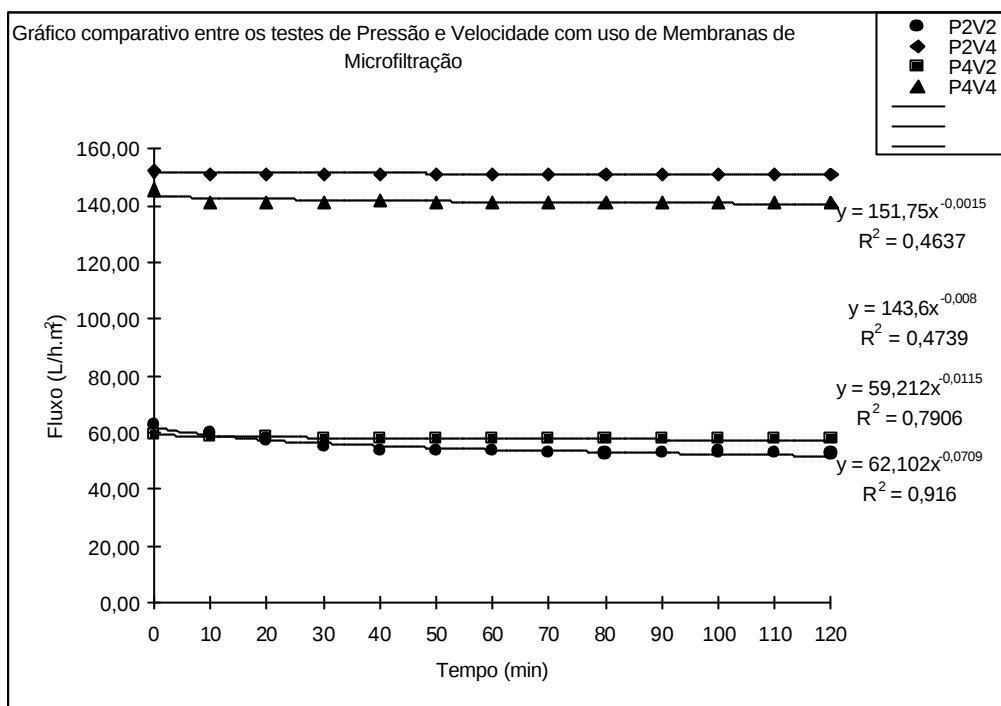


Figura 20. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado com uso da membrana de 0,14 μm sob temperatura de 40°C, nas combinações P2V2, P2V4, P4V2 e P4V4 (Botucatu, 2003).

Na Tabela 22 estão representados os fluxos médios do suco de yacon filtrado nas combinações de pressões de 2,0 e 4,0 bar e velocidades de 2,0 e 4,0 m/s

Tabela 22. Fluxo médio de permeado do suco de yacon filtrado em membranas de 50 kD e 0,14 μm , na temperatura de 40°C, com diferentes combinações de pressão transmembrana e velocidade tangencial (Botucatu, 2003).

velocidade (m/s)	membrana de 50 kD		membrana de 0,14 μm	
	pressão 2 bar	pressão 4 bar	pressão 2 bar	pressão 4 bar
2,0	41,18	32,30	53,00	57,77
4,0	92,07	80,23	151,29	141,20

Pode-se analisar na Tabela 22 que com o aumento da velocidade, houve um incremento bastante expressivo no fluxo médio de permeado, incremento este da ordem de 123,6 a 148,4% para a membrana de 50 kD; e de 144,4 a 185,4% para a membrana de 0,14 μm . Observa-se também que a duplicação da pressão transmembrana resulta em queda de fluxo médio do permeado principalmente no que se refere à membrana de ultrafiltração, redução esta da ordem de 12,9 a 21,6%; já para a membrana de microfiltração tal queda de fluxo ocorre com menor intensidade (6,7%) ou mesmo não ocorre.

O aumento do fluxo médio de permeado relaciona-se de forma direta ao aumento da velocidade tangencial, em virtude do arraste mecânico que o próprio fluido exerce sobre as partículas que ficam depositadas sobre a membrana, desta forma reduzindo a formação da camada limite, já referida anteriormente.

Por outro lado, quando se dobra a pressão transmembrana aplicada nos ensaios de ultrafiltração, obtém-se fluxo médio relativamente menor, em virtude da influência que a pressão exerce na ocorrência do fenômeno de colmatação de membranas. Tal efeito é, no entanto, menos perceptível nos ensaios com uso de membranas de microfiltração, pois o tamanho de poro apresentado por estas membranas é maior.

Os resultados das análises dos sucos de alimentação, permeados e retentados são apresentados nas Tabelas 23 e 24.

Tabela 23. Resultados das análises dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de ultrafiltração, sob temperatura de 40°C, com diferentes combinações de pressão transmembrana e velocidade tangencial (Botucatu, 2003).

	P2V2			P2V4			P4V2			P4V4		
	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.
U	92,43	95,21	92,33	92,43	92,59	92,34	92,49	93,21	92,17	92,49	93,12	92,09
ST	7,57	4,79	7,67	7,57	7,41	7,66	7,51	6,79	7,83	7,51	6,88	7,91
C	0,42	0,33	0,45	0,42	0,34	0,34	0,32	0,36	0,48	0,32	0,34	0,47
AR	2,31	2,47	2,31	2,31	2,62	2,43	2,33	2,31	2,40	2,33	2,37	2,21
AT	0,23	0,18	0,21	0,23	0,14	0,25	0,27	0,20	0,21	0,27	0,22	0,11
PB	*	0,35	0,53	*	0,34	0,44	0,41	0,34	0,48	0,41	0,35	0,43
°Brix	8,10	7,60	8,20	8,10	7,80	8,20	7,90	7,20	8,20	7,90	7,30	8,00
pH	*	4,70	4,50	*	4,60	4,80	5,10	4,90	5,00	5,10	4,90	5,00

*Amostra perdida

Tabela 24. Resultados das análises dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de microfiltração, sob temperatura de 40°C, com diferentes combinações de pressão transmembrana e velocidade tangencial (Botucatu, 2003).

	P2V2			P2V4			P4V2			P4V4		
	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.
U	93,36	93,89	93,21	92,68	93,08	92,35	92,64	93,37	92,41	93,20	93,69	92,91
ST	6,64	6,11	6,79	7,32	6,92	7,65	7,36	6,63	7,59	6,80	6,31	7,09
C	0,34	0,46	0,46	0,41	0,34	0,41	0,43	0,30	0,48	0,37	0,33	0,45
AR	1,75	1,77	1,75	3,29	3,05	3,20	3,35	3,12	3,44	1,79	1,64	1,77
AT	0,14	0,14	0,14	0,14	0,10	0,14	0,14	0,08	0,14	0,18	0,15	0,18
PB	0,69	0,50	0,76	0,74	0,55	0,63	0,55	0,48	0,58	0,54	0,51	0,53
°Brix	7,00	6,60	7,20	7,90	7,50	8,10	7,85	7,20	8,20	7,20	6,70	7,50
pH	5,36	5,35	5,36	5,88	5,89	5,90	5,94	5,91	5,96	5,03	5,01	5,03

Assim como ocorreu para os testes com uso de diferentes temperaturas (Tabelas 16 e 17), nos resultados das análises dos produtos dos testes de combinação de pressão e velocidade, representados nas Tabelas 23 e 24, observa-se de modo geral que dentro de cada um dos testes os resultados obtidos nas análises dos sucos de alimentação, permeados e retentatos apresentaram diferenças relativamente pequenas. Também se percebe o acúmulo de sólidos totais nos retentatos em todos os testes, além de uma tendência geral dos valores de cinzas, proteína bruta e °Brix dos permeados situarem-se abaixo daqueles dos retentatos. Comparando-se os resultados obtidos em cada uma das combinações de pressão e velocidade testadas, observa-se que não houve grandes divergências entre eles, exceto no que se refere aos valores de açúcares redutores, que para as combinações de P2V2 e P4V4 foram semelhantes, porém menores do que aqueles obtidos para as combinações P2V4 e P4V2, também semelhantes entre si.

Como discutido para os testes com diferentes temperaturas (item 4.5.1), as pequenas diferenças observadas dentro de cada combinação de pressão e velocidade, entre os resultados das análises dos sucos de alimentação, permeados e retentatos, sugerem que estes produtos não diferiram entre si de forma expressiva.

