Universidade Federal de Uberlândia
Faculdade de Engenharia Química

Filipe Catalano Trentin

Limpeza CIP: remoção de resíduos de leite com baixas velocidades de escoamento de solução detergente de NaOH a 0,5% em massa

#### Filipe Catalano Trentin

Limpeza CIP: remoção de resíduos de leite com baixas velocidades de escoamento de solução detergente de NaOH a 0,5% em massa

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia como requisito parcial para a obtenção do título de Engenheiro habilitação Engenharia Química

Área de concentração: Engenharia Química

Orientador: Prof. Rubens Gedraite

#### Filipe Catalano Trentin

Limpeza CIP: remoção de resíduos de leite com baixas velocidades de escoamento de solução detergente de NaOH a 0,5% em massa

Trabalho de Conclusão de Curso aprovado como requisito parcial para a obtenção do título de Engenheiro habilitação Engenharia Química apresentado à Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia

Área de concentração: Engenharia Química

Banca examinadora:

Prof. Dr. Rubens Gedraite Orientador Faculdade de Engenharia Química / UFU

Prof. Dr. Rodrigo Sislian Instituto Federal de São Paulo / Campus Guarulhos

Eng. Mestre Anderson Lima de Menezes Doutorando do Programa de Pós-graduação em Engenharia Química / UFU

#### **AGRADECIMENTOS**

Sinceros agradecimentos à Faculdade de Engenharia Química por proporcionar recursos para elaboração deste trabalho e ao meu orientador Professor Rubens Gedraite, sem o qual eu não teria concluído esta monografia.

#### **RESUMO**

Neste trabalho é estudado o comportamento do processo de remoção de resíduo de leite aderido à superfície interna de um trecho de tubo considerando o emprego de baixas velocidades de escoamento da solução detergente alcalina formada por hidróxido de sódio a 0,5% m/m. A avaliação da cinética de remoção dos resíduos foi realizada com base em resultados experimentais disponíveis na literatura. Os valores de velocidade de escoamento foram escolhidos com base em trabalhos publicados na literatura, que reportam o emprego de menores velocidades de escoamento associados com a aplicação de eletrolise no processo. O comportamento da cinética de remoção do resíduo de leite foi coerente com o publicado na literatura, apesar de apresentarem significativa variação entre os valores amostrados. Os valores de velocidade de escoamento estudados não apresentaram diferenças estatisticamente significativas entre si no processo de limpeza CIP. Os resultados obtidos apresentam elevada variabilidade nos valores de concentração em decorrência da amostragem manual do processo, que não permitiu obter uma representação mais detalhada da cinética de remoção.

Palavras-chave: limpeza CIP, detergente alcalino, baixa velocidade, leite.

#### **ABSTRACT**

In this work, the behavior of the process of removing milk residue adhered to the internal surface of a pipe section is studied, considering the use of low flow rates of the alkaline detergent solution formed by 0.5% w / w sodium hydroxide. The evaluation of waste removal kinetics was performed based on experimental results available in the literature. The flow velocity values were chosen based on works published in the literature, which report the use of lower flow velocities associated with the application of electrolysis in the process. The behavior of the kinetics of milk residue removal was consistent with that published in the literature, despite having significant variation between the sampled values. The flow velocity values studied did not show statistically significant differences between them in the CIP cleaning process. The results obtained show high variability in the concentration values due to the manual sampling of the process, which did not allow obtaining a more detailed representation of the removal kinetics.

Key words: CIP cleaning, alkaline detergent, low speed, milk.

# LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 1 Fluxograma das etapas do sistema CIP
- Figura 2 Facilidade experimental pesquisada
- **Figura 3** Curva de Calibração considerada
- Figura 4 Concentração de leite na solução de NaOH para 0,2 m/s
- Figura 5 Concentração de leite na solução de NaOH para 0,5 m/s
- Figura 6 Concentração de leite normalizada na solução de NaOH
- Figura 7 Erros na concentração de leite normalizada na solução de NaOH

#### **LISTA DE TABELAS**

- **Tabela 1** Concentração versus absorbância por comprimento de onda
- **Tabela 2** Comportamento temporal da variação da concentração de leite na solução de NaOH na velocidade de 0,2 m/s
- **Tabela 3** Comportamento temporal da variação da concentração de leite na solução de NaOH na velocidade de 0,5 m/s
- Tabela 4 Variação normalizada da concentração de leite na solução de NaOH

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CIP - Clean-in-Place

FDA – Food and Drug Administration

CLP – Controlador Lógico Programável

ppm – partes por milhão

UV - Ultravioleta

# LISTA DE SÍMBOLOS

 $\mu m = micrometro$ 

# **SUMÁRIO**

1	INTRODUÇÃO	12
2	REVISÃO DA LITERATURA	15
3	MATERIAIS E MÉTODOS	23
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	25
5	CONCLUSÃO	31
RE	FERÊNCIAS	32

# 1 INTRODUÇÃO

O consumo de produtos alimentícios industrializados vem crescendo sistematicamente nos últimos anos. Neste cenário, uma das maiores preocupações da indústria alimentícia sempre foi a preservação da qualidade de seus produtos após sua fabricação. Atualmente são usadas várias técnicas de preservação que inibem ou eliminam as transformações químicas, bioquímicas e biológicas indesejáveis nos mesmos (BANSAL; CHEN, 2006).

