

**Uso de membrana de microfiltração seguida de ultrafiltração no tratamento de efluente líquido de indústria de soro de leite****Use of microfiltration membrane followed by ultrafiltration in the treatment of liquid effluent from the whey industry**

DOI:10.34117/bjdv6n9-117

Recebimento dos originais: 08/08/2020

Aceitação para publicação: 04/09/2020

**Airton Campanhola Bortoluzzi**

Doutor em Engenharia de Alimentos pela Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e Missões

Instituição: Instituto Federal do Rio Grande do Sul

Endereço: Rua Domingos Zanella, 104 – Bairro Três Vendas, Erechim – RS, Brasil

E-mail: airton.bortoluzzi@ifc.edu.br

**Rogério Marcos Dallago**

Doutor em Química pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Instituição: Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e Missões – URI Erechim

Endereço: Avenida 7 de setembro, 1621 – Bairro Fátima, Erechim – RS, Brasil

E-mail: dallago@uricer.edu.br

**Marcus Vinícius Tres**

Doutor em Engenharia de alimentos pela Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e Missões – URI Erechim

Instituição: Universidade Federal de Santa Maria

Endereço: Avenida Presidente Vargas, 1958, Cachoeira do Sul - RS, Brasil

E-mail: marcusvtres@gmail.com

**Juliana Steffens**

Doutora em Engenharia Química pela Universidade Federal de São Carlos Instituição:

Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e Missões – URI Erechim

Endereço: Avenida 7 de setembro, 1621 – Bairro Fátima, Erechim – RS, Brasil

E-mail: julisteffens@uricer.edu.br

**Jamile Zeni**

Doutora em Engenharia de Alimentos pela Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e Missões

Instituição: Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e Missões – URI Erechim

Endereço: Avenida 7 de setembro, 1621 – Bairro Fátima, Erechim – RS, Brasil

E-mail: jamilezeni@uricer.edu.br

**Clarice Steffens**

Doutora em Biotecnologia pela Universidade Federal de São Carlos

Instituição: Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e Missões – URI Erechim

Endereço: Avenida 7 de setembro, 1621 – Bairro Fátima, Erechim – RS, Brasil

E-mail: clarices@uricer.edu.br

**RESUMO**

O objetivo deste trabalho foi utilizar membrana de microfiltração (MF) seguida de uma membrana de ultrafiltração (UF) no tratamento de efluente líquido de indústria de soro de leite. Foi verificado que o fluxo da membrana de MF foi maior que a de UF. Em relação aos parâmetros nitrogênio total e carbono orgânico total a membrana de UF se apresentou mais eficiente do que a de MF. No entanto, nenhum parâmetro avaliado (cor, pH, nitrogênio total e carbono orgânico total) apresentou valores dentro da faixa estabelecida pela Resolução 128 de 2006 do Conselho Estadual do Meio Ambiente do Rio Grande do Sul.

**Palavras-chave:** Efluente, membranas, fluxo, legislação.

**ABSTRACT**

The objective of this work was to use a microfiltration membrane (MF) followed by an ultrafiltration membrane (UF) in the treatment of liquid effluent from the whey industry. It was found that the flow of the MF membrane was greater than that of UF. Regarding the parameters total nitrogen and total organic carbon, the UF membrane was more efficient than the MF membrane. However, no evaluated parameters (color, pH, total nitrogen and total organic carbon) presented values within the range established by Resolution 128 of 2006 of the State Council for the Environment of Rio Grande do Sul.

**Keywords:** Effluent, membranes, flux, legislation.

**1 INTRODUÇÃO**

As indústrias alimentícias geram grandes montantes de efluentes líquidos, o que leva ao descarte de praticamente toda água utilizada e não incorporada ao produto e/ou evaporada no processamento. Dentre estas indústrias encontram-se as de processamento de leite, as quais são caracterizadas como as maiores poluidoras do meio ambiente (ANDRADE et al., 2014; PABBY et al., 2015). O maior descarte de efluentes ocorre nas produtoras de queijo (EMBRAPA, 2012). No Brasil, em 2018 foram produzidos cerca de 33,8 bilhões de litros de leite, onde 35% são destinados a produção de queijo (AGENCIA BRASIL, 2020), sendo que para cada 1 kg de queijo produzido, são gerados cerca de 9 kg de soro. Portanto, são produzidas grandes quantidade de soro.