A provável explicação para o acúmulo de sólidos totais no retentato também está ligada ao procedimento de retirada de amostra do permeado para análises.

Mais uma vez, no que se refere à tendência dos valores de sólidos totais, cinzas e °Brix do permeado serem menores do que os do retentato, há o reflexo da clarificação do permeado pelo procedimento de filtração, e os menores valores observados para proteína bruta levam à suposição de que a formação da camada limite foi causadora da retenção de material protéico de elevado peso molecular. Pode-se ainda acreditar que as partículas concentradas nos retentatos continham, além de uma parcela orgânica, também uma parcela mineral, composta muito provavelmente por argila que permaneceu aderida às raízes.

Muito embora se observe, para os ensaios de combinações de pressão e velocidade que fizeram uso das membranas de microfiltração, que foram maiores os valores de acidez total no retentato, assim como sucedeu para os testes com diferentes temperaturas (Tabelas 16 e 17); tal comportamento não foi observado para os testes de combinação de pressão e velocidade com uso de membranas de ultrafiltração (Tabela 23). Isto sugere que

poderiam ser fruto do acaso, uma vez que praticamente todos os resultados apontam para a possibilidade de haver reação ácida entre as partículas concentradas nos retentatos.

Por outro lado, os valores de açúcares redutores dos permeados nos presentes ensaios foram inferiores aos dos retentatos e dos sucos de alimentação, diferentemente do que ocorreu para os testes com uso de diferentes temperaturas, podendo-se supor que aquelas diferenças foram realmente fruto do acaso, o que indica que possivelmente não se trata de diferenças significativas.

As semelhanças entre os valores obtidos quando se comparam as combinações de pressão e velocidade, tanto para as membranas de ultra como para as de microfiltração, indicam que os tratamentos não influenciaram os produtos obtidos.

Em razão dos melhores fluxos de permeado, como se pôde observar na Tabela 22, optou-se pela combinação de pressão 2 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s para a continuidade dos trabalhos, tanto com uso de membranas de ultrafiltração, como com o de membranas de microfiltração.

4.5.3 Testes de repetibilidade

Os testes de repetibilidade foram conduzidos com temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s. Embora tenham sido as melhores condições no que diz respeito à operacionalidade do ultrafiltro (temperatura) e à produção de permeado (pressão e velocidade), foram as condições de operação cujos resultados apresentaram maior dificuldade de ajustes de curvas de tendência, como se pode observar na Tabela 25.

Tabela 25. Valores médios de fluxo de permeado e seus R^2 em função das condições de operação do piloto com uso de membranas de 50 kD e 0,14 μm (Botucatu, 2003).

Ensaio	membrana de 50 kD		membrana de 0,14 μm	
	Fluxo (L/h.m ²)	R ²	Fluxo (L/h.m ²)	R ²
T20	20,12	0,9838	33,16	0,8792
T40	41,18	0,5130	53,00	0,9160
T60	53,62	0,9926	86,81	0,7114
T80	84,04	0,8678	125,62	0,7315
P2V2	41,18	0,5499	53,00	0,9160
P2V4	92,07	0,2234	151,29	0,4637
P4V2	32,30	0,9962	57,77	0,7906
P4V4	80,23	0,8501	141,20	0,4739

Os dados de fluxo de permeado, obtidos nos testes de repetibilidade com uso das membranas de ultra e microfiltração encontram-se nas Tabelas 26 e 27, respectivamente. Nas Tabelas 27 e 28, é possível verificar a variabilidade dos resultados de fluxo médio de permeado, obtidos nos diferentes ensaios.

Tabela 26. Fluxo de permeado dos testes de repetibilidade com suco de yacon ultrafiltrado em membrana de 50 kD, na temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s (Botucatu, 2003).

Tempo (min)	Fluxo (L/h.m ²)		
	Repetição 1	Repetição 2	Repetição 3
0 – 2	94,38	95,86	90,16
10 – 12	93,83	95,31	93,84
20 – 22	89,98	94,39	94,02
30 – 32	93,10	94,76	92,18
40 – 42	94,20	94,76	90,89
50 – 52	91,81	95,68	92,00
60 – 62	92,91	93,10	90,16
70 – 72	91,08	95,12	92,73
80 – 82	92,91	93,84	93,84
90 – 92	92,36	94,39	92,55
100 – 102	92,55	94,02	93,28
110 – 112	91,63	93,65	94,20
120 – 122	90,90	93,84	92,00

Tabela 27. Fluxo de permeado dos testes de repetibilidade com suco de yacon microfiltrado em membrana de 0,14 µm, na temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s (Botucatu, 2003).

Tempo (min)	Fluxo (L/h.m ²)		
	Repetição 1	Repetição 2	Repetição 3
0 – 2	152,21	154,96	143,04
10 – 12	151,29	154,04	141,20
20 – 22	151,29	154,04	139,37
30 – 32	151,29	154,04	139,37
40 – 42	151,29	154,04	139,37
50 – 52	151,29	154,04	139,37
60 – 62	151,29	154,04	140,29
70 – 72	151,29	154,04	139,37
80 – 82	151,29	154,04	139,37
90 – 92	151,29	153,12	139,37
100 – 102	151,29	154,04	139,37
110 – 112	151,29	154,04	139,37
120 – 122	151,29	154,04	139,37

Tabela 28. Variabilidade de resultados de fluxo médio de permeado de suco de yacon ultrafiltrado em membrana de 50 kD, na temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s (Botucatu, 2003).

	Fluxo (L/h.m ²)			Média	DP	CV(%)
	Repetição 1	Repetição 2	Repetição 3			
Média	92,07	93,95	93,17	93,06	0,94	1,01
DP	0,80	0,28	0,90			
CV(%)	0,87	0,30	0,97			

DP: desvio padrão

CV(%): coeficiente de variação

Tabela 29. Variabilidade de resultados de fluxo médio de permeado de suco de yacon microfiltrado em membrana de 0,14 µm, na temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s (Botucatu, 2003).

	Fluxo (L/h.m ²)			Média	DP	CV(%)
	Repetição 1	Repetição 2	Repetição 3			
Média	151,29	153,86	139,37	148,17	7,73	5,22
DP	0,00	0,41	0,00			
CV(%)	0,00	0,27	0,00			

DP: desvio padrão

CV(%): coeficiente de variação

Quando se observa as Tabelas 27 e 29, verifica-se que foi baixa a variabilidade de resultados de fluxo médio de permeado entre todas as repetições para a ultrafiltração e a microfiltração. No entanto, a variabilidade de resultados entre as repetições com uso das membranas de microfiltração foi um pouco maior em relação à ultrafiltração.

A baixa variabilidade de resultados de fluxo médio de permeado entre as repetições, e dentro delas, permite inferir que tais condições podem ser reproduzidas sem quaisquer problemas.

Apenas um valor de fluxo médio, observado na repetição 3 com uso das membranas de microfiltração (Tabela 29), foi o causador da maior variabilidade de resultados; o que leva a crer que, ao início desta repetição, as condições de permeabilidade das membranas não estivessem tão próximas às condições das demais repetições, ocasionando a variação. Tais condições de permeabilidade podem ter sido afetadas por limpeza insuficiente, ou mesmo pela desidratação das membranas, em função do desuso por algum tempo, embora se mantivessem dentro dos limites estipulados no item 4.3.

As Figuras 21 e 22 representam graficamente os fluxos de permeado obtidos durante os testes de repetibilidade com uso de membranas de ultra e microfiltração, respectivamente.

