



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013
13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

DESENVOLVIMENTO DE TECNOLOGIA PARA INDUSTRIALIZAÇÃO DE ÁGUA RECUPERADA DE SUCO CONCENTRADO DE LARANJA

RENAN C. LIMA¹; ALBA L. A. COELHO²; JOSÉ E. S. PATERNIANI³; ROGÉRIO P. TOCCHINI⁴;
VALÉRIA C. A. JUNQUEIRA⁵

Nº 13232

RESUMO – Na industrialização do suco de laranja concentrado, um grande volume de água é separado por evaporação e condensação. Atualmente, a água recuperada do processo é utilizada em operações pouco nobres dentro da indústria, como limpeza de máquinas, lavagem de frutas, entre outras. Sendo um produto oriundo da própria fruta, este projeto tem o objetivo de processamento desta água recuperada da laranja, envasada e própria para consumo humano.

Em fase anterior de estudo foram constatados, dentre os parâmetros físico-químicos da água evaporada, dois fatores acima do limite estabelecido pela regulamentação brasileira sobre águas minerais: cor e turbidez. A tecnologia de ultrafiltração por membranas é eficiente na correção desses valores. Também foi definido o processo tecnológico envolvendo as etapas de filtração com carvão ativado, ultrafiltração por membrana, desinfecção por ultravioleta e acondicionamento do produto em garrafas de vidro. A avaliação de um lote de produto processado em pico de safra foi realizada através de análises físico-químicas, perfil de voláteis, substâncias inorgânicas, análises microbiológicas e análise sensorial. Os resultados obtidos respeitaram os limites previstos pela regulamentação citada acima, e a aceitabilidade foi elevada, superior a 92,3% e a intenção de compra positiva de 75%. O presente trabalho foi realizado para verificar a reprodutibilidade da tecnologia desenvolvida, ao analisar os parâmetros físico-químicos e microbiológicos de três amostras resultantes de três processamentos distintos.

¹ Bolsista CNPq; Graduação em Eng. de Alimentos, Unicamp, Campinas-SP, renclb@gmail.com

² Orientadora: Pesquisadora, FRUTHOTEC/ITAL, Campinas-SP.

³ Colaborador: Professor Titular, FEAGRI/UNICAMP, Campinas-SP.

⁴ Colaborador: Pesquisador, FRUTHOTEC/ITAL, Campinas, SP.

⁵ Colaboradora: Pesquisadora, CCQA/ITAL, Campinas, SP



ABSTRACT- Through the industrial process of concentration of the orange juice, a large volume of water is separated by evaporation and condensation. Currently, reclaimed water is used in ignoble operations within the industry, such as cleaning machines, washing fruits, among others. Being a product derived from the fruit itself, this project aims to process this water, reclaimed from the orange, bottled, fit for consumption.

Among the physicochemical parameters of the evaporated water, the ones in the previous phase of the study who were identified as above the limit set by RDCs Brazilian regulations on mineral water were the color and turbidity, and also that the ultrafiltration membrane technology was effective in correcting these values. Were also defined the technological process steps involving filtration with activated carbon, ultrafiltration membrane, ultraviolet disinfection and packaging of the product in glass bottles. The product evaluation was performed by physicochemical analysis, volatile inorganic substances profile, microbiological and sensory analysis, where the results for these analyzes were within the limits set by the regulations cited above, and sensory acceptance was considered good.

The present study was performed to verify the reproducibility of the process, analyzing the physicochemical and microbiological features, from three samples derived from three distinct processes.

1 INTRODUÇÃO

Se destacando no cenário mundial, o Brasil detém cerca de 50% da produção mundial de suco de laranja e exporta 98% do que produz. O estado de São Paulo se destaca dentre os outros estados, sendo responsável por 70% da produção nacional de laranjas e 98% da produção do suco (Associação Nacional Dos Exportadores De Sucos Cítricos– CitrusBR, 2012).

Várias operações na indústria utilizam grande volume de água. Baseiam-se na limpeza/lavagem das frutas, extração/recuperação de sólidos residuais da polpa, reposição de água no processo de recuperação de óleo essencial da casca, limpeza dos pisos, equipamentos e banheiros. E, mesmo parte desta água sendo proveniente da própria indústria, um volume razoável ainda é captado de mananciais a fim de completar a demanda necessária, segundo Yamanaka (2005).