Além da conservação do produto, muita atenção vem sendo dada à higienização das superfícies dos equipamentos utilizados na preparação dos alimentos para que não haja a proliferação de microrganismos, contaminação por produtos estranhos ao processo ou resíduos de processamentos anteriores.

A quantidade de água gasta nos processos de limpeza, em especial nos processos *Clean-In-Place* (CIP), vem aumentando muito a cada ano, em decorrência da intensificação da produção de alimentos. Por se tratar de tema definido pelos órgãos de vigilância sanitária, não são poupados esforços para assegurar que o processo de limpeza dos equipamentos seja adequado e aderente ao estabelecido na legislação em vigor. Entretanto, este fato tradicionalmente implica na utilização, por parte da comunidade industrial, de maior quantidade de insumos do que aqueles que seriam necessários e tecnicamente suficientes para atender aos requisitos técnicos estabelecidos nas leis aplicáveis.

O contato dos alimentos com superfícies mal higienizadas pode aumentar a incidência de microrganismos prejudicando sua qualidade e elevando os riscos aos quais os consumidores estão expostos. A presença de resíduos também ocasiona problemas operacionais em equipamentos, como, por exemplo, trocadores de calor, pois acarreta queda dos rendimentos nas trocas térmicas e aumento de perda de carga do sistema. Esses fatores são suficientes para

justificar a importância da execução de um correto plano de higienização dos insumos utilizados no processamento de alimentos.

Por serem procedimentos que requerem paradas de produção, os processos de higienização, muitas vezes, são realizados de forma negligenciada pelas empresas. Portanto, é de fundamental importância que sejam estudados e otimizados, através do estabelecimento das cinéticas de remoção de resíduos de cada etapa do processo.

O estabelecimento do tempo adequado ao processo de higienização é fundamental para a eficiência do processo. Deve ser suficientemente longo para que as reações químicas e as interações físicas ocorram a contento; mas não deve ser excessivo, pois reduziria a produtividade da indústria (GEDRAITE, 2011).

Um processo de higienização é composto pelas seguintes etapas: pré-lavagem, circulação de solução detergente, enxágue e circulação de solução com ação antimicrobiana (sanificante). As etapas estudadas serão: aplicação de solução do detergente e o enxágue. A primeira consiste na ação do detergente sobre os resíduos para que estes sejam removidos da superfície dos equipamentos. O enxágue se caracteriza pela passagem de água no equipamento com função de remoção do detergente químico utilizado e dos resíduos deslocados pelo mesmo.

Dois parâmetros envolvidos nestes processos merecem ser estudados com mais detalhes, a saber: (i)- a vazão de escoamento e (ii)- a temperatura. O primeiro está relacionado com a ação cisalhante proporcionada pela solução de detergente e água de enxágue sobre a superfície, enquanto o segundo permite melhor solubilização dos resíduos, facilitando sua remoção.

Em um processo CIP, o tempo de escoamento das soluções, em cada etapa do processo de higienização, é o parâmetro de maior facilidade de manipulação e, por isso, o fator preferido de redução. Porém, se alterado de forma não criteriosa, pode ocasionar a não efetividade do processo (GORMEZANO, 2007).

A prática de higienização de equipamentos pela indústria de alimentos baseia-se em experiências empíricas, deixando o setor à mercê de informações provenientes dos fornecedores de detergentes e sanitizantes. Parâmetros semiempíricos são adotados a partir de resultados de higienização considerados satisfatórios. A complexidade dos fenômenos existentes nas reações de remoção requer o aumento de trabalhos científicos que possam contribuir com os procedimentos adotados industrialmente (BIRD; BARLETT, 2005).

Neste trabalho é estudada a influência da utilização de valores baixos de velocidade de escoamento de solução detergente alcalina de hidróxido de sódio para remoção de resíduos de leite incrustados num tubo de seção de testes, considerando o procedimento tipicamente utilizado na indústria alimentícia. Adicionalmente os resultados obtidos foram comparados com aqueles publicados na literatura por **Chen et al. (2004)** de modo a avaliar o desempenho comparativo das cinéticas.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

Desde os primórdios da civilização humana, a conservação dos alimentos foi uma das necessidades do ser humano. Esta atividade era necessária para garantir a qualidade dos alimentos durante o período de inverno ou durante deslocamentos.

#### (**GEDRAITE**, 2010)

Vários tipos de sistemas de conservação dos alimentos foram desenvolvidos ao longo dos séculos: salgar e defumar carnes e peixes, secar ao sol carnes e frutas, etc. Mais recentemente, após os trabalhos de Louis Pasteur, passou-se a utilizar a técnica de ferver os alimentos e mantê-los hermeticamente selados para evitar a entrada de ar e de microrganismos.