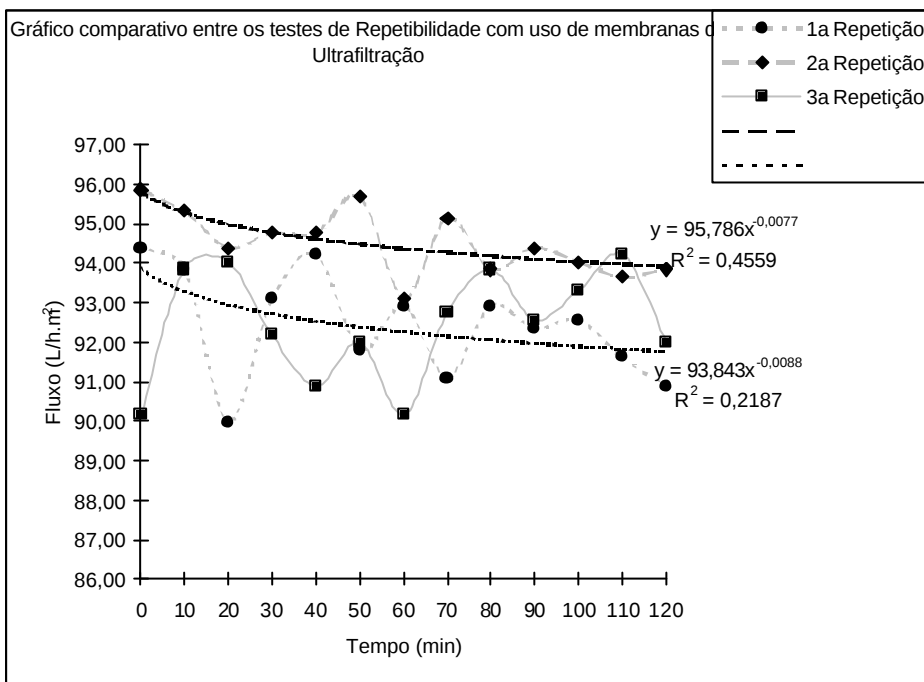


Figura 21. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado em membrana de 50 kD, na temperatura de 40°C, velocidade tangencial de 4,0 m/s e pressão transmembrana de 2,0 bar (Repetições 1, 2 e 3) (Botucatu, 2003).

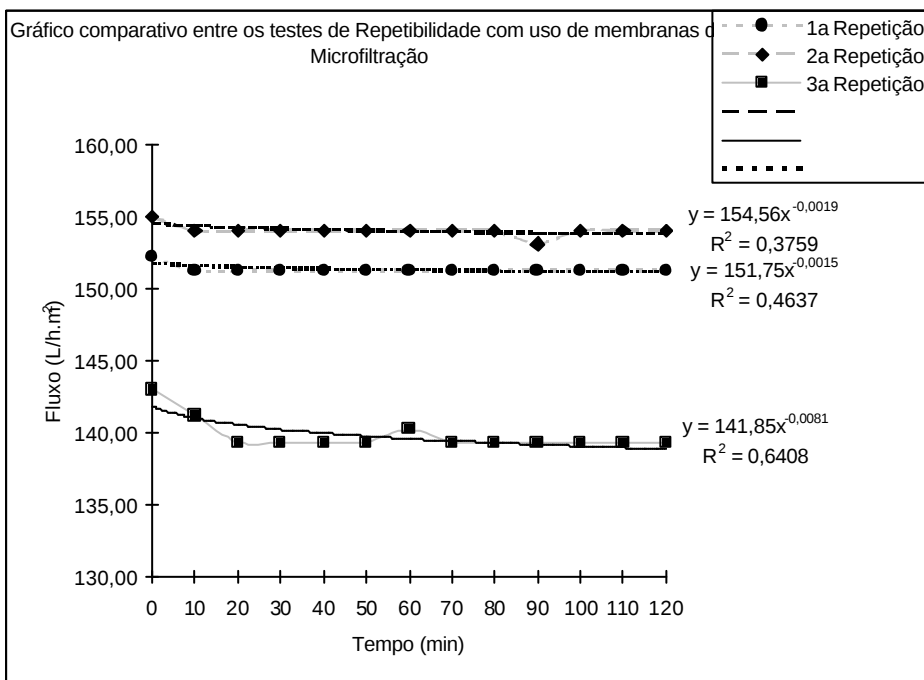


Figura 22. Fluxo de permeado de suco de yacon filtrado em membrana de 0,14 µm, na temperatura de 40°C, velocidade tangencial de 4,0 m/s e pressão transmembrana de 2,0 bar (Repetições 1, 2 e 3) (Botucatu, 2003).

Nas Figuras 21 e 22 pode-se observar a dificuldade de ajuste de curvas de tendência às curvas de fluxo de permeado obtido em função do tempo, tanto para as repetições que fizeram uso das membranas de ultrafiltração quanto para as que fizeram uso das membranas de microfiltração, respectivamente. Esta dificuldade reflete-se nos valores de R^2 e, ainda, no caso da Repetição 3 com uso das membranas de ultrafiltração (Figura 21) na impossibilidade de se ajustar qualquer curva de tendência.

Como se observou anteriormente, houve baixa variabilidade de resultados de fluxo, o que indica que não há relação entre a dificuldade de ajuste de curvas de tendência e a variabilidade de resultados.

As Tabelas 30 e 34 apresentam os resultados das análises feitas para cada uma das repetições. Também foram detalhadas as variabilidades dos resultados de análises obtidos para as repetições com uso das membranas de ultrafiltração (Tabelas 31 a 33) e de microfiltração (Tabelas 35 a 37).

Tabela 30. Resultados das análises dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de ultrafiltração, sob temperatura de 40°C, com pressão transmembrana de 2 bar e velocidade tangencial de 4 m/s (Repetições 1, 2 e 3) (Botucatu, 2003).

Parâmetro	Repetição 1			Repetição 2			Repetição 3		
	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.
Umidade (%)	92,43	92,59	92,34	92,94	93,23	92,02	92,94	92,31	92,78
Sólidos Totais (%)	7,57	7,41	7,66	7,06	6,77	7,98	7,06	7,69	7,22
Cinzas (%)	0,42	0,34	0,34	0,37	0,30	0,54	0,37	0,33	0,33
AR (g.glicose/100 mL)	2,31	2,62	2,43	2,71	2,55	1,58	2,71	2,27	2,66
AT (g.ác.lático/100 mL)	0,23	0,14	0,25	0,27	0,33	0,21	0,27	0,30	0,29
Proteína bruta (%)	*	0,34	0,44	0,43	0,33	0,43	0,43	0,36	0,42
°Brix	8,10	7,80	8,20	7,60	7,40	7,70	7,60	7,40	7,60
PH	*	4,60	4,80	5,40	4,90	4,80	5,40	4,50	4,60

*Amostra perdida

Tabela 31. Variabilidade dos resultados das análises de suco de alimentação durante os ensaios de repetibilidade dos testes de ultrafiltração (Botucatu, 2003).

Análises	Repetição 1	Repetição 2	Repetição 3	Média	DP	CV(%)
U (%)	92,43	92,94	-	92,69	0,36	0,39
ST (%)	7,57	7,06	-	7,32	0,36	4,93
Cinzas (%)	0,42	0,37	-	0,40	0,04	8,95
AR (%)	2,31	2,71	-	2,51	0,01	0,61
AT (%)	0,23	0,27	-	0,25	0,03	11,31
PB (%)	*	0,43	-	0,43	-	-
°Brix	8,1	7,6	-	7,85	0,35	4,50
pH	*	5,4	-	-	-	-

*Amostra perdida.

Observação: as repetições 2 e 3 fizeram uso do mesmo suco de alimentação.

Tabela 32. Variabilidade dos resultados das análises de permeado durante os ensaios de repetibilidade dos testes de ultrafiltração (Botucatu, 2003).

Análises	Repetição 1	Repetição 2	Repetição 3	Média	DP	CV(%)
U (%)	92,59	93,23	92,31	92,71	0,47	0,51
ST (%)	7,42	6,77	7,69	7,29	0,47	6,44
Cinzas (%)	0,34	0,30	0,33	0,32	0,02	6,25
AR (%)	2,62	2,55	2,27	2,48	0,19	7,47
AT (%)	0,16	0,33	0,30	0,26	0,09	34,46
PB (%)	0,34	0,33	0,36	0,34	0,01	4,45
°Brix	7,8	7,4	7,4	7,5	0,23	3,07
pH	4,60	4,90	4,50	4,7	0,21	4,47

Tabela 33. Variabilidade dos resultados das análises de retentado durante os ensaios de repetibilidade dos testes de ultrafiltração (Botucatu, 2003).