A água evaporada é produzida na etapa de concentração do suco de laranja. A unidade evaporadora vem acompanhada de um recuperador de aromas, já que parte dos componentes aromáticos é carregada pela água evaporada, por serem elementos químicos de baixo ponto de ebulição. A separação ocorre por meio da destilação, e o aroma pode ser readicionado ao suco (TOCCHINI et al 1995).



Considerando que se trata de produto oriundo da própria fruta, o presente trabalho objetivou o aproveitamento da água evaporada, de forma industrializada, para consumo humano, de modo similar à água mineral. Para tanto, a caracterização da água foi realizada baseando-se nas RDCs nº 274 e 275 (BRASIL, 2005 a e b) e Portaria 2914 (BRASIL, 2012), verificando-se necessidade de correção nos parâmetros de cor e turbidez. Sakamoto et al (2011) concluiu que a membrana de celulose 30kDa apresentou melhor desempenho para a redução desses parâmetros, além de viabilidade operacional, considerando pressão de operação e nível de estabilização de fluxo.

Processos de separação por membranas são energeticamente favoráveis, pois geram a separação dos componentes de uma mistura à temperatura ambiente baseando-se na permeabilidade seletiva através de uma membrana, de acordo com Barreto (2008).

Para compor a tecnologia de envase, foram utilizados também filtro de carvão ativado e na etapa de desinfecção com radiação ultravioleta. O filtro com carvão ativado é amplamente utilizado para águas residuais, para a adsorção de materiais orgânicos, sendo confiável e econômico (CULP, 1971), principalmente para a eliminação de substâncias que causam odores, sabores e coloração, além de realizar a própria purificação da água (CALGON, 1988). A radiação ultravioleta possuiu alto grau de inativação de microrganismos patogênicos em um curto tempo de contato, podendo ser utilizado para grande ou pequeno volume de água, além de atuar fisicamente, não produzindo resíduos tóxicos (PIRES, 1997).

Nesta etapa do projeto, o objetivo foi confirmar a reprodutibilidade do processo, por meio das análises dos produtos de três processamentos diferentes, realizados a partir de três lotes de matéria prima obtidos em datas distintas, através da avaliação das características físico-químicas e microbiológicas, substâncias inorgânicas e orgânicas, e perfil de voláteis.

2 MATERIAS E MÉTODOS

2.1 Matéria-Prima: Água evaporada de laranja fornecida pela Louis Dreyfus Commodities, unidade de Engenheiro Coelho – SP, coletada em três datas distintas, na manhã das datas dos processamentos.

2.2 Caracterização da Matéria-Prima: Determinação de propriedades físico-químicas segundo metodologias descritas por APHA (EATON et al., 2005): pH (pHmetro Digimed DM20), cor (colorímetro HACH DR 2010), turbidez (turbidímetro HACH 2100 NA), condutividade elétrica (condutivímetro Digimed DM31) e dureza (titulometria com EDTA 0,01 N), realizados em triplicata.



2.3 Processamento para obtenção do produto: Realizado na planta piloto do Instituto de Tecnologia de Alimentos – ITAL, em três datas diferentes, obtendo três lotes do produto, seguindo as seguintes etapas:

Filtração: com carvão ativado, da marca IPABRÁS, modelo portátil de carvão ativado e vazão de 307L/h, sendo o filtrado armazenado em tanque pulmão.

Ultrafiltração: o filtrado foi bombeado do tanque pulmão e submetido à ultrafiltração com membrana de celulose de 30KDa, com configuração espiral, marca NADIR e modelo C030FM fornecida pela FRINGS, de área de 1,6m² e vazão de 437 L/h a pressão de 1 bar.

Desinfecção: O permeado do ultrafiltrado foi submetido à desinfecção por radiação ultravioleta, de marca SNatural, modelo UVNAT 1501, com radiação de comprimento de onda de 253,7nm, e dosagem de 30J/cm².

Acondicionamento do produto: o produto foi envasado através da enchadeira de pistão Simplex modelo A 50 gal, em garrafas de vidro de 300mL, fechadas manualmente com tampas de metal tipo twist off. As garrafas de vidro e tampas foram previamente lavadas com água filtrada e sanitizadas com vapor em túnel de exaustão.

Como não havia infraestrutura eficaz para o acondicionamento das garrafas após o processamento, para que fosse evitada a contaminação pós-processo, foi feita a pasteurização.

Pasteurização: a pasteurização é composta por dois estágios. No primeiro, a garrafa foi passada pelo túnel de exaustão, com a tampa apenas colocada, para que houve retirada do ar. Logo em seguida, as garrafas foram fechadas e colocadas em banho de água em ebulição, permanecendo por 10 min; onde ocorre a pasteurização de fato. Posteriormente foram resfriadas em banheiras com água filtrada à temperatura ambiente.