Com o advento da era industrial os alimentos passaram a ser processados e várias tecnologias foram criadas para sua elaboração, manuseio, conservação e transporte. O processamento dos alimentos por máquinas levou à necessidade do desenvolvimento de várias técnicas para a limpeza das mesmas após o seu uso, de maneira a não deixar resíduos onde pudessem proliferar microrganismos que iriam contaminar outros alimentos a serem processados posteriormente.

A limpeza e a subsequente esterilização ou desinfecção de qualquer item ou equipamento de uma instalação industrial de processamento de alimentos, produtos farmacêuticos ou de bebidas, deve ser realizada com o máximo cuidado e atenção para assegurar a qualidade do produto acabado. No início, o processo de limpeza, era um processo manual, o qual ainda é utilizado em instalações industriais de pequeno porte. Nestes casos, é vital que haja uma meticulosa atenção nos detalhes, pois, devido a razões de saúde e segurança, somente soluções químicas brandas e frias (detergentes) podem ser utilizadas.

A fabricação de produtos farmacêuticos, alimentícios e bebidas seria grandemente facilitada se os equipamentos e tubulações usados em seu processamento pudessem ser desmontados, postos em uma pia, vigorosamente

escovados e então postos em um esterilizador para remover os contaminantes (HARROLD, 2000). Obviamente que as técnicas de limpeza utilizadas em laboratório são impraticáveis na maioria das instalações industriais de grande escala de produção. Os vasos, equipamentos e tubulações devem ser limpos no local onde estão instalados. O processo CIP é um dos processos de limpeza mais comumente utilizados na indústria para assegurar que as tubulações e os equipamentos estejam livres de contaminantes orgânicos e inorgânicos.

Em linhas gerais o processo CIP consiste na limpeza e sanitização de todos os equipamentos envolvidos na produção, pelo bombeamento e borrifação de soluções químicas e água. O sistema é constituído de vasos contendo as soluções de produtos (detergentes e sanitizantes) em concentrações pré-determinadas. As soluções são circuladas no sistema a ser limpo e sanitizado por tempos e sequências pré-determinados (**GEDRAITE**, **2011**). Dependendo da aplicação pode ser acrescentado o uso de vapor de água para aquecimento na sequência acima.

Importante destacar que uma alternativa ao emprego de produtos químicos é a utilização de Ozônio. Deve-se, ainda, ressaltar o fato de que um equipamento ou outra superfície pode estar microbiologicamente limpo, sem necessariamente estar limpo física ou quimicamente (KUNIGK, 1998).

Vários fatores devem ser levados em consideração ao se planejar um sistema CIP de sanitização no que se refere aos equipamentos, materiais e compostos químicos utilizados. O material de construção usado nos equipamentos e tubulações não deve transmitir qualquer tipo de odor, sabor ou compostos tóxicos ao produto. Deve-se evitar que metais diferentes entrem em contato entre si, pois com a presença de eletrólitos verifica-se a ocorrência do fenômeno denominado corrosão eletrolítica que resultará em diminuição da vida útil do equipamento.

Tipicamente os equipamentos e tubulações que serão higienizados por um Sistema CIP são fabricados em aço inoxidável. O inibidor de corrosão nos aços inoxidáveis é a camada de óxido passivo que protege a superfície. Existem vários

tipos de aços inoxidáveis. O mais comumente utilizado é o não magnético da série 300 (tipos 304 e 316). Os aços inoxidáveis tipos 304 e 316 são bastante resistentes à corrosão e são facilmente soldáveis. Uma característica importante para os sistemas CIP é a de que os componentes devem ter projeto sanitário, isto é, não deverá haver lugares com reentrâncias onde possa ocorrer o desenvolvimento de microrganismos.

Nos Estados Unidos, as recomendações do FDA para a fabricação dos equipamentos a serem utilizados nas indústrias alimentícias estabelecem que "todos os equipamentos e utensílios, incluindo os fabricados em plástico, deverão ser projetados e fabricados para resistirem às condições de uso normal e ao desenvolvimento de saliências, empenamentos, corrosão localizada, lascas e ranhuras".

O acabamento das superfícies dos equipamentos e tubulações é um fator importante, pois os depósitos têm maior aderência em superfícies mais rugosas do que em superfícies lisas. Portanto, as superfícies dos equipamentos devem ser lisas, para facilitar a remoção destes depósitos. O acabamento sanitário padrão para os equipamentos usados na indústria alimentícia exige valores de  $\it Ra$  inferiores a 1  $\it \mu m$ . O  $\it Ra$  é a medida do acabamento de uma superfície e representa a média ponderada da altura das irregularidades da superfície.

Um sistema CIP eficiente utiliza produtos de limpeza e sanitização apropriados para cada aplicação. Um mesmo produto não é adequado para todos os usos. Os bons produtos de limpeza devem ser econômicos, não tóxicos, não corrosivos e não aglutinantes. Adicionalmente, devem poder ser usados em concentrações fáceis de medir além de serem estáveis durante o armazenamento e facilmente e completamente solúveis (MARRIOT, 1994).