Análises	Repetição 1	Repetição 2	Repetição 3	Média	DP	CV(%)
U (%)	92,34	92,02	92,78	92,38	0,38	0,41
ST (%)	7,66	7,98	7,22	7,62	0,38	4,99
Cinzas (%)	0,34	0,54	0,33	0,40	0,12	30,00
AR (%)	2,43	1,58	2,66	2,22	0,57	25,59
AT (%)	0,25	0,21	0,29	0,25	0,04	16,00
PB (%)	0,44	0,43	0,42	0,43	0,01	2,33
°Brix	8,2	7,7	7,6	7,8	0,32	4,10
pH	4,80	4,80	4,60	4,73	0,11	2,33

Tabela 34. Resultados das análises dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de microfiltração, sob temperatura de 40°C, com pressão transmembrana de 2 bar e velocidade tangencial de 4 m/s (Repetições 1, 2 e 3) (Botucatu, 2003).

Parâmetro	Repetição 1			Repetição 2			Repetição 3		
	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.
Umidade (%)	92,68	93,08	92,35	93,02	93,29	92,79	92,96	93,52	92,76
Sólidos Totais (%)	7,32	6,92	7,65	6,98	6,71	7,21	7,04	6,48	7,24
Cinzas (%)	0,41	0,34	0,41	0,42	0,48	0,46	0,42	0,34	0,45
AR (g.glicose/100 mL)	3,29	3,05	3,20	1,59	1,72	1,73	1,79	1,61	1,67
AT (g.ác.láctico/100 mL)	0,14	0,10	0,14	0,17	0,17	0,20	0,17	0,16	0,18
Proteína bruta (%)	0,74	0,55	0,63	0,53	0,45	0,60	0,44	0,40	0,50
°Brix	7,90	7,50	8,10	7,30	7,00	7,50	7,30	6,90	7,40
pH	5,88	5,89	5,90	4,97	4,98	4,97	4,95	4,96	4,97

Tabela 35. Variabilidade dos resultados das análises de suco de alimentação durante os ensaios de repetibilidade dos testes de microfiltração (Botucatu, 2003).

Análises	Repetição 1	Repetição 2	Repetição 3	Média	DP	CV(%)
U (%)	92,68	93,02	92,96	92,89	0,18	0,20
ST (%)	7,32	6,98	7,04	7,11	0,18	2,55
Cinzas (%)	0,41	0,42	0,42	0,42	0,01	1,39
AR (%)	3,29	1,59	1,79	2,22	0,93	41,79
AT (%)	0,14	0,17	0,17	0,16	0,02	10,82
PB (%)	0,74	0,53	0,44	0,57	0,15	27,01
°Brix	7,90	7,30	7,30	7,50	0,35	4,62
pH	5,88	4,97	4,95	5,27	0,53	10,09

Tabela 36. Variabilidade dos resultados das análises de permeado durante os ensaios de repetibilidade dos testes de microfiltração (Botucatu, 2003).

Análises	Repetição 1	Repetição 2	Repetição 3	Média	DP	CV(%)
U (%)	93,08	93,29	93,52	93,30	0,22	0,24
ST (%)	6,92	6,71	6,48	6,70	0,22	3,28
Cinzas (%)	0,34	0,48	0,34	0,39	0,08	20,90
AR (%)	3,05	1,72	1,61	2,13	0,80	37,69
AT (%)	0,10	0,17	0,16	0,14	0,04	26,41
PB (%)	0,55	0,45	0,40	0,47	0,08	16,37
°Brix	7,50	7,00	6,90	7,13	0,32	4,51
pH	5,89	4,98	4,96	5,28	0,53	10,07

Tabela 37. Variabilidade dos resultados das análises de retentato durante os ensaios de repetibilidade dos testes de microfiltração (Botucatu, 2003).

Análises	Repetição 1	Repetição 2	Repetição 3	Média	DP	CV(%)
U (%)	92,35	92,79	92,76	92,63	0,25	0,26
ST (%)	7,65	7,21	7,24	7,37	0,25	3,34
Cinzas (%)	0,41	0,46	0,45	0,44	0,03	6,01
AR (%)	3,20	1,73	1,67	2,20	0,87	39,39
AT (%)	0,14	0,20	0,18	0,17	0,03	17,62
PB (%)	0,63	0,60	0,50	0,58	0,07	11,80
°Brix	8,10	7,50	7,40	7,67	0,38	4,94
pH	5,90	4,97	4,97	5,28	0,54	10,17

Na Tabela 38, verifica-se a média dos coeficientes de variação das análises realizadas nos sucos de alimentação, permeados e retentatos dos ensaios de repetibilidade feitos para as membranas de ultra e microfiltração; desta forma facilitando a compreensão dos resultados observados anteriormente.

Tabela 38. Coeficiente de variação das análises químicas realizadas nos sucos de alimentação, permeados e retentatos, durante os ensaios de repetibilidade dos testes de ultrafiltração e microfiltração (Botucatu, 2003).

Análise	Coeficiente de variação (%)							
	Suco	membrana de 50 kD			Suco	membrana de 0,14 µm		
		Permeado	Retentato	Média		Permeado	Retentato	Média
Umidade (%)	0,39	0,51	0,41	0,44	0,20	0,24	0,26	0,23
Sólidos totais (%)	4,93	6,44	4,99	5,45	2,55	3,28	3,34	3,06
Cinzas (%)	8,95	6,25	30,00	15,01	1,39	20,90	6,01	9,43
AR (%)	0,61	7,47	25,59	11,22	41,79	37,69	39,39	39,62
Acidez total (%)	11,31	34,46	16,00	20,59	10,82	26,41	17,62	18,28
Proteína bruta (%)	*	4,45	2,33	3,39	27,01	16,37	11,80	18,39
°Brix	4,50	3,07	4,10	3,89	4,62	4,51	4,94	4,69
pH	*	4,47	2,33	3,40	10,09	10,07	10,17	10,11

*Amostra perdida

Através da análise dos coeficientes de variação médios apresentados na Tabela 38, nota-se que estes foram mais altos para as análises de cinzas, açúcares redutores e acidez total para os testes de repetibilidade feitos com uso das membranas de ultrafiltração; e para as análises de açúcares redutores, acidez total e proteína bruta nos testes que fizeram uso das membranas de microfiltração

As análises de açúcares redutores, acidez total e proteína bruta fazem uso do método químico, mais sujeito a erro analítico, o que se constitui na provável explicação para a incidência dos maiores coeficientes de variação médios para estas análises, sendo estes coeficientes afetados ainda pelo processo químico de branqueamento das raízes e pela pequena concentração dos retentados ocorrida em função da retirada de amostras de permeado. Por outro lado, as análises de umidade, sólidos totais, °Brix (densidade) e pH (diferença de potencial elétrico), que fazem uso do método físico, resultaram em menores coeficientes de variação médios. No entanto, o coeficiente de variação médio das análises de cinzas (que faz uso do método físico) para os ensaios de repetibilidade que fizeram uso das membranas de ultrafiltração foi relativamente alto, o que pode ser explicado pela ocorrência de algum problema na execução de apenas uma análise, uma vez que apenas o resultado obtido na análise do retentado da Repetição 2 é o causador da discrepância observada entre os valores, conforme se pode observar na Tabela 33.

4.5.4 Fator de Redução Volumétrica – FRV

Em escala industrial ocorre a concentração de sólidos no retentado, em função da retirada do permeado. Por este motivo, foram realizados ensaios com FRV crescente (até 6) e as melhores condições avaliadas de temperatura (40°C), pressão transmembrana (2,0 bar) e velocidade tangencial (4,0 m/s); para que se pudesse comparar o comportamento do fluxo do permeado em função de tal concentração. As Tabelas 39 e 40 mostram os parâmetros usados e os resultados obtidos nesses ensaios e as Figuras 23 e 24 exibem as curvas de tendência que relacionam o fluxo de permeado com o FRV.

Tabela 39. Fluxo de permeado de suco de yacon ultrafiltrado em membrana de 50kD, na temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s, em função do FRV (Botucatu, 2003).