Dentre os principais destinos do soro estão a produção de concentrados proteicos (LUPKI, et al., 2019) e de soro de leite em pó. Toda a água e parte dos componentes originais do soro, bem como águas residuais da limpeza formam o maior volume de efluente dessa indústria (BRIÃO e TAVARES, 2012). Os tratamentos de efluentes geralmente são físico-químicos e biológicos (SMITHERS, 2008). No entanto, para alcançar os limites exigidos pela legislação, não necessários na maioria das vezes o uso também de outras tecnologias, como os processos de separação com membranas (PSM).

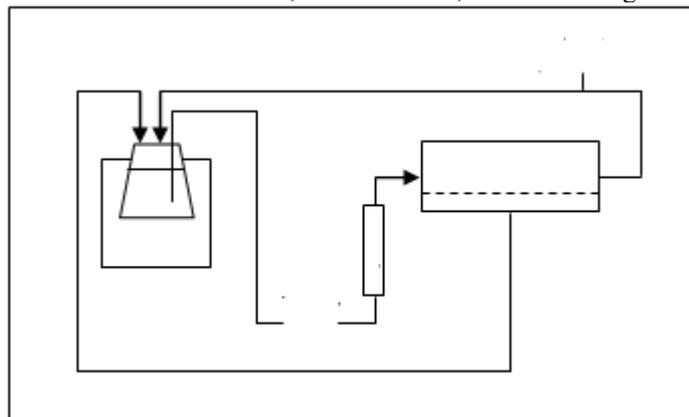
**2 MATERIAIS E MÉTODOS**

O efluente líquido industrial utilizado foi fornecido por uma indústria produtora do soro de leite em pó. A coleta do efluente bruto foi realizada na entrada do sistema de tratamento de efluentes, imediatamente após o tanque de equalização. As amostras foram coletadas em galões de 20 L previamente higienizados, onde posteriormente foram fracionadas e armazenadas em frascos de 1,5 L e congeladas a  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ . A cada experimento uma unidade amostral de 1,5 L era descongelada a temperatura ambiente, homogeneizada e filtrada em papel filtro quantitativo de  $25\text{ }\mu\text{m}$  (J Prolab, modelo JP40).

Posteriormente, 500 mL da amostra foi transferida para um sistema de membranas: membrana de microfiltração (MF) de  $0,20\text{ }\mu\text{m}$ , de fibra oca composta por uma mistura de poli(éter sulfona)/poli(vinil pirrolidona) (PES/PVP), área de  $0,027\text{ m}^2$ , com objetivo de remover partículas maiores do efluente e posteriormente o permeado desta membrana passou para uma membrana de ultrafiltração (UF) de 50 kDa de fibra oca, também composta por uma mistura de poli(éter sulfona)/poli(vinil pirrolidona) (PES/PVP), área de  $0,027\text{ m}^2$ , com objetivo de remover partículas menores. Para cada processo foram obtidos os fluxos de permeado ( $J_p$ ), onde eram medidos o volume de permeado em relação o tempo e a área do meio filtrante.

Nos sistemas de tratamento com membranas foi utilizada a alimentação em batelada com reconstituição, repondo o volume sempre que havia retirada de alíquotas de permeado. A Figura 1 apresenta um esquema do sistema de filtração.

Figura 1 – Esquema do sistema de filtração por membranas. Componentes: A - alimentação; B - banho termostático; C - bomba; D - rotâmetro; E - módulo das membranas; F -manômetro; G - válvula reguladora de pressão.



Dos permeados de cada sistema e do efluente bruto foram determinados em triplicata: a cor, pH, turbidez, COT (carbono orgânico total), NT (nitrogênio total) e DQO (demanda química de

oxigênio), seguindo metodologias descritas no Standart Methods for the Examination of Water and Wastewater (RICE, E. et al., 2012).

A cor foi determinada utilizando colorímetro (HACH, modelo DR870) a temperatura ambiente ( $25 \pm 1$  °C) e comprimento de onda de 420 nm.

A turbidez foi realizada através do método 2130 B, utilizando colorímetro (HACH, modelo DR870) a temperatura ambiente ( $25 \pm 1$  °C) e comprimento de onda de 720 nm.