Segundo **Maddox (1994)**, para que um sistema de limpeza e sanitização seja eficiente, deverão ser disponibilizados: (i) – um suprimento adequado de água de boa qualidade (potável), (ii) – o detergente correto para a aplicação, (iii) – o sanitizante correto para a aplicação e (iv) – um procedimento de limpeza adequado.

A função do detergente é a remoção da sujeira, enquanto a do sanitizante é a redução no número de microrganismos. Embora o uso de detergente, ao remover a sujeira elimine vários microrganismos mecanicamente, o uso de um sanitizante, desde que corretamente aplicado, destruirá quimicamente os microrganismos (MADDOX, 1994).

O processo de limpeza CIP pode ser executado tanto de forma manual como automática. Nos processos executados de forma manual, é o operador do processo quem executa as manobras necessárias nas válvulas equipamentos, bem como o controle dos parâmetros do processo, a saber: tempos, temperaturas e concentrações. Nos processos executados de forma automática, é tipicamente empregado um CLP para executar as sequências de operações requeridas e, assim, realizar um controle total sobre os parâmetros do processo (GORMEZANO, 2007; KUNIGK, 1998; GEDRAITE, 2010).

Os sistemas CIP modernos são controlados através de softwares que regulam automaticamente as concentrações, as temperaturas das soluções e suas taxas de escoamento. Registram o processo através da utilização de gráficos e interrompem-no, sempre que algum desvio ao previamente programado ocorrer (HONER, 1992). Contudo, de acordo com Fryer (2006), esses processos são altamente desenvolvidos e automatizados, porém raramente otimizados.

A automação do processo tem vantagens e desvantagens sobre o processo manual. **Marriot (1994)** apresenta as seguintes vantagens do processo automatizado em relação ao processo manual: (i) – confiabilidade de que todas as etapas foram realmente cumpridas, (ii) – confiabilidade de que os tempos das etapas foram obedecidos, (iii) – possibilidade de obter registro da atividade para efeito de fiscalização e ISO 9000, (iv) – redução de mão de obra (redução de custos), (v) – melhoria na higiene devido ao melhor controle das operações, (vi) – conservação das soluções utilizadas na limpeza, (vii) – melhoria na utilização dos equipamentos, pois estes podem ser higienizados imediatamente após o uso permitindo nova batelada ser iniciada **(GEDRAITE, 2011)**.

Dentre as desvantagens apresentadas pelo processo automatizado, pode-se citar: (i) – custo de implantação devido ao fato de que cada sistema tem características próprias que necessitam de projeto e equipamentos "customizados", (ii) – custo de manutenção é mais elevado devido à sofisticação do equipamento, (iii) – falta de flexibilidade no sistema caso haja variações nos equipamentos ou produtos a serem processados (MARRIOT, 1994).

As etapas que envolvem o sistema CIP de limpeza podem ser representadas conforme o fluxograma ilustrado na **Figura 1**. A operação do sistema CIP nada mais é do que a circulação de água e soluções químicas de limpeza pelas superfícies internas dos equipamentos, tubulações e tanques.

Pré-lavagem para redução dos resíduos remanescentes do processamento do produto alimentício

Pré-sanitização: escoamento de solução detergente nos tubos do trocador de calor por tempo e temperatura pré-determinados

Enxágue para remoção da solução detergente com água pré-aquecida e tempo definido pelo pH da água efluente

Sanitização: enxágue para esterilização do equipamento com água pré-aquecida circulando por tempo determinado

Enxágue final

Figura 1: Fluxograma das etapas do sistema CIP

Fonte: adaptado de Marriot (1994)

O primeiro passo de uma higienização CIP é preparação das soluções químicas que são armazenadas nos tanques. A preparação dessas soluções é realizada através da diluição de produtos químicos concentrados em um solvente, geralmente água. Essa diluição pode ser realizada manualmente, em sistemas CIP mais simples, ou através de controladores de condutividade e bombas dosadoras. Uma vez realizado a dosagem de produto, o sistema está pronto para entrar em operação (FORNI, 2007).

Adicionalmente, é executado o pré-aquecimento da água de pré-enxágue para evitar que ocorra o choque térmico no sistema a ser limpo. O aquecimento é feito até a temperatura típica de 50°C, sendo a água recuperada transportada através do sistema formado pelas tubulações e pelo equipamento de processo por meio de bomba centrífuga. A água de pré-enxágue efluente do equipamento do processo é descartada.

A segunda etapa consiste na limpeza do equipamento do processo com uma solução de hidróxido de sódio proveniente do tanque de hidróxido de sódio quente. Nesta etapa, uma solução de hidróxido de sódio (detergente) previamente preparada é encaminhada ao equipamento de processo para sua limpeza. Esta solução é aquecida até a temperatura adequada de trabalho (85°C) e é feito seu escoamento pelo processo em circuito fechado, retornando ao tanque de hidróxido de sódio quente.