Tempo (min)	Tempo (hora)	ΔT (hora)	Volume (Litro)	Fluxo (L/h.m ²)	Σ Volume (Litro)	FRV	PTM (bar)	Temp (°C)
4	0,067	0,067	1,000	94,74	1,0	1,28	2	40
8	0,133	0,067	1,000	94,74	2,0	1,56	2	40
13	0,217	0,083	1,000	75,79	3,0	1,83	2	40
17	0,283	0,067	1,000	94,74	4,0	2,11	2	40
21	0,350	0,067	1,000	94,74	5,0	2,39	2	40
26	0,433	0,083	1,000	75,79	6,0	2,67	2	40
31	0,517	0,083	1,000	75,79	7,0	2,94	2	40
36	0,600	0,083	1,000	75,79	8,0	3,22	2	40
41	0,683	0,083	1,000	75,79	9,0	3,50	2	40
46	0,767	0,083	1,000	75,79	10,0	3,78	2	40
51	0,850	0,083	1,000	75,79	11,0	4,06	2	40
57	0,950	0,100	1,000	63,16	12,0	4,33	2	40
62	1,033	0,083	1,000	75,79	13,0	4,61	2	40
68	1,133	0,100	1,000	63,16	14,0	4,89	2	40
74	1,233	0,100	1,000	63,16	15,0	5,17	2	40
80	1,333	0,100	1,000	63,16	16,0	5,44	2	40
86	1,433	0,100	1,000	63,16	17,0	5,72	2	40
92	1,533	0,100	1,000	63,16	18,0	6,00	2	40

Tabela 40. Fluxo de permeado de suco de yacon microfiltrado em membrana de 0,14 μ m, na temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s, em função do FRV (Botucatu, 2003).

Tempo	Σ Tempo (hora)	ΔT (hora)	Volume (Litro)	Fluxo (L/h.m ²)	Σ Volume (Litro)	FRV	PTM (bar)	Temp (°C)
2'29"	0,041	0,041	1,000	152,59	1,00	1,28	2	40
5'3"	0,084	0,043	1,000	147,64	2,00	1,56	2	40
7'43"	0,129	0,044	1,000	142,10	3,00	1,83	2	40
10'26"	0,174	0,045	1,000	139,49	4,00	2,11	2	40
13'10"	0,219	0,046	1,000	138,64	5,00	2,39	2	40
15'56"	0,266	0,046	1,000	136,97	6,00	2,67	2	40
18'46"	0,313	0,047	1,000	133,74	7,00	2,94	2	40
21'41"	0,361	0,049	1,000	129,92	8,00	3,22	2	40
24'42"	0,412	0,050	1,000	125,62	9,00	3,50	2	40
27'46"	0,463	0,051	1,000	123,57	10,00	3,78	2	40
30'55"	0,515	0,052	1,000	120,30	11,00	4,06	2	40
34'9"	0,569	0,054	1,000	117,20	12,00	4,33	2	40
37'24"	0,623	0,054	1,000	116,60	13,00	4,61	2	40
40'46"	0,679	0,056	1,000	112,56	14,00	4,89	2	40
44'15"	0,738	0,058	1,000	108,79	15,00	5,17	2	40
47'47"	0,796	0,059	1,000	107,25	16,00	5,44	2	40
51'20"	0,856	0,059	1,000	106,74	17,00	5,72	2	40
54'54"	0,915	0,059	1,000	106,25	18,00	6,00	2	40

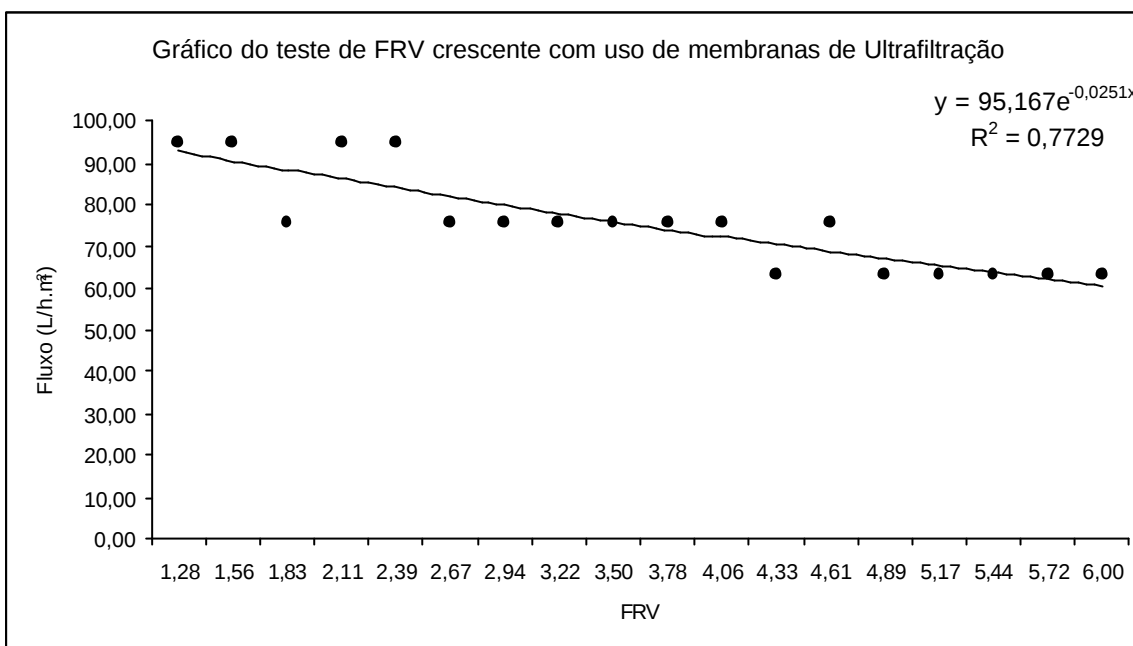


Figura 23. Fluxo de permeado de suco de yacon ultrafiltrado em membrana de 50kD, na temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s, em função do FRV (Botucatu, 2003).

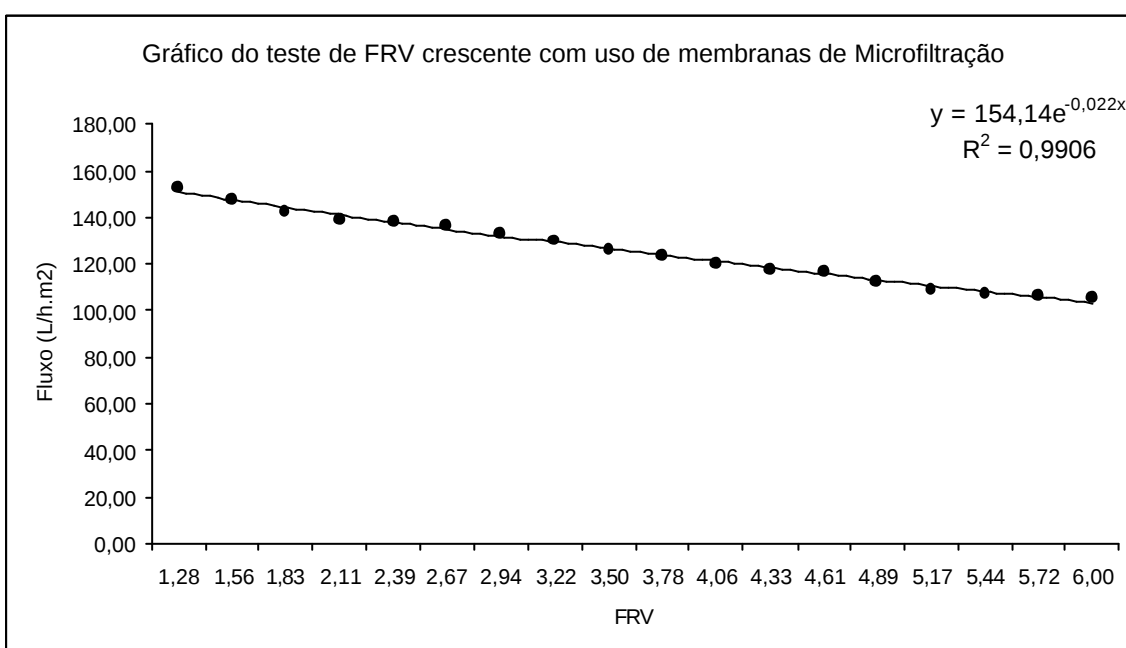


Figura 24. Fluxo de permeado de suco de yacon microfiltrado em membrana de 0,14 µm, na temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar e velocidade tangencial de 4,0 m/s, em função do FRV (Botucatu, 2003).

Ao se observar as Tabelas 39 e 40 e as Figuras 23 e 24, nota-se a queda de cerca de 31 a 33% do fluxo de permeado em função do aumento do FRV (até 6), para os ensaios que fizeram uso das membranas de micro e ultrafiltração, respectivamente.