O pH foi obtido a temperatura ambiente ( $25 \pm 1$ °C) com potenciômetro (Metrohm, modelo 827 pH lab).

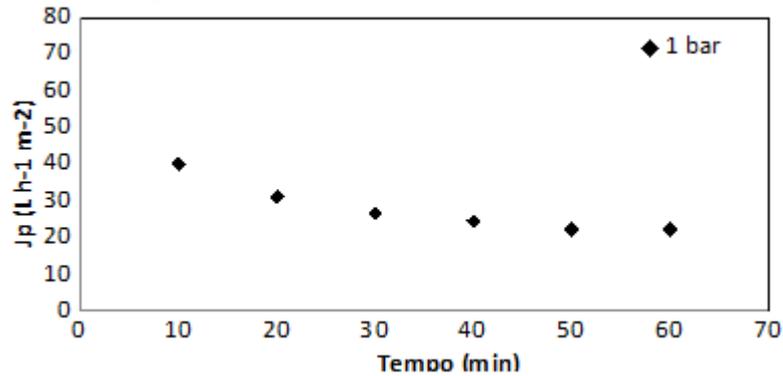
As análises de Carbono Orgânico Total (COT), as quais determinam o carbono organicamente ligado, foram realizadas através do método 5310 B e foi utilizado equipamento da marca Shimadzu (modelo TOC-V CSH).

Para a determinação de Nitrogênio Total (NT) a amostra foi injetada em um forno de alta temperatura (720 °C) com atmosfera altamente oxidante e catalisada por micro esferas de platina, onde todo o nitrogênio era convertido em óxido nitroso (N<sub>2</sub>O). Esse procedimento foi realizado automaticamente no aparelho Shimadzu (modelo TOC-V CSH).

A determinação da DQO foi realizada segundo o método 5220 D. Em tubos de ensaio com tampas de PTFE (politetrafluoretileno) com rosca, alíquotas de 2,0 mL de amostras foram adicionadas em 2,8 mL de solução digestora de dicromato de potássio (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) e sulfato mercúrio (HgSO<sub>4</sub>) e 1,2 mL de solução de ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) e sulfato de prata (Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Após forte agitação manual para homogeneização a solução foi mantida a 150 °C por 2 h em digestor (fluxo fechado). Assim que a solução atingiu a temperatura ambiente foram realizadas as leituras com colorímetro (HACH, modelo DR870) para o comprimento de onda de 600 nm e com o espectrofotômetro (Logen Scientific, modelo LS-7052-BIV) para o comprimento de onda de 420 nm.

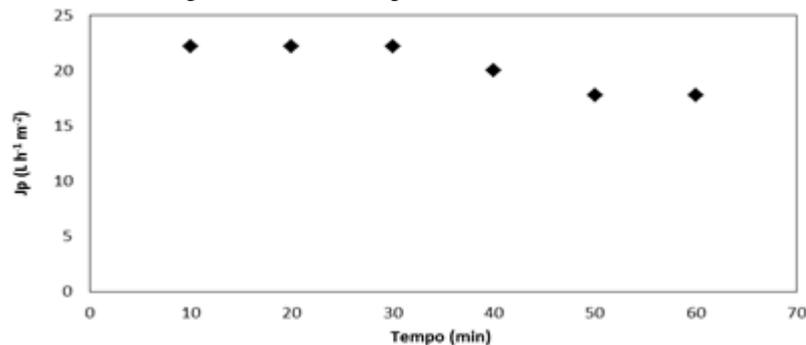
### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 2 apresenta os resultados dos fluxos em relação ao tempo para o permeado da membrana de MF. Pode-se observar que houve queda no fluxo com o decorrer do tempo, o que é devido a polarização por concentração, e esse fenômeno tendeu a se estabilizar a partir de 50 min de permeação.

Figura 2– Fluxos de permeado ( $J_p$ ) da MF a 1 bar.

O permeado da MF foi alimentado na membrana de UF de 50 kDa a pressão de 1 bar, vazão de  $1 \text{ L min}^{-1}$  e temperatura constante de  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ , onde, na Figura 3 são apresentados os fluxos. Verifica-se que o fluxo é menor do que a MF devido os poros da UF serem menores, dificultando a passagem. Também observa-se que praticamente não houve polarização por concentração. Isso, provavelmente, deve ter ocorrido em função do *fouling* irreversível causado nos instantes iniciais do processo.