A terceira etapa consiste no enxágue intermediário com água tratada proveniente da rede de utilidades. Tipicamente, esta água de enxágue intermediário é pré-aquecida a 50°C com o objetivo de manter aquecido todo o circuito a ser limpo. A etapa de enxágue intermediário visa remover o detergente (solução de hidróxido de sódio) do sistema. A água de enxágue efluente do equipamento de processo é retornada ao tanque de água recuperada, sendo a duração desta etapa definida pela condutividade elétrica da água efluente. A operação é interrompida quando a concentração de resíduos de hidróxido de sódio na água for inferior a um valor mínimo pré-estabelecido.

A quarta etapa consiste na limpeza do equipamento do processo com uma solução ácida proveniente do tanque ácido quente. Nesta etapa, uma solução ácida previamente preparada é encaminhada ao equipamento de processo para sua limpeza. Esta solução é aquecida até a temperatura adequada de trabalho (65°C) e é feito seu escoamento pelo processo em circuito fechado, retornando ao tanque de ácido quente. Por causar um desgaste maior em alguns componentes da linha de produção, essa etapa é pulada de tempos em tempos, caracterizando o sistema como não completo. Quando ela é realizada o sistema de limpeza é dito completo.

A quinta etapa consiste em outro enxágue intermediário com água tratada proveniente da rede de utilidades. Esta água de enxágue intermediário da etapa ácida é normalmente realizada à temperatura ambiente, com o objetivo de não volatizar o sanitizante. A etapa de enxágue intermediário visa remover a solução ácida do sistema. Semelhantemente com a etapa de enxágue da solução alcalina, a água de enxágue efluente do equipamento de processo é feita com retorno ao tanque de água recuperada, sendo a duração desta etapa definida pela condutividade elétrica da água efluente. A operação é interrompida quando a concentração de resíduos de solução ácida na água for inferior a um valor mínimo pré-estabelecido.

A presença de substâncias orgânicas e/ou inorgânicas, muitas vezes presentes em resíduos de detergentes, pode causar a perda de efetividade do sanitizante por reagir quimicamente com ele, além de proteger fisicamente os microrganismos da ação do agente químico (HONER, 1992). Por isso é de fundamental importância que a superfície seja adequadamente enxaguada antes da utilização do sanitizante.

A sexta etapa consiste na passagem da solução de sanitizante na temperatura ambiente. Esta etapa do processo de higienização tem por objetivo a eliminação de microrganismos patogênicos e a redução do número de microrganismos deterioradores até níveis considerados seguros (ANDRADE; MACEDO, 1996; LEITÃO, 1975; REED, 1992).

Por fim, há o enxágue com a passagem de água a temperatura ambiente visando retirar resíduos do sanitizante dos equipamentos antes de reiniciar a produção. Por haver desgaste nas partes de borracha de válvulas e bombas, nem sempre é realizada a etapa ácida do CIP, realizando-se apenas a etapa com a solução alcalina. No entanto o CIP é dito completo quando há a realização da etapa ácida.

É importante destacar que mesmo com o sistema CIP implantado na indústria, algumas partes do sistema devem ser higienizadas manualmente como estruturas presentes em tanques tais como agitadores, gaxetas, coletores de amostras, válvulas e em envasadoras como copos e pistões, correntes de movimentação e calefatores (BARNARD; IVKOVICH; CAULEER, 1992).

## **3 MATERIAIS E MÉTODOS**

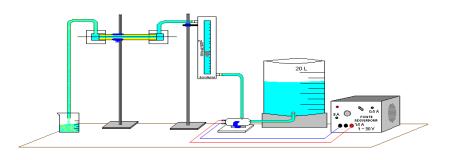
#### 3.1 Materiais Utilizados

Para realização deste trabalho foram utilizados basicamente um computador portátil de processador Intel(R) Core(TM) 2 Duo CPU T5750 2.00GHz, o aplicativo tipo planilha eletrônica e o conjunto de resultados experimentais obtidos por **Correa (2013)**. Adicionalmente, por uma questão de disponibilidade e popularidade, optou-se pelo uso da planilha eletrônica Excel™ da Microsoft™.

### 3.2 Metodologia Empregada

Os valores experimentais de concentração de resíduo de leite presente na solução efluente de detergente alcalino (solução de hidróxido de sódio) foram coletados por **Correa (2013)**, empregando a facilidade experimental mostrada na **Figura 2**. A seção de testes era formada por um trecho de tubo construído em aço inoxidável 316, com 16 mm de diâmetro interno e 150 mm de comprimento.

Figura 2: Facilidade experimental pesquisada



Fonte: adaptado de Correa (2013)

Foi considerado que o valor de velocidade de escoamento do fluido usada por **Chen et al (2004)** estivesse contido no intervalo de velocidades testado. Uma vez estabelecido o valor da velocidade de escoamento do fluido de limpeza (detergente), a próxima etapa consistiu na preparação da solução de hidróxido de sódio que foi utilizada como detergente. Esta solução de NaOH foi preparada com concentração de 0,5 % em massa **(CORREA, 2013)**.