Tal tendência é explicada pelo fato de que, com o aumento da concentração de partículas que não atravessam as membranas no retentato, a viscosidade do fluido tende a aumentar, o que resulta em redução do fluxo conforme previsto na Lei de Darcy, discutida anteriormente (item 4.5.1). Também ocorreu um incremento na tendência de ocorrência do fenômeno de colmatação, que resultou em aumento na seletividade da membrana e, portanto, em redução do fluxo.

A diferença observada entre os aspectos das curvas relativas ao teste com uso de membranas de ultra e microfiltração, deve-se ao fato de que, quando se fez uso de membranas de ultrafiltração, o registro do tempo foi feito desprezando-se os segundos; enquanto que para o teste com uso de membranas de microfiltração os segundos foram levados em consideração.

Na Tabela 41 encontram-se os resultados das análises feitas aos produtos obtidos nos testes com uso de FRV crescente e membranas de ultra e microfiltração.

Tabela 41. Análises do suco de alimentação, permeado e retentato oriundos da filtração em membranas de 50 kD e 0,14 μ m sob temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar, velocidade tangencial de 4,0 m/s e FRV 6 (Botucatu, 2003).

Parâmetros	membrana de 50 kD			membrana de 0,14 μ m		
	Suco	Perm	Ret.	Suco	Perm	Ret.
Umidade (%)	93,43	93,71	92,90	92,97	93,22	91,98
Sólidos totais (%)	6,57	6,29	7,10	7,03	6,78	8,02
Cinzas (%)	0,31	0,30	0,44	0,43	0,40	0,57
Açúcares redutores (%)	1,03	2,04	2,02	1,94	1,85	1,88
Acidez total (g ac.lático/100 mL)	0,18	0,32	0,35	0,18	0,17	0,23
Proteína bruta (%)	0,41	0,34	0,60	0,53	0,51	0,73
Teor de extrato (°Brix)	7,50	7,30	7,90	7,10	7,00	7,70
pH	5,09	5,04	5,05	5,23	4,80	5,23

Observando na Tabela 41 os valores das análises dos sucos de alimentação, permeados e retentatos dentro de cada um dos testes de FRV, nota-se que não houve elevações expressivas nos teores de sólidos totais, cinzas e proteína bruta dos retentatos. Da mesma forma, os valores entre os testes de FRV com uso de membranas de ultrafiltração e de microfiltração também se mantiveram próximos. Mais uma vez, observou-se a ocorrência

de acúmulo de sólidos totais, e também dos maiores valores de acidez total no retentato em todos os testes, além de uma tendência geral dos valores de cinzas, proteína bruta e °Brix dos permeados situarem-se abaixo daqueles dos retentatos. Também os valores de pH dos permeados e retentatos não apresentaram grande alteração em relação àqueles dos sucos de alimentação.

O pequeno acúmulo de sólidos totais, cinzas e proteína bruta nos retentatos indica que apenas uma pequena parcela desses componentes era constituída por sólidos insolúveis, que não atravessaram as membranas.

Por outro lado, o acúmulo de sólidos totais e os maiores valores de acidez total nos retentatos, bem como a tendência dos valores de cinzas, proteína bruta e °Brix dos permeados serem menores do que os dos retentatos, e mesmo as pequenas alterações dos valores de pH dos retentatos e permeados em relação aos dos sucos de alimentação, vêm corroborar os resultados obtidos anteriormente, nos demais ensaios do presente trabalho.

Na Tabela 42 estão representadas as composições relativas de carboidratos, analisadas para os produtos oriundos dos ensaios com aplicação de FRV igual a 6 e uso de membranas de ultra e microfiltração.

Tabela 42. Composição relativa de carboidratos dos produtos obtidos durante os testes com uso de membrana de ultra e microfiltração sob temperatura de 40°C, com pressão transmembrana de 2 bar, velocidade tangencial de 4 m/s e FRV 6 (Botucatu, 2003).

	membrana de 50 kD			membrana de 0,14 µm		
	Suco de alimentação	Permeado	Retentato	Suco de alimentação	Permeado	Retentato.
Frutanos	60,58	70,10	66,77	66,83	63,67	67,64
Sacarose	15,36	15,68	9,08	15,83	15,18	15,60
Glicose	9,30	2,60	9,93	8,61	9,05	8,13
Frutose	14,75	11,62	14,21	8,73	12,10	8,63
Total	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Observando-se a Tabela 42, pode-se notar que dentro de cada um dos testes de FRV os resultados obtidos para frutanos nas análises dos sucos de alimentação, permeados e retentatos apresentam diferenças relativamente pequenas, tendo se mantido entre 60 e 70% para ambos os ensaios.

As pequenas diferenças entre os valores de composição relativa de frutanos obtidos para os sucos de alimentação, permeados e retentatos resultantes dos testes

com uso de FRV crescente e membranas de ultra e microfiltração indicam, mais uma vez (como discutido no item 4.5.1 - Tabelas 18 e 19) que não ocorreu separação entre os frutanos e os demais carboidratos contidos nos sucos de alimentação em virtude da filtração tangencial. Tal resultado já havia sido observado anteriormente por Combes (1998), quando utilizou yacon como matéria-prima para produção de xarope de frutanos e de frutose com utilização de técnicas de ultrafiltração. Na ocasião, todos os xaropes obtidos apresentaram composição mista, isto é, constituíram-se de frutanos e de frutose.

As semelhanças entre os valores de frutanos obtidos para os testes com uso de membranas de ultra e microfiltração, indicam que o diâmetro dos poros das membranas também não interferiu na composição de carboidratos dos produtos oriundos da filtração tangencial.

4.5.5 Produção do xarope

Os xaropes foram produzidos concentrando-se, em evaporador rotativo, os permeados obtidos nos testes de FRV de ultrafiltração e microfiltração do suco de yacon, relatados no item 4.5.4.

A Tabela 43 mostra os resultados das análises dos xaropes. O permeado obtido no teste com uso das membranas de ultrafiltração foi concentrado de 7,3 a 81,0 °Brix, enquanto que o obtido no teste com uso de membranas de microfiltração foi concentrado de 7,0 a 74,5 °Brix.

Tabela 43. Análises dos xaropes obtidos da concentração dos permeados oriundos da filtração em membranas de 50 kD e 0,14 µm sob temperatura de 40°C, pressão transmembrana de 2,0 bar, velocidade tangencial de 4,0 m/s e FRV 6 (Botucatu, 2003).

Parâmetros	membrana de 50 kD	membrana de 0,14 µm
Umidade (%)	23,48	29,40
Sólidos totais (%)	76,52	70,60
Cinzas (%)	3,40	3,13
Açúcares redutores (%)	26,38	22,73
Acidez total (g ac.láctico/100 mL)	0,17	0,22
Sólidos solúveis (°Brix)	81,00	74,5
PH	5,08*	4,63**
Viscosidade	8086	1489

*Determinado em solução de melaço 8,10 °Brix

**Determinado em solução de melaço 7,45 °Brix

A concentração final dos permeados atingiu cerca de 10 vezes o valor da sua concentração inicial. Observa-se na Tabela 43 que os valores de sólidos solúveis, sólidos totais, cinzas e açúcares redutores apresentaram o aumento esperado de cerca de 10 vezes o seu valor inicial. No entanto, os valores de sólidos solúveis foram superiores aos de sólidos totais. Os valores de pH mantiveram-se estáveis e os de acidez total não aumentaram.

O fato de os valores de sólidos solúveis (°Brix) terem sido superiores aos de sólidos totais pode ser explicado em virtude do fato de a leitura de sólidos solúveis em °Brix ser aparente e a de sólidos totais, real.

A manutenção dos valores de acidez total próximos àqueles dos permeados indica que uma parcela considerável de seus componentes apresentava natureza volátil, sendo perdida durante a concentração do permeado.

Na Tabela 44 faz-se uma comparação entre as composições relativas de açúcares dos permeados obtidos nos ensaios com aplicação de FRV crescente e uso de membranas de ultra e microfiltração, e de seus respectivos xaropes.

