

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS

**ESTUDO DA GRANULAÇÃO DE SUCO DE
ACEROLA DESIDRATADO EM LEITO
FLUIDIZADO**

GUSTAVO CÉSAR DACANAL

Engenheiro de Alimentos

Prof.^a Dr.^a FLORENCIA CECÍLIA MENEGALLI

Orientadora

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia de Alimentos da
Universidade Estadual de Campinas, como parte dos requisitos necessários
para a obtenção do Título de Mestre em Engenharia de Alimentos.

- CAMPINAS/ SP, 2005 -

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA F.E.A. – UNICAMP

D115e Dacanal, Gustavo César
Estudo da granulação de suco de acerola desidratado em leito
fluidizado / Gustavo César Dacanal. – Campinas, SP: [s.n.],
2005.

Orientador: Florência Cecília Menegalli
Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de
Campinas.Faculdade de Engenharia de Alimentos.

1.Granulação. 2.Aglomeração. 3.Instantaneização. 4.Leito
fluidizado. 5.Acerola. I.Menegalli, Florência Cecília.
II.Universidade Estadual de Campinas.Faculdade de Engenharia
de Alimentos. III.Título.

cars-fea

Palavras-chave em inglês (Keywords): Granulation, Agglomeration, Instantization, Fluidized bed,
Acerola

Titulação: Mestre em Engenharia de Alimentos

Banca examinadora: Florência Cecília Menegalli

Oswaldir Pereira Taranto

Rosiane Lopes da Cunha

Sandra Cristina dos Santos Rocha

BANCA EXAMINADORA

Profa. Dra. Florencia Cecília Menegalli
(Orientadora)

Prof. Dr. Osvaldir Pereira Taranto
(Membro)

Profa. Dra. Rosiane Lopes da Cunha
(Membro)

Profa. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha
(Membro)

AGRADECIMENTOS

À Professora Dra. Florencia Cecília Menegalli, pela paciência na orientação e dedicação e motivação em todas as etapas do trabalho.

Ao Conselho Nacional de Pesquisa e Desenvolvimento (CNPq).

Ao Grupo Centro-Flora, pelo fornecimento da matéria-prima.

Aos professores integrantes da banca, Dr. Osvaldir Pereira Taranto, Dra. Rosiane Lopes da Cunha e Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha.

Aos professores integrantes do exame de qualificação, Dra. Mirian Dupas Hubinger e Dr. Luiz Antonio Viotto.

Aos professores do DEA, pela dedicação nas disciplinas.

Ao professor Dr. Vanildo Luiz Del Bianchi e demais professores da Faculdade de Engenharia de Alimentos da UNESP.

A todos os funcionários da FEA e UNICAMP.

Aos amigos Alfredo, David, Divair, Silmar, e demais companheiros (as) de laboratório e de estudo.

À Vanessa, pelo carinho e amizade nos momentos importantes.

Aos meus pais Paulo e Beatriz, irmãs Cristiane e Débora, tio Maurício, pelo auxílio e motivação nesta e em todas as etapas de minha vida.

Aos meus avós Flaminio, Marieta, José e Hercília, e todos familiares e antepassados.

MUITO OBRIGADO!