2.4 Avaliação do produto: Realizada através de determinações previstas pela ANVISA nas Resoluções nº 274 (BRASIL, 2005a) e nº275 (BRASIL, 2005b), além de propriedades físico-químicas e outras determinações como segue:

Substâncias Inorgânicas: Alumínio, Antimônio, Arsênio, Bário, Boro, Cádmi, Cálcio, Cianeto, Cromo, Cobre, Chumbo, Ferro, Fósforo, Magnésio, Manganês, Níquel, Nitrato, Nitrito, Potássio, Selênio, Sódio, Zinco, utilizando metodologia descrita por APHA (EATON et al., 2005).

Microrganismos: Foram analisados utilizando metodologias descritas por APHA (EATON et al., 2005): *Escherichia coli* ou coliformes termotolerantes, em 100 mL; Coliformes totais, em 100mL; Bolores e leveduras, em 100 mL, Aeróbios mesófilos, em 100 mL, todos realizados em duplicata.

Perfil de voláteis: Utilizando metodologia prevista pela NBR 13058 (ABNT, 2003), em



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013

13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

condições analíticas: Cromatógrafo a gás HP6890 com detecção por espectrometria de massas HP5973; Coluna de sílica fundida: HP-5MS (5% fenil metil siloxano) com comprimento de 30m e diâmetro interno de 0,25 mm; Velocidade linear: 36 cm/s; Temperatura da coluna: inicial: 40 °C/2 min. 10 °C/min. até 125 °C/1 min. 25°C/min. até 250°C/10 min.; Temperatura do vaporizador: 230 °C; Temperatura do detector: 280 °C; Injeção: *Splitless*; *Solvent Delay*: 1,30 minutos; Fibra: *Gray 57328U*; Tempo de exposição da fibra na amostra (Adsorção): 60 minutos; Tempo de exposição da fibra no vaporizador (Dessorção): 30 minutos; Técnica utilizada para a concentração dos voláteis *SPME* (micro extração em fase sólida).

Substâncias orgânicas: foram analisadas as seguintes substâncias, utilizando metodologias: 1,1 Dicloroetano, 1,2,3-Triclorobenzeno, 1,2,4-Triclorobenzeno, 1,2-Dicloroetano, Benzeno, Cloreto de vinila, Diclorometano, Estireno, Tetracloroeto de carbono, Tetracloroetano, Triclorobenzenos, Tricloroetano, descritas por EPA 524.2, Acrilamida descrita por EPA 8032 A e Benzenopireno descrita por EPA 525.2.

Agrotóxicos: foram analisadas as seguintes substâncias, utilizando metodologias descritas por EPA 525.2: 2,4-D, Alaclor, Atrazina, Bentazona, Hexaclorobenzeno, Metolacloro, Molinato, Pendimetalina, Pentaclorofenol, Permetrina, Propanil, Simazina, Trifluralina; Aldrin e Dieldrin, Clordano, DDT(isômeros), Endossulfan, Endrin, Heptacloro e Heptacloro Epóxido, Lindano(g BHC), Metoxicloro descritas por EPA 508.1 e Glifosato descrita por EPA 547.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As análises da água recuperada de laranja foram realizadas em triplicata, e os resultados são apresentados a seguir:

TABELA 1. Análises físico-químicas da água recuperada (matéria prima)

Lote	Turbidez (NTU)	Cor (unid. PtCo)	Condutividade ($\mu\text{s}/\text{cm}$ a 25°C)	pH	Dureza (mg/L CaCO ₃)
Lote I	7,792 \pm 0,014	46 \pm 1	31,31 \pm 0,08	4,28 \pm 0,02	0,895 \pm 0,000
Lote II	8,027 \pm 0,035	58 \pm 2	31,27 \pm 0,06	4,33 \pm 0,01	0,895 \pm 0,000
Lote III	7,001 \pm 0,009	47 \pm 1	31,40 \pm 0,10	4,27 \pm 0,01	1,074 \pm 0,179

As análises físico-químicas da água recuperada de laranja envasada (produto) também foram realizadas em triplicata, e os resultados obtidos são apresentados na Tabela 2, onde observa-se que os parâmetros de condutividade, dureza, cor aparente e turbidez mantiveram valores dentro dos limites previstos pela RDC 274 (BRASIL, 2005a) e Portaria 2914 (BRASIL, 2012).