Figura 3 – Fluxos de permeado da UF a 1 bar.



Em um estudo realizado por Yorgun et al. (2008) utilizando uma membrana de UF alimentada com soro de leite a 3 bar, afirmam que durante o tratamento de efluentes altamente concentrados, tais como o de soro de leite, a camada de gel (responsável pela concentração por polarização) é altamente concentrada e, quando a pressão é elevada, esta camada torna-se ainda mais densa e, assim, rapidamente causando *fouling* na membrana. Isso reforça a hipótese da ocorrência de *fouling* irreversível praticamente instantâneo, o que também foi observado no presente estudo.

A Tabela 1 apresenta os resultados dos parâmetros do efluente bruto e dos permeados da MF e UF.

Tabela 1 – Parâmetros do efluente bruto e dos permeados da MF e da UF.

Parâmetro	Efluente bruto	Permeado da MF	Ef* (%)	Permeado da UF	Ef* (%)
Cor (mg Pt-Co L <sup>-1</sup> )	1491,67 ± 76,38	92,67 ± 1,53	93,79	65,00 ± 0,00	95,64
Turbidez (FAU)	176,33 ± 0,58	3,33 ± 0,58	98,11	2,00 ± 1,73	98,87
DQO (mg L <sup>-1</sup> )	2528,33 ± 115,47	3328,00 ± 70,71	-31,63	2558,00 ± 169,71	-1,17
pH	4,68 ± 0,10	4,69 ± 0,10	-0,21	4,79 ± 0,10	-2,35
NT (mg L <sup>-1</sup> )	58,30 ± 0,52	46,32 ± 0,50	20,55	37,31 ± 0,50	36,00
COT (mg L <sup>-1</sup> )	1340,83 ± 243,16	1377,00 ± 200,00	-2,70	1196,00 ± 200,00	10,80

\*Ef. = Eficiência global de remoção do tratamento (quando negativa significa que houve aumento no parâmetro).

A partir das reduções de 93,8% na cor e de 98,1% na turbidez, observa-se que a MF atingiu seu objetivo em remover materiais particulados e, provavelmente, glóbulos de gordura, uma vez que esses são maiores que 0,5 µm segundo James et al. (2003). Entretanto, houve aumento da DQO, ao contrário do que foi verificado por Sarkar et al. (2006). Isso provavelmente seja resultado do processo industrial que utiliza UF/NF para reter os sólidos e concentrar o soro antes da desidratação e secagem, o que gera um efluente rico em componentes de baixo peso molecular e que não são retidos através da MF. Mulder (2000) menciona que esses solutos passam facilmente pelos poros da MF, bem como a polarização por concentração desses compostos facilita o transporte dos mesmos para o permeado, reduzindo a retenção da membrana.

Além disso, Vourch et al. (2005) observaram a acidificação natural do soro armazenado durante 24 h a 25 °C, o que fez baixar o pH de 6,6 para 4,8, semelhante ao do efluente em estudo (~4,7), o qual fica retido no tanque de equalização por um período aproximado de 24 h, tendo sido coletado na saída do mesmo. Também verificaram que durante essa acidificação houve degradação da lactose (342 g mol<sup>-1</sup>) produzindo o íon lactato (89 g mol<sup>-1</sup>) e etanol (46 g mol<sup>-1</sup>), ou seja, moléculas orgânicas de menor peso molecular que não seriam rejeitadas pela MF (0,20 µm).

Avaliando-se o COT, pode-se verificar que, tanto a MF quanto a UF foram indiferentes na retenção desses compostos, pois com desvios padrões, estatisticamente os valores são parecidos. As substâncias orgânicas presentes devem possuir peso molecular menor que os poros dessas membranas conseguem reter.

Verifica-se também pequena variação do NT, com valores estatisticamente distintos segundo, porém houve aumento de 31,63 % na DQO, provavelmente pela permeabilidade de solutos de baixo peso molecular (MULDER, 2000).