Tabela 44. Composição relativa de carboidratos dos xaropes e de seus permeados de origem oriundos da filtração em membranas de 50 kD e 0,14 μ m (Botucatu, 2003).

	membrana de 50 kD		membrana de 0,14 μ m	
	Xarope	Permeado	Xarope	Permeado
Frutanos	70,37	71,40	74,38	75,55
Sacarose	11,24	12,53	7,32	7,79
Glicose	10,07	8,50	11,08	9,97
Frutose	8,32	7,57	7,22	6,69
Total	100,00	100,00	100,00	100,00

Na Tabela 44 pode-se observar que as concentrações de frutanos dos xaropes mantiveram-se semelhantes às dos permeados, tanto no que diz respeito ao xarope oriundo dos testes com uso de membranas de ultrafiltração, quanto para aquele que resultou do ensaio com uso das membranas de microfiltração.

A ausência de diferenças expressivas no conteúdo de frutanos dentro dos testes, ou entre eles, indica que não ocorreu hidrólise durante a fase de produção do xarope, independentemente do tipo de membrana testada.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

✓ O suco de yacon oriundo da extração de raízes não submetidas ao processo de branqueamento apresentou escurecimento enzimático, resultando em permeado e retentato mais escuros em relação aos produtos obtidos de processos que fizeram uso do branqueamento;

✓ Aumentando-se a temperatura, o tamanho de poro da membrana e a velocidade tangencial, incrementou-se o fluxo médio de permeado;

✓ O aumento da pressão transmembrana resultou em queda no fluxo de permeado para as membranas de ultrafiltração, enquanto que para as membranas de microfiltração a queda de fluxo foi pouco representativa ou mesmo não ocorreu;

✓ A melhor combinação de pressão e velocidade para fluxo de permeado foi de 2 bar e 4 m/s nos dois tipos de membranas;

✓ O uso de diferentes combinações de temperatura, pressão transmembrana e velocidade tangencial não interferiu de forma representativa na composição química dos permeados e retentatos, em relação aos sucos de alimentação.

✓ Os testes de repetibilidade indicaram que as condições de temperatura, pressão e velocidade utilizadas podem ser reproduzidas sem afetar de forma significativa o fluxo de permeado;

✓ Os fluxos de permeado foram reduzidos em cerca de 30% em todos os testes com aplicação de FRV crescente (até 6);

- ✓ A composição relativa de frutanos não sofreu influência da concentração a que foram submetidos os permeados para obtenção dos xaropes;
- ✓ A ultrafiltração e a microfiltração promoveram a clarificação do permeado;
- ✓ Os xaropes obtidos foram ricos em frutanos;
- ✓ Para a continuidade dos trabalhos sugere-se que sejam feitas pesquisas levando em consideração a utilização de diferentes combinações de massas de água de branqueamento e de raízes de yacon. Outros trabalhos poderiam utilizar membranas de filtração tangencial com menor tamanho de poro, buscando obter xaropes de frutanos a partir de raízes de yacon. Sugere-se, ainda, que sejam feitos estudos sobre o potencial de obtenção de frutanos a partir de rizóforos de yacon.

6. CONCLUSÕES

Os processos de ultrafiltração e microfiltração promoveram a clarificação do suco de yacon;

Os xaropes obtidos foram ricos em frutanos, indicando que o branqueamento foi eficaz na inativação enzimática;

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABELYAN,V.A.; MANUKYAN, L.S.; AFRIKYAN,E.G. Production of fructose-glucose syrup from inulin-containing material by hydrolysis with immobilized yeast cells. *Prikladnaya Biokhimiya i Mikrobiologiya*, v.34, n.5, p.544-548, sept-oct 1998. (Abstract)

AURAND, L.W.; WOODS, A.E.; WELLS, M.R. Enzymes. In:___ *Food Composition and Analysis*. New York : Van Nostrand Reinhold, 1987, p. 283-348.

AVIGAD, G.; DEY, P.M. Carbohydrate metabolism: storage carbohydrates. In: DEY, P.M.; HARBORNE, J.B. (Ed.). *Plant biochemistry*. Londres: Academic Press, 1997. p. 143-204.

BOBBIO, F.O.; BOBBIO, P.A. Enzimas. In: ___*Introdução à Química de Alimentos*. Campinas-SP: Vieira Gráfica e Editora Ltda., [19--]. p.143-167.

BOBROVNIK, L.D.; GULYI, I.S.; EFIMOV, A.S.; REMESLO, N.V.; LEZENKO, G.A.; KUPCHIK, L.A.; FEDORENCHENKO, L.A.; MEL'-NIK, I.M.; SKROBONSKAYA, N.A.; KTIPP. Method of obtaining fructose syrup from inulin-containing raw material. *USSR Patent* [S.l.]: USSR Patent, 1988. (Abstract).

BRENNAN, J.G. Separación por membrana - ultrafiltración y osmosis inversa. In: BRENNAN, J.G.; BUTTERS, J.R.; COWELL, N.D.; LILLY, A. E.: *Las operaciones de la ingeniería de los alimentos*. Zaragoza: Acribia, 1980. p.141-154.

- CHANG, J.S.; TSAI, L.J.; VIGNESWARAN, S. Experimental investigation of the effect of particle size distribution of suspended particles on microfiltration. *Water Science and Technology*, v.34, n. 9, p 133-140, 1996.
- CHERYAN, M. *Ultrafiltration handbook*. Pennsylvania: Technomic Publishing Company, Inc., 1986.
- CHIAMPO, F.; CONTI, R. Hydrodynamics of fruit pulp ultrafiltration. *Journal of Food Engineering*. v. 40, n. 3, p. 173-180, 1999.
- COMBES, M. *Etude de la production d'un sirop de fructanes et d'un sirop de fructose par ultrafiltration a partir du yacon (Polymnia sonchifolia)*. Montpellier: Institut des Sciences de l'Ingenieur de Montpellier, 1998. (Relatório de estágio).
- DZIEDZIC, S.Z.; KEARSLEY, M.W. Physico-chemical properties of glucose syrups. In: ____ (ed.) *Glucose Syrups*. Essex: British Library Cataloguing in Publication Data, Elsevier Applied Science Publishers Ltd., 1984. p. 1-7.
- EVANGELISTA, J. *Tecnologia de alimentos*. Rio de Janeiro: Livraria Atheneu Editora, 1992.
- EVANGELISTA, J. Alterações de Alimentos. In: ____ *Tecnologia de Alimentos*. São Paulo: Editora Atheneu, 2000a. p. 191-242.
- EVANGELISTA, J. Microrganismos e enzimas de utilidade na indústria de alimentos. In: ____ *Tecnologia de Alimentos*. São Paulo, Editora Atheneu, 2000b. p. 245-276.
- FELLOWS, P. Concentración por membranas. In: ____: *Tecnología del procesado de los alimentos: principios y prácticas*. Zaragoza: Acribia, 1994. p.141-152.
- RUOHOMÄKI, K.; NISTRÖM, M. Fouling of ceramic capillary filters. *Filtration & Separation*, p. 51-57, jan-feb/2000.

FUKAI, K.; MIYAZAKI, S.; NANJO, F.; HARA, Y. Distribution of carbohydrates and related enzymes activities in yacon (*Polymnia sonchifolia*). *Soil Science and Plant Nutrition*, v. 39, n. 3, p. 567-571, 1993.

FUKAI, K.; OHNOS, S.; GOTO, K.; NANJO, F.; HARA, Y.. Seasonal fluctuations in fructan content and related enzyme activities in yacon (*Polymnia sonchifolia*). *Soil Science Plant Nutrition*, v. 43, n. 1, p. 171-177, 1997.

GEITEL, B.; RYL, W.; FIEDLER, B. Microbial hydrolysis of inulin-containing juice from Jerusalem artichoke to fructose-syrup. *Zentralblatt fuer Mikrobiologie*, v.148, n.3, p.205-211, 1993. (Abstract)

GENNARO, S.; BIRCH, G.G.; PARKE, S.A.; STANCHER, B. Studies on the physicochemical properties of inulin and inulin oligomers. *Food Chemistry*, v. 68, n.2, p. 179-183, 2000.

GONÇALVES, E.M. *Análise da microfiltração tangencial do xarope de açúcar cristal e aplicação do seu modelo matemático para a suspensão de sólidos em água*. Botucatu, 1999. Tese (Doutorado em Agronomia/Energia na Agricultura) - Faculdade de Ciências Agronômicas, Campus de Botucatu.

GOTO, K.; FUKAI, K.; HIKIDA, J.; NANJO, J.; HARA, Y. Isolation and structural analysis of oligosaccharides from yacon (*Polymnia sonchifolia*). *Bioscience Biotechnecology Biochememistry*, v. 59, n. 12, p. 2346-2347, 1995.