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013

13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

TABELA 2. Análises físico-químicas da água recuperada envasada (produto)

Lotes	Turbidez (NTU)	Cor (unid. PtCo)	Condutividade ($\mu\text{s}/\text{cm}$ a 25°C)	pH	Dureza (mg/L CaCO ₃)
Lote I	0,613 \pm 0,003	1 \pm 1	45,20 \pm 0,10	4,24 \pm 0,00	0,447 \pm 0,000
Lote II	0,513 \pm 0,001	2 \pm 2	51,30 \pm 0,10	4,15 \pm 0,01	0,298 \pm 0,052
Lote III	0,491 \pm 0,004	1 \pm 1	29,20 \pm 0,20	4,72 \pm 0,00	0,328 \pm 0,052

Os resultados obtidos na avaliação de substâncias inorgânicas do produto são apresentados na Tabela 3, observando-se que os três lotes respeitaram a RDC nº 274 (BRASIL, 2005). As substâncias orgânicas e agrotóxicos não foram detectadas em nenhum dos três lotes processados, como esperado; tais resultados estão de acordo com o descrito por Sakamoto et al. (2011)

TABELA 3. Substâncias inorgânicas da água recuperada envasada (produto)

Elementos	Lote I	Lote II	Lote III	LMP
Alumínio (mg/L)	ND < 0,003	0,011 \pm 0,001	0,012 \pm 0,000	0,2*
Antimônio (mg/L)	0,004 \pm 0,003	0,006 \pm 0,000	0,004 \pm 0,000	0,005*
Arsênio (mg/L)	ND < 0,003	ND < 0,003	ND < 0,003	0,01*
Bário (mg/L)	0,008 \pm 0,000	0,013 \pm 0,000	0,006 \pm 0,000	0,7*
Boro (mg/L)	ND < 0,005	ND < 0,003	ND < 0,003	0,7* / 5**
Cádmio (mg/L)	ND < 0,005	ND < 0,003	ND < 0,003	0,005* /
Cálcio (mg/L)	0,769 \pm 0,014	1,32 \pm 0,16	0,476 \pm 0,013	250***
Chumbo (mg/L)	ND < 0,005	ND < 0,003	ND < 0,003	0,01*
Cianeto (mg/L)	ND < 0,005	ND < 0,005	ND < 0,005	0,07**
Cobre (mg/L)	ND < 0,005	0,007 \pm 0,001	0,004 \pm 0,000	2* / 1**
Cromo (mg/L)	ND < 0,005	0,032 \pm 0,001	ND < 0,005	0,05*
Ferro (mg/L)	0,021 \pm 0,004	0,211 \pm 0,020	0,186 \pm 0,016	0,3*
Fósforo (mg/L)	0,168 \pm 0,017	0,118 \pm 0,000	0,145 \pm 0,003	-
Magnésio (mg/L)	0,180 \pm 0,002	0,229 \pm 0,002	0,172 \pm 0,001	0,5* / 65***
Manganês (mg/L)	ND < 0,003	0,005 \pm 0,001	0,004 \pm 0,000	0,1* / 0,5**
Níquel (mg/L)	ND < 0,003	0,020 \pm 0,003	0,005 \pm 0,001	0,07* / 0,02**
Nitrato(mg/L)	ND < 0,44	ND < 0,44	ND < 0,44	50**
Nitrito(mg/L)	ND < 0,0066	ND < 0,0066	ND < 0,0066	0,02**
Potássio (mg/L)	3,22 \pm 0,16	2,56 \pm 0,29	2,89 \pm 0,32	0,05* / 500***
Selênio (mg/L)	ND < 0,005	ND < 0,005	ND < 0,005	0,01*
Sódio (mg/L)	0,304 \pm 0,003	2,71 \pm 0,23	0,439 \pm 0,005	200* / 600***
Zinco (mg/L)	ND < 0,003	0,041 \pm 0,002	ND < 0,005	5*

Nd = não detectado, abaixo do limite de quantificação.

*LMP = Limite máximo permitido de acordo com Portaria 2914, de 12/12/2011 (água para consumo humano)

**LMP = Limite máximo permitido de acordo com RDC n. 274, de 22/09/2005(Regulamento técnico para águas envasadas e gelo)

*** Água adicionada de sais

Os resultados obtidos na avaliação microbiológica são apresentados na Tabela 4. Os resultados da contagem de aeróbios mesófilos no lote I e de coliformes totais no lote III, em uma das duplicatas de cada lote, detectaram uma contagem baixa de microorganismos, que não



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013
13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

compromete a qualidade do produto final, pois estão associadas à contaminação pós-processo, causada por vazamento do sistema embalagem/tampa utilizada.