Considerando o fato de que não havia informações prévias sobre qual era o comprimento de onda no qual se verificava a maior absorção da radiação ultravioleta para o produto utilizado nos testes (solução de leite em pó), **Correa (2013)** optou em seu trabalho por proceder ao levantamento experimental deste comprimento de onda. Este procedimento consistiu na determinação da curva de absorbância em função da concentração de resíduos de leite na solução de hidróxido de sódio. Foram preparadas amostras de solução de NaOH contendo resíduos de leite nas seguintes composições: 5 ppm, 10 ppm, 25 ppm, 50 ppm, 75 ppm e 100 ppm. Tomando-se por base a solução de hidróxido de sódio com 100 ppm de resíduos de leite, foi feita a análise da variação do índice de absorbância em função do comprimento de onda da radiação UV.

Utilizando-se as amostras anteriormente preparadas, **Correa (2013)** obteve a curva de calibração, a partir da qual foi possível a determinação do comportamento da concentração de resíduos de leite em pó na solução detergente. Uma vez obtida a curva de calibração no espectrofotômetro UV, foi possível realizar os ensaios de limpeza dos resíduos de leite aderidos à parede do tubo da seção de testes.

Os ensaios de limpeza realizados por **Correa (2013)** consistiram em fazer escoar a solução detergente através da seção de testes por um intervalo de tempo igual a 4 minutos, com velocidades de 0,2 m/s e 0,5 m/s. As amostras da solução efluente da seção de testes foram recolhidas de forma manual, com intervalo de tempo entre as coletas de amostras de 30 segundos.

## **4 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

### 4.1 Curva de Calibração

Na **Tabela 1**, são apresentadas as informações obtidas por **Correa (2013)** acerca dos resultados utilizados para a construção da curva de calibração obtidos por diferentes comprimentos de onda avaliados no espectrofotômetro disponível no NUCBIO/FEQUI.

Tabela 1: Concentração versus absorbância por comprimento de onda

230 nm		280 nm		600 nm	
Conc. (ppm)	Absorb.	Conc. (ppm)	Absorb.	Conc. (ppm)	Absorb.
100	0,05	100	0,029	100	0,007
75	0,046	75	0,024	75	0,005
50	0,019	50	0,016	50	0,004
25	0,015	25	0,012	25	0,002
10	0,011	10	0,007	10	0,001
5	0,02	5	0,003	5	0

Fonte: Correa (2013)

Uma vez que os resultados obtidos apresentaram maior faixa de variação para o comprimento de onda de  $280 \, nm$  (R² = 0,981), a curva de calibração apresentada na **Figura 3** foi adotada para a conversão dos valores de absorbância em concentração.

Figura 3: Curva de calibração considerada

0,035
0,03
1 0,025
0,02
0,01
0,005
0 20 40 60 80 100
concentração (ppm)

Fonte: adaptado de Correa (2013)

Assim, para o comprimento de onda de  $280 \ nm$ , a concentração de leite em uma solução coletada no experimento pode ser calculada em função do valor da absorbância medida pelo espectrofotômetro, com o emprego da **Equação (1)**.

$$C(t)[ppm] = 3.333,33 \cdot Absorb(t) - 12,33 \tag{1}$$

## 4.2 Análise da concentração em função do tempo

Na **Tabela 2**, são apresentadas as informações obtidas por **Correa (2013)** acerca dos resultados relativos ao comportamento temporal da variação da concentração de leite na solução de hidróxido de sódio que deixa o tubo de testes com a velocidade de 0,2 m/s (Re = 3.200).

**Tabela 2:** Comportamento temporal da variação da concentração de leite na solução de NaOH na velocidade de 0,2 m/s

de leite lla solução de Naoli lla velocidade de 0,2 lli/s			
t (s)	amostra	Absorb.	Concentração (ppm)
0	1	0,041	124,33
30	2	0,026	74,34
60	3	0,018	47,67
90	4	0,019	51
120	5	0,014	34,34
150	6	0,0215	59,34
180	7	0,017	44,34
210	8	0,019	51
240	9	0,017	44,34

Fonte: Correa (2013)

Na **Tabela 3**, são apresentadas as informações obtidas por **Correa (2013)** acerca dos resultados relativos ao comportamento temporal da variação da concentração de leite na solução de hidróxido de sódio que deixa o tubo de testes com a velocidade de 0,5 m/s (Re = 8.000).

**Tabela 3:** Comportamento temporal da variação da concentração da leita na colveção da NaCU na valacidade da 0.5 m/s

de leite na solução de NaOH na velocidade de 0,5 m/s

de leite ha solação de Maori ha Velocidade de 0/5 m/5			
t (s)	amostra	Absorb.	Concentração (ppm)
0	1	0,195	637,60
30	2	0,1	320,97
60	3	0,095	304,30
90	4	0,105	337,64
120	5	0,075	237,65
150	6	0,07	220,98
180	7	0,07	220,98
210	8	0,055	170,99
240	9	0,05	154,32

Fonte: Correa (2013)

Com base nos valores apresentados na **Tabela 2** e na **Tabela 3** foram construídos os gráficos apresentados na **Figura 4** e **Figura 5**, respectivamente. Estes ilustram o comportamento temporal das concentrações de leite presentes na solução detergente de NaOH efluente da seção de testes estudada para cada umas das velocidades consideradas.