ÍNDICE

| | |
|---|-------------|
| LISTA DE FIGURAS..... | xi |
| LISTA DE TABELAS..... | xv |
| RESUMO..... | xvii |
| ABSTRACT | xix |
| NOMENCLATURA | xxi |
| 1 INTRODUÇÃO | 1 |
| 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA..... | 5 |
| 2.1 A acerola..... | 5 |
| 2.2 Princípios de adesão entre partículas..... | 7 |
| 2.2.1 Pontes sólidas | 8 |
| 2.2.2 Pontes líquidas..... | 9 |
| 2.2.3 Forças de van der Waals e eletrostáticas | 12 |
| 2.3 Mecanismos de aglomeração..... | 14 |
| 2.3.1 Umidificação e nucleação..... | 15 |
| 2.3.2 Consolidação e coalescência | 19 |
| 2.4 Aglomeração de alimentos em pó | 21 |
| 2.4.1 Aglomeração por umidificação | 21 |
| 2.4.2 Aglomeração por secagem..... | 22 |
| 2.4.3 Aglomeração por compressão | 23 |
| 2.5 Granulação na indústria alimentícia | 23 |
| 2.6 Propriedades obtidas por instantaneização..... | 25 |
| 3 MATERIAIS E MÉTODOS..... | 29 |
| 3.1 Matéria prima | 29 |
| 3.2 Descrição do equipamento..... | 29 |
| 3.2.1 Sistema de ventilação de medição de vazão de ar | 29 |
| 3.2.2 Sistema de aquecimento e medição de temperatura | 30 |
| 3.2.3 Leito fluidizado | 30 |
| 3.2.4 Sistema de umidificação por aspersão..... | 31 |
| 3.3 Operação do equipamento | 33 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 3.4 | Propriedades psicrométricas | 35 |
| 3.5 | Caracterização da matéria prima e produtos..... | 38 |
| 3.5.1 | Distribuição de tamanho de partículas e determinação do diâmetro médio de partículas 38 | |
| 3.5.2 | Teor de umidade | 39 |
| 3.5.3 | Solubilidade | 39 |
| 3.5.4 | Tempo de instantaneização..... | 41 |
| 3.5.5 | Densidade do leito e porosidade..... | 45 |
| 3.6 | Escolha das faixas de operação do equipamento..... | 45 |
| 3.6.1 | Temperatura do ar de fluidização | 45 |
| 3.6.2 | Velocidade do ar de fluidização | 46 |
| 3.6.3 | Vazão de ar no bico aspersor | 47 |
| 3.6.4 | Posição do bico aspersor | 48 |
| 3.7 | Planejamento experimental | 48 |
| 3.8 | Cinética de aglomeração..... | 49 |
| 3.9 | Representação dos resultados | 50 |
| 4 | RESULTADOS E DISCUSSÕES | 51 |
| 4.1 | Análises químicas e físicas da matéria prima..... | 51 |
| 4.2 | Determinação das propriedades psicrométricas do ar | 51 |
| 4.3 | Influência das variáveis de processo na granulação | 56 |
| 4.3.1 | Diâmetro médio de partículas..... | 58 |
| 4.3.2 | Conteúdo de umidade | 59 |
| 4.3.3 | Tempo de instantaneização..... | 61 |
| 4.3.4 | Solubilidade..... | 62 |
| 4.3.5 | Porosidade do leito | 64 |
| 4.3.6 | Formação de torrões | 65 |
| 4.3.7 | Incrustação..... | 65 |
| 4.4 | Seleção dos parâmetros de processo..... | 65 |
| 4.5 | Cinética de granulação..... | 67 |
| 4.5.1 | Diâmetro médio de partícula | 67 |
| 4.5.2 | Caracterização morfológica..... | 71 |
| 4.5.3 | Conteúdo de umidade | 89 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 4.5.4 | Tempo de instantaneização..... | 90 |
| 4.5.5 | Solubilidade..... | 91 |
| 4.5.6 | Porosidade do leito..... | 92 |
| 4.5.7 | Incrustação de produto..... | 93 |
| 4.5.8 | Outras observações importantes..... | 94 |
| 5 | CONCLUSÕES..... | 95 |
| 6 | SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS..... | 97 |
| 7 | REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS..... | 99 |
| 8 | ANEXOS..... | 103 |
| 8.1 | Calibração do equipamento e acessórios..... | 103 |
| 8.2 | Resultados referentes aos cálculos das propriedades psicrométricas do ar..... | 105 |
| 8.3 | Resultados das análises realizadas nos ensaios de planejamento experimental, Cinética I e Cinética II..... | 107 |
| 8.4 | Resultados referentes às análises de distribuição de tamanho de partículas obtidas nos ensaios de planejamento experimental, Cinética I e Cinética II..... | 110 |