TABELA 4. Análises microbiológicas da água recuperada envasada (produto)

Determinação	Lote I	Lote II	Lote III
Coliformes totais (UFC/100ml)	<1	<1	<1
<i>Escherichia coli</i> (UFC/100ml)	<1	<1	<1
Aerobios mesófilos (UFC/100ml)	<1	<1	<1
Bolores e leveduras (UFC/100ml)	<1	<1	<1

UFC=Unidades Formadoras de Colônias

Quanto à avaliação do perfil de voláteis, foi verificada ausência de compostos característicos de laranja, demonstrando sua remoção durante o processamento; tais compostos foram identificados durante a caracterização da matéria prima por Sakamoto et al. (2011).

4 CONCLUSÃO

O produto obtido atendeu aos padrões brasileiros de potabilidade e também à Resolução Técnica para Água mineral e mineralizada, adotados como referência no presente trabalho. Além disso, foi comprovada a repetibilidade do processo, uma vez que os resultados foram satisfatórios após cada um dos processamentos realizados.

5 AGRADECIMENTOS

Ao CNPq - Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, pelo financiamento do estudo e pela concessão de Bolsa de Iniciação Científica PIBIC. Ao FRUTHOTEC/ITAL, pela oportunidade de estágio, e à Louis Dreyfus Commodities Agroindustrial Ltda., pela colaboração.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **Embalagens flexíveis- análise de solventes residuais. NBR 13058.** Rio de Janeiro: ABNT, 4 p, 2003.
ASSOCIAÇÃO NACIONAL DOS EXPORTADORES DE SUCOS CÍTRICOS – CITRUSBR. **O retrato da citricultura brasileira.** Acesso em: 8 de Maio de 2013.



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013

13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

<http://www.citrusbr.com.br/download/biblioteca/o_retrato_da_citricultura_brasileira_ba_ixa.pdf>

BARRETO, A. G. **Clarificação e concentração do suco de camu camu por processo de separação com membranas.** 75f. Tese (Mestrado) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2008.

BRASIL. Ministério da saúde. **Portaria 2914.** Qualidade da água para consumo humano e padrão de potabilidade. Resolução ANVISA, Brasília, 12 de dezembro de 2012.10p, 2012.

BRASIL. Ministério da Saúde. **RDC nº 274.** Regulamento Técnico para Águas Envasadas e Gelo. Resolução ANVISA , Brasília, 22 de setembro de 2005 a). 8p.

BRASIL. Ministério da Saúde. **RDC nº 275.** Regulamento Técnico de Características Microbiológicas para Água Mineral e Água Natural. Resolução ANVISA, Brasília, 22 de setembro de 2005 b). 3p.

CALGON CARBON CORPORATION. **For liquid phase applications.** Pitsburg, 7p, 1988.

CULP, R. L.; CULP, G. L. **Advanced Wastewater Treatment.** New York, 230p. 1971.

EATON, A. D.; CLESCERI, L. S.; RICE, E. W.; GREENSBERG, A. E; FRANSON, M. A. (eds). **Standard Methods for the Examination of Water & Wastewater, 21st ed.** Washington, D.C.: American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWA) & Water Environment Federation (WEF), 2005. Part 9000.

PIRES, R. M. **Desinfecção de água para abastecimento com radiação ultravioleta: Eficiência bactericida e uma análise econômica e energética.**1997. 85f. Tese (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 1997.

EPA – Environmental Protection Agency - SW 846 : Testing methods for evaluating solid wastes. <<http://www.epa.gov/epawaste/hazard/testmethods/index.html>> Acesso em : 21/06/2013.

SAKAMOTO, T.; PORTELA, L. V.; COELHO, A. L. A.; PATERNIANI, J. E. S. **Viabilidade técnica do aproveitamento para o consumo humano da água evaporada na industrialização do suco de laranja concentrado.** 5º CONGRESSO INTERINSTITUCIONAL DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA – CIIC 2011. Campinas – SP, 8p, 2011.

YAMANAKA, H. T. **Sucos cítricos.** São Paulo: CETESB, 2005. 16;26;45p. (Série P+L), 2005.

TOCCHINI, R. P., NISIDA, A. L. C. A., DE MARTIN, Z. J. **Industrialização de polpas, sucos e néctares de frutas:** Campinas: ITAL, 1995. 85p. (Manual Técnico), 1995.