140 120 80 80 60 40 20 0 50 100 150 200 250 tempo (seg.)

Figura 4: Concentração de leite na solução de NaOH para 0,2 m/s

Fonte: o próprio autor

Para poder comparar o comportamento da cinética de remoção considerando os dois valores de vazão estudados, foi necessário normalizar os valores

experimentais, apresentando os mesmos na **Tabela 4** e na **Figura 6**. Procedendo desta maneira eliminou-se a diferença de concentração inicial entre as amostras coletadas. Apesar do cuidado adotado por **Correa (2013)** na etapa de incrustação durante a realização dos experimentos, é praticamente impossível garantir níveis de incrustação idênticos entre diferentes corridas **(BRASILEIRO, 2021)**.

concentração (ppm) tempo (seg.)

Figura 5: Concentração de leite na solução de NaOH para 0,5 m/s

Fonte: o próprio autor

Tabela 4: Variação normalizada da concentração de leite na solução de NaOH

t (seg)	Conc 0,2 (-)	Conc 0,5 (-)
0	1,000	1,000
30	0,598	0,503
60	0,383	0,477
90	0,410	0,530
120	0,276	0,373
150	0,477	0,347
180	0,357	0,347
210	0,410	0,268
240	0,357	0,242

Fonte: o próprio autor

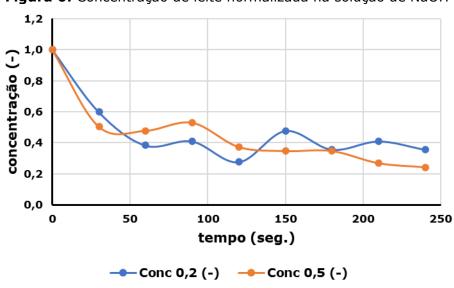


Figura 6: Concentração de leite normalizada na solução de NaOH

Fonte: o próprio autor

Pode-se observar que as duas cinéticas de remoção apresentam comportamento muito próximo no que diz respeito à velocidade de decaimento da concentração nos trechos iniciais das curvas de concentração normalizada. Esta constatação permite inferir que os valores de velocidade utilizados apresentaram contribuição praticamente idêntica para a remoção dos resíduos, não sendo possível afirmar que um dos valores de velocidade estudados foi significativamente melhor.

De maneira semelhante, os valores finais de concentração normalizada – considerando as sete últimas amostragens – apresentaram valores próximos, sendo iguais a  $(0,40\pm0,06)$  para a velocidade de 0,2 m/s e  $(0,30\pm0,10)$  para a velocidade de 0,5 m/s. Sob o ponto de vista estatístico não se pode afirmar que existem diferenças significativas entre os valores obtidos experimentalmente pois as barras de erro se sobrepõem em diversos valores amostrados. Na **Figura** 7 é apresentado o mesmo gráfico da **Figura 6** com as barras de erro correspondentes.

Os resultados obtidos experimentalmente podem ser considerados coerentes e adequados, pois o emprego de baixas velocidades de escoamento tendem a promover pouca turbulência e, deste modo, tendem a apresentar pequena

contribuição no mecanismo de remoção dos resíduos, justificando a variabilidade apresentada nos valores experimentalmente medidos.

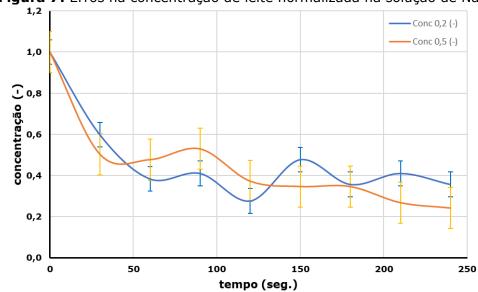


Figura 7: Erros na concentração de leite normalizada na solução de NaOH

Fonte: o próprio autor

Os comportamentos observados estão coerentes com aquele apresentado no trabalho desenvolvido por **Chen et al (2004)**, com a ressalva de que estes autores utilizaram um espectrofotômetro com sistema contínuo de amostragem, o que proporcionou resultados de qualidade muito melhor.

Em que pese o fato de que os regimes de escoamento empregados serem classificados como regimes de escoamento turbulentos (Re > 2.300), os valores de concentração normalizada medidos experimentalmente ficaram próximos, sugerindo que a turbulência provocada pelo fluido ao escoar não tenha sido suficientemente elevada.

Outro ponto que merece atenção reside no fato de que as concentrações utilizadas nos experimentos não foram as mesmas, podendo este fator afetar de maneira significativa a remoção do resíduo de leite. Importante destacar que este fator não foi avaliado neste trabalho.

## **5 CONCLUSÃO**

Neste trabalho foi avaliado o comportamento da cinética de remoção de resíduos de leite com o emprego de solução detergente alcalina à base de hidróxido de sódio com concentração igual a 0,5% m/m, utilizando informações disponíveis na literatura.

O emprego de valores baixos de velocidade mostrou que o comportamento da cinética de remoção não apresentou diferenças significativas, permitindo inferir que, sob o ponto de vista estatístico, os dois processos são praticamente idênticos.