LISTA DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 1: Representação esquemática dos mecanismos de ligação mais importantes em aglomerados (PIETSCH, 2003)..... | 8 |
| Figura 2: Diferentes estados de saturação das pontes líquidas (IVESON <i>et al.</i> , 2001a)..... | 9 |
| Figura 3: Representação de uma ponte líquida entre duas esferas de mesmo diâmetro (IVESON <i>et al.</i> , 2001a)..... | 10 |
| Figura 4: Força de adesão F de uma ponte líquida entre duas esferas de mesmo diâmetro em função da distância adimensional a/x para uma embebição completa (ângulo de contato $\delta = 0$). O parâmetro das curvas é a razão entre o volume de líquido V_L que constitui a ponte líquida e o volume da esfera V_s (SCHUBERT, 1987)..... | 11 |
| Figura 5: Razão F/W (força de adesão por peso de uma esfera) entre duas esferas de mesmo diâmetro, para vários mecanismos de adesão entre partículas em função do diâmetro da esfera (SCHUBERT, 1987)..... | 14 |
| Figura 6: Esquema do processo de granulação (a) Descrição tradicional; (b) Descrição moderna (IVESON <i>et al.</i> , 2001a)..... | 15 |
| Figura 7: Distribuição de tamanho dos núcleos obtida a diferentes velocidades de partículas no granulador (LITSTER <i>et al.</i> , 2001)..... | 17 |
| Figura 8: Mapa dos regimes de nucleação (HAPGOOD & LITSTER, <i>publicação em andamento</i>)..... | 18 |
| Figura 9: Mapa dos regimes de crescimento os grânulos (IVESON & LITSTER, 1998)..... | 20 |
| Figura 10: Principais etapas na aglomeração por umidificação (SCHUBERT, 1993)..... | 22 |
| Figura 11: Típicos comportamentos de produtos instantaneizados durante a embebição em líquido (HOGEKAMP & SCHUBERT, 2003)..... | 26 |
| Figura 12: Explicação dos estados estacionário e não-estacionário do processo de embebição de uma camada de material particulado (SCHUBERT, 1993)..... | 27 |
| Figura 13: Penetração de uma camada de pó no líquido com e sem inchaço das partículas (SCHUBERT, 1993)..... | 28 |
| Figura 14: Esquema do leito fluidizado. A – Ventilador; B – Válvula gaveta; C – Resistência elétrica; D – Regulador de voltagem; E – Desvio do ar; F – Placa orifício; G – Termopar; H – Placa distribuidora de ar; I – Coletor de amostras; J – Câmara de acrílico (leito); K – Bico aspersor; L – Alimentação do leito; M – Ciclone..... | 32 |
| Figura 15: Fotografia do granulador..... | 33 |
| Figura 16: Esquema do dispositivo de agitação utilizado no teste de solubilidade..... | 40 |
| Figura 17: Esquema do dispositivo utilizado para determinar o tempo de instantaneização (HOGEKAMP & SCHUBERT, 2003)..... | 41 |

| | |
|--|----|
| Figura 18: Fotografia do instantaneizador..... | 43 |
| Figura 19: Representação das etapas de aquecimento e umidificação do ar fluidizante..... | 52 |
| Figura 20: Etapas de aquecimento e umidificação do ar – Plan. Experimental (75°C; 0,25m/s; $\dot{m}_{lb} = 2\text{ml/min}$)..... | 53 |
| Figura 21: Etapas de aquecimento e umidificação do ar – Plan. Exper./ Cinética I (75°C; 0,45m/s; $\dot{m}_{lb} = 2\text{ml/min}$)..... | 53 |
| Figura 22: Etapas de aquecimento e umidificação do ar – Plan. Experimental (90°C; 0,25m/s; $\dot{m}_{lb} = 2\text{ml/min}$)..... | 54 |
| Figura 23: Etapas de aquecimento e umidificação do ar – Plan. Experimental (90°C; 0,45m/s; $\dot{m}_{lb} = 2\text{ml/min}$)..... | 54 |
| Figura 24: Etapas de aquecimento e umidificação do ar – Plan. Experimental (82,5°C; 0,35m/s; $\dot{m}_{lb} = 2\text{ml/min}$)..... | 54 |
| Figura 25: Etapas de aquecimento e umidificação do ar – Cinética II (75°C; 0,45m/s; $\dot{m}_{lb} = 1\text{ml/min}$)..... | 54 |
| Figura 26: Representação do resultado de diâmetro médio de partícula da matéria-prima, média dos ensaios e efeito estatisticamente significativo a 95% de confiança..... | 59 |
| Figura 27: Representação do resultado de conteúdo de umidade (base seca) da matéria-prima, média dos ensaios e efeitos estatisticamente significativos a 95% de confiança..... | 60 |
| Figura 28: Representação do resultado de tempo de instantaneização da matéria-prima, média dos ensaios e efeitos estatisticamente significativos a 95% de confiança..... | 62 |
| Figura 29: Representação da fração de produto não-solubilizado para a matéria-prima, média dos ensaios e efeitos estatisticamente significativos a 95% de confiança..... | 63 |
| Figura 30: Representação do resultado de porosidade do leito para a matéria-prima, média dos ensaios e efeitos estatisticamente significativos a 95% de confiança..... | 64 |
| Figura 31: Diâmetro médio de partícula ao longo do tempo de aglomeração..... | 67 |
| Figura 32: Distribuição de tamanho de partícula em função do tempo de aglomeração..... | 69 |
| Figura 33: Fração mássica (x_i) do diâmetro de partícula (d_{pi}) ao longo do tempo de aglomeração ($\dot{m}_{lb} = 2\text{ml/min}$ - Cinética I)..... | 69 |
| Figura 34: Distribuição de tamanho de partícula em função do tempo de aglomeração..... | 70 |
| Figura 35: Fração mássica (x_i) do diâmetro de partícula (d_{pi}) ao longo do tempo de aglomeração ($\dot{m}_{lb} = 1\text{ml/min}$ - Cinética II)..... | 70 |
| Figura 36: Suco de acerola desidratado..... | 71 |
| Figura 37: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro menor que 38 μm (a).. | 73 |