De acordo com a Resolução 128 de 2006 do Conselho Estadual do Meio Ambiente do Rio Grande do Sul (CONSEMA) o efluente líquido a ser lançado no corpo hídrico não deve conferir mudança de coloração ao corpo hídrico receptor, deve apresentar DQO de 150 a 400 mg L<sup>-1</sup>, NT de

10 a 20 mg L<sup>-1</sup>, pH de 6,0 a 9,0 (BRASIL, 2006). Portanto, o uso do processo de MF com membrana de 0,20 µm seguida da UF de 50 kDa não foi capaz de reduzir o efluente a parâmetros aceitáveis pela legislação para lançamento do efluente no corpo receptor.

#### **4 CONCLUSÕES**

O uso de membranas de MF de 0,20 µm seguida da UF de 50 kDa não foi capaz de reduzir o efluente a parâmetros aceitáveis pela legislação para lançamento do efluente no corpo receptor. Portanto, verifica-se a necessidade de novos estudos utilizando outras membranas com tamanhos de poros menores para melhorar a eficiência do processo.

#### **AGRADECIMENTOS**

Os autores agradecem o Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e a Fundação de Apoio a Pesquisa do Rio grande do Sul (FAPERGS).

#### **CUMPRIMENTO DAS NORMAS ÉTICAS**

Os autores declaram não haver conflito de interesse.

**REFERÊNCIAS**

ANDRADE, L.H., MENDES, F.D.S., ESPINDOLA, J.C., AMARAL, M.C.S. Nanofiltration as tertiary treatment for the reuse of dairy wastewater treated by membrane bioreactor. *Separat. Purif. Technol.*, 126, 21-29, 2014.

AGENCIA BRASIL. Disponível em: <<https://agenciabrasil.ebc.com.br/economia/noticia/2019-09/producao-de-leite-sobe-e-de-ovos-bate-recorde-revela-pesquisa>>. Acesso em: 20 jun. 2019.

BRASIL. Rio Grande do Sul, Conselho Estadual do Meio Ambiente - CONSEMA. Resolução nº 128, de 24 de novembro de 2006. Diário Oficial do Estado do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2006.

BRIÃO, V.B., TAVARES, C.R.G. Ultrafiltração de efluente da indústria de laticínios para recuperação de nutrientes: efeito da pressão e da velocidade tangencial. *Braz. J. Food Technol.*, 15(4), 352-362, 2012.

EMBRAPA - Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Centro Nacional de Pesquisa em Gado de Leite. Disponível em: <<http://www.cnp.gl.embrapa.br/>>. Acesso em: 20 jun. 2019.

JAMES, B.J., JYNG, Y., CHENG, X.D. Membrane fouling during filtration of milk – a microstructural study. *J. Food Eng.*, 60(4), 431-437, 2003.

LUPKI, F. B., DIAS, P.A., SILVA, M.R., MORAIS, H.A. Effects of PH on functional properties of whey protein concentrate. *Braz. J. develop.*, 5(11), 23036-23059, 2019.

MULDER, M. Basic principles of Membrane Technology. Kluwer Academic Publishers, 2nd Edition, The Netherlands, 2000.

PABBY, A.K., RIZVI, S.S.H., SASTRE, A.M., Handbook of membrane separations: chemical, pharmaceutical, food, and biotechnological applications. CRC PRESS, 2nd Edition, New York : 2015.

RICE, E.W., BAIRD, R.B., CLESCERI, A.D. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22.ed. Washington : APHA; AWWA; WEF, 2012.

SARKAR, B., CHAKRABARTI, P.P., VIJAYKUMAR, A., VIJAY, K. Wastewater treatment in dairy industries - possibility of reuse. *Desalination*, 195, 141-152, 2006.

SMITHERS, G.W. Whey and whey proteins - from 'gutter-to-gold'. *Int. Dairy J.*, 18, 695-704 2008.

VOURCH, M., BALANNEC, B., CHAUFER, B., DORANGE, G. Nanofiltration and reverse osmosis of model process waters from the dairy industry to produce water for reuse. *Desalination*, 172, 245-256, 2005.

YORGUN, M.S. BALCIOGLU, I.A. SAYGIN, O. Performance comparison of ultrafiltration,

n

a

n

o

---

Braz. J. of Develop., Curitiba, v. 6, n. 9, p. 65641-65648, sep. 2020. ISSN 2525-8761

i

l

t

r

a