Os resultados obtidos neste trabalho se mostraram compatíveis com os publicados por pesquisadores que avaliaram o emprego de baixos valores de velocidade de escoamento. Deve ser destacado que os resultados obtidos apresentam elevada variabilidade nos valores de condutividade em decorrência da amostragem manual do processo em nosso caso, que não permitiu obter uma representação mais detalhada da cinética de remoção.

Sob a ótica da economia de insumos no processo de limpeza CIP, seria mais interessante utilizar a menor velocidade de escoamento, a qual permitiria o emprego de menor volume de solução detergente alcalino em cada batelada realizada, favorecendo o seu reuso.

Um ponto que merece destaque diz respeito ao fato de que menores velocidades de escoamento implicam em maior tempo gasto no processo de limpeza. Assim, seria necessário avaliar o impacto do maior tempo de limpeza no custo operacional do processo de limpeza CIP.

## **REFERÊNCIAS**

ANDRADE, N. J.; MACEDO, J. A. B. **Higienização na indústria de alimentos.** São Paulo: Livraria Varela, 1996. 182 p.

BANSAL, B.; CHEN, X. D. **A critical review of milk fouling in heat exchangers.** Comprehensive reviews in food science and food safety, v. 5, n. 2, p. 27-33, april 2006.

BARNARD, S. E.; IVKOVICH, M.; CAULEER, P. Processing procedures and sanitation practices to extend the keeping quality of fluid milk. Dairy, food and environmental sanitation, v. 12, n. 2, p. 66-68, fev. 1992.

BRASILEIRO, R.G. **Estratégia de controle de sistema CIP baseada em múltiplos modelos.** Uberlândia – MG: Faculdade de Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, 2021. Mestrado.

CHEN, X.D.; OZKANY, N.; QIN, F.; XIN, H.; LIN, L. **An effective CIP procedure for removing dairy protein based deposit – A Laboratory investigation.** *In:* Watkinson P.; Muller-Steinhagen, H.; Malayeri, R (editors). ECI Conference on heat exchanger fouling and cleaning fundamentals and applications, Santa Fe, New Mexico, paper 44, 07p. 2004.

CORREA, L.S. Estudo da cinética de remoção de resíduos de leite usando bancada experimental. Uberlândia, MG: Universidade Federal de Uberlândia. Faculdade de Engenharia Química, 2013. Relatório de Estágio.

FORNI, R. **Projeto Mecânico de um Sistema de Higienização CIP.** São Paulo, SP: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia mecânica, 2007. Trabalho de Formatura.

FORSYTHE, S.J.; HAYES, P.R. **Higiene de los alimentos, microbiología y HACCP.** 2. ed. Zaragoza: Editorial Acribia, 489 p., 2002.

FRYER P.J.; BELMAR-BEINY M.T. Fouling of heat exchangers in the food industry: a chemical engineering perspective. Trends in Food Science & Technology, v. 2, p. 33 -37, 1991.

FRYER, P.J.; CHRISTIAN, G.K.; LIU, W. **How hygiene happens: physics and chemistry of cleaning.** International Journal of Dairy Technology, v. 59, n. 2, p. 76-84, 2006.

GEDRAITE, R.; KUNIGK, L.; RIBEIRO, S.; MELERO Jr., V.; VASCONCELOS, F.; SISLIAN, R. (2010). **Experimental investigation about the milk protein based deposit removal kinetics**. *World congress on communication and arts, WCCA*, Guimarães- Portugal.

GEDRAITE, R.; Estudo da otimização de sistema de limpeza CIP visando à minimização dos gastos com insumos. Projeto de Pesquisa - Edital CNPq 14/2011, (2011).

GORMEZANO, L. Desenvolvimento e implementação de sistema para avaliar a cinética de remoção de resíduos presentes nos tubos de trocador de calor feixe tubular. São Caetano do Sul, SP: CEUN-IMT, 2007. Mestrado.

HARROLD, D. **Automate CIP, track pipe status.** Control Engineering, Dez. 2000.

HONER, C. Sanitation: front and center. Dairy Field, p. 16-23, mar. 1992.

KUNIGK L. **Ação do ácido peracético sobre microrganismos contaminantes do processo cervejeiro.** São Paulo – SP: Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade de São Paulo, 1998. Doutorado.

LEITÃO, M. F. F. **Limpeza e desinfecção na indústria de alimentos.** Boletim do Instituto de Tecnologia de Alimentos, Campinas, v. 43, p. 1-35, set. 1975.

MARRIOT, N. G. **Principles of Food Sanitation.** Springer Science + Business Media Inc, 416 p. New York-U.S.A., 1994.

MROZEK, H. **Detergency and disinfection.** Journal of the Society of Dairy Technology, v. 38, n. 4, p. 119-121, out. 1985.

REED, G. H. J. **The cleaning process - some definitions of terms.** Dairy, Food and Environmental Sanitation, v. 12, p. 612-613, set. 1992.

TURNER, D. W. **Hygiene in the dairy industry.** Dairy Industries International, v. 47, p. 11-17, jul. 1982.