GRAU, A.; REA, J. Yacon - *Smallanthus sonchifolius* (Poepp. & Endl.) H. Robinson. In: HERMANN, M. e HELLER, J. (ed.). *Andean roots and tubers: Ahipa, arracacha, maca and yacon - promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops*. 21. Roma: International Plant Genetic Resource Institute, 1997. p. 199-242.

GRUEHN, E. Inulin - dietary fibre from chicory and its use for manufacture of fructose syrup. *Fluessiges-Obst*, v.61, n.1, p.12-14, 1994. (Abstract)

HABERT, A.C. Alguns aspectos básicos de processos com membranas. In: I ESCOLA Latino Americana de Processos com Membranas. Rio de Janeiro: COPPE/UFRJ, 1994, p. 9-10.

HEINEN, A.W.; PETERS, J.A.; van BEKKUM, H. The combined hydrolysis and hydrogenation of inulin catalyzed by bifunctional Ru/C. *Carbohydrate Research*, 330, p.381-390, 2001.

HENSON. C.A.; LIVINGSTON III, D.P. Characterization of a fructan exohydrolase purified from barley stems that hydrolyzes multiple fructofuranosidic linkages. *Plant Physiol. Biochem.*, v. 36 , n. 10, p. 715-720, 1998.

HICKE, H.G.; ULBRICHT, M.; BECKER, M.; RADOSTA, S.; HEYER, A.G. Novel enzyme –membrane reactor for polysaccharide synthesis. *Journal of Membrane Science*, v. 161, n. 1/22, p. 239-245, 1999.

HIRAYAMA M.; HIDAKA H. Production and utilization of microbial fructans. In: SUZUKI, M.; CHATTERTON, N.J. *Science and technology of fructans*. Boca Raton: CRC Press, 1993. p. 274-302.

HOWLING, D. Introduction: Glucose syrups - past, present and future. In: DZIEDZIC, S.Z., KEARSLEY, M.W. (ed.) *Glucose Syrups*. Essex: British Library Cataloguing in Publication Data, Elsevier Applied Science Publishers Ltd., 1984. p. 1-7.

HUGOT, E. *Manual da engenharia açucareira*. São Paulo: Mestre Jou, 1977.

INCOLL, L.D.; BONNETT, G.D. Fructans in the Compositae - a short review. In: CALIGARI, P.D.S.; HIND, D.J.N. (ed.). *Compositae: biology & utilization*. Proceedings of the International Compositae Conference, Kew: [s.n.], 1994.

INNOCENTINI, M.D.M.; PANDOLFELLI, V.C. Considerações sobre a estimativa da permeabilidade em concretos refratários através das equações de Darcy e de Forchheimer. *Cerâmica*, v. 45, n. 292/293, p.61-67, 1999.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. *Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz: métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 2. ed. São Paulo, 1976.

KAKIHARA, T.S.; CÂMARA, F.L.A.; VILHENA, S.M.C.; RIERA, L. Cultivo e Industrialização de yacon (Polimnia sonchifolia): uma experiência brasileira. Resumos. *I Congresso Latino Americano de Raízes Tropicais*. São Pedro: CERAT/Unesp, 1996.

KLAUSHOFER, H. Biotechnology of fructan-containing plants - possibilities and problems with high fructose syrup from Jerusalem artichokes. *Ernaehrung*, v.10, n.1, p. 15-20, 1986. (Abstract)

LOW, H. Detection of high fructose syrup from inulin in apple juice by capillary gas chromatography with flame ionization detection. *Fruit Processing*, v.6, n.4, p.135-139, 1996. (Abstract)

MACRAE, R., ROBINSON, R.K., SADLER, M.J. Syrups In: _____ (ed.) *Encyclopaedia of food science, food technology, and nutrition*. London: Library of Congress Cataloging-in-Publication Data, Academic Press Limited, 1993. p.4497-4503.

MAINTAINING the flow with low fouling membranes. *Filtration & Separation*, p.838-839, oct/1995.

NAKAMURA, T., OGATA, Y., SHITARA, A., NAKAMURA, A., OHTA, K. Continuous production os fructose syrups from inulin by immobilized inulinase from Aspergillus niger mutant 817. *Journal of Fermantation and Bioengineering*, v. 80, n. 2, p.164-169, 1995.

NETZSCH-FILTRATIONSTECHNIK. *Tecnica de separacion*. [S.l.]: Netzsch-filtrationstechnik, [19--?]. (Catálogo de materiais).

NEW PATENTS. *Trends in Food Science & Technology*, 7. p.308, set/1996.

OHYAMA, T., ITO, O.; YASUYOSHI, S.; IKARASHI, T.; MINAMISAWA, K.; KUBOTA, M.; TSUKIHASHI, T.; ASAMI, T. Composition of storage carbohydrate in tubers of yacon (Polymnia sonchifolia). *Soil Science and Plant Nutrition*, v. 36, n. 1, p. 167-171, 1990.

NOVELETEC. *Les applications innovantes des techniques membranaires dans l'industrie*. [S.l.]: Noveletec-CFE. [19--].

PATENTS & Technologies. *Filtration & Separation*, p. 25, sep/2001.

PONTIS, H.G. Fructans. In: DEY, M. (ed.) *Methods in plant biochemistry*. Londres: Academic Press, 1990. p. 353-369.

PORTER, M.C. Concentration polarization with membrane ultrafiltration. *Industrial and Engineering Chemistry: Product Research and Development*. v.11, n.3, p-234-248, 1972.

PREVENTING Membrane fouling. *Filtration & Separation*, p. 20-21, jan/feb 2001.

ROUVET, F.; FIATY, K.; LAURENT, P.; LIOU, J.K. Modelling and simulation of membrane fouling in batch ultrafiltration on pilot plant. In: *Computers & Chemical Engineering* v. 22, Suppl., p S901-S904, 1998.

SILVA, J.A. *Tópicos da tecnologia dos alimentos*. São Paulo: Livraria Varela, 2000.

TODISCO, S.; PEÑA, L.; DRIOLI, E.; TALLARICO, P. Analysis of the fouling mechanism in microfiltration of orange juice. *Journal of Food Processing and Preservation*. v. 20, n. 6, p. 453-466, 1996.

VANDAMME, E.J.; SOETAERT, W. Biotechnical modification of carbohydrates. *FEMS Microbiology Reviews*, 16, p. 163-186, 1995.

VILHENA, S.M.C. *Efeitos da exposição ao sol e do armazenamento sobre o conteúdo e a composição dos carboidratos de reserva em raízes tuberosas de “yacon” (Polymnia sonchifolia Poepp Endl.)*. Botucatu, 1997. 63 p. Dissertação (Mestrado em Agronomia/Horticultura) - Faculdade de Ciências Agrônômicas, Campus de Botucatu.

VILHENA, S.M.C. *Ciclo de cultivo e técnicas pós-colheita de Yacon (Polymnia sonchifolia Poep. Endl.) em função do conteúdo de frutose total nos órgãos subterrâneos*. Botucatu, 2001. 73 p. Tese (Doutorado em Agronomia/Horticultura) - Faculdade de Ciências Agrônômicas, Campus de Botucatu.

VORAGEN, A.G.J. Technological aspects of functional food-related carbohydrates. *Trends in Food Science & Technology*, v. 9, n. 8/9, p. 328-335, 1998.

XU-JIANG, Y.; DODDS, J.; LECLERC, D.; LENOEL, M. A technique for the study of the fouling of microfiltration membranes using two membranes in series. *Journal of Membrane Science*. N. 105, p. 23-30, 1995.

YOSHII, R.J.; CARVALHO, F.C.de; VEIGA FILHO, A.A. Situação atual e perspectivas do mercado mundial de xarope de milho de alto teor de frutose (HFCS). *Informações Econômicas*, v.23, n.1, p.17-23, 1994.

YUN, J.W. Fructooligosaccharides - occurrence, preparation, and application. *Enzyme and Microbial Technology*, v.19, p. 107-117, 1996.

WENLING, W., LE HUIYING, W.W., SHIYUAN, W. Continuous preparation of fructose syrups from Jerusalem artichoke tuber using immobilizes intracellular inulinase from *Kluyveromyces* sp. Y-85. *Process Biochemistry*, v.34, p. 646, 1999.