| | |
|---|-----|
| Figura 38: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro menor que 38 μ m (b).. | 73 |
| Figura 39: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 38 e 53 μ m (a).. | 75 |
| Figura 40: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 38 e 53 μ m (b).. | 75 |
| Figura 41: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 53 e 75 μ m (a).. | 77 |
| Figura 42: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 53 e 75 μ m (b).. | 77 |
| Figura 43: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 75 e 106 μ m (a). | 79 |
| Figura 44: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 75 e 106 μ m (b). | 79 |
| Figura 45: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 106 e 150 μ m (a). | 81 |
| Figura 46: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 106 e 150 μ m (b). | 81 |
| Figura 47: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 150 e 212 μ m..... | 83 |
| Figura 48: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 212 e 300 μ m..... | 83 |
| Figura 49: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 300 e 425 μ m..... | 85 |
| Figura 50: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 425 e 600 μ m..... | 85 |
| Figura 51: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 600 e 850 μ m..... | 87 |
| Figura 52: Micrografia do suco de acerola desidratado por <i>spray dryer</i> (Matéria prima).. | 87 |
| Figura 53: Conteúdo de umidade (b.s.) ao longo do tempo de aglomeração. | 89 |
| Figura 54: Diâmetro médio de partícula por conteúdo de umidade. | 90 |
| Figura 55: Tempo de instantaneização ao longo do tempo de aglomeração. | 91 |
| Figura 56: Fração de produto não-solubilizado ao longo do tempo de aglomeração..... | 92 |
| Figura 57: Porosidade total do leito ao longo do tempo de aglomeração..... | 92 |
| Figura 58: Percentual de perda de produto por incrustação ao longo do tempo de granulação..... | 93 |
| Figura 59: Curva de calibração da placa orifício..... | 103 |
| Figura 60: Curva de calibração dos sensores de temperatura..... | 104 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|---|-----|
| Tabela 1: Composição química do fruto da acerola em diferentes estágios de maturação (VENDRAMINI & TRUGO, 2000)..... | 6 |
| Tabela 2: Composição química da polpa de acerola e suco de acerola desidratado (SOARES <i>et al.</i> , 2001). | 7 |
| Tabela 3: Propriedades psicrométricas do ar..... | 36 |
| Tabela 4: Equações de balanço para determinação das propriedades psicrométricas do ar ambiente, ar fluidizante e ar umedecido e vazão de líquido condensado..... | 37 |
| Tabela 5: Peneiras utilizadas nas análises granulométricas..... | 38 |
| Tabela 6: Variáveis independentes e respectivos intervalos de estudo. | 48 |
| Tabela 7: Planejamento Experimental Fracionário 2^{4-1} | 49 |
| Tabela 8: Parâmetros de processo utilizados no estudo da cinética de granulação. | 50 |
| Tabela 9: Análise da composição química do suco de acerola desidratado | 51 |
| Tabela 10: Propriedades físicas do suco de acerola desidratado | 51 |
| Tabela 11: Temperaturas médias do ar na saída do leito durante o processo de granulação. | 53 |
| Tabela 12: Condições de processo utilizadas nos ensaios do planejamento experimental e os valores médios de resposta obtidos em cada experimento. | 57 |
| Tabela 13: Resultados do efeito, desvio padrão, valor t, valor p e limites de confiança, provenientes do planejamento fatorial fracionário para o diâmetro médio de partículas..... | 58 |
| Tabela 14: Resultados do efeito, desvio padrão, valor t, valor p e limites de confiança, provenientes do planejamento fatorial fracionário para a porcentagem de umidade final do produto em base seca..... | 60 |
| Tabela 15: Resultados do efeito, desvio padrão, valor t, valor p e limites de confiança, provenientes do planejamento fatorial fracionário para tempo de instantaneização..... | 62 |
| Tabela 16: Resultados do efeito, desvio padrão, valor t, valor p e limites de confiança, provenientes do planejamento fatorial fracionário para a solubilidade..... | 63 |
| Tabela 17: Resultados do efeito, desvio padrão, valor t, valor p e limites de confiança, provenientes do planejamento fatorial fracionário para a porosidade total do leito..... | 64 |
| Tabela 18: Escolha dos parâmetros de processo mais adequados..... | 66 |
| Tabela 19: Propriedades psicrométricas do ar nos pontos 1, 2 e 3 e fração de líquido condensado (ponto 4) para a temperatura e velocidade do ar de fluidização iguais a 75°C e 0,25m/s e vazão de líquido atomizado igual a 2ml/min. | 105 |

| | |
|---|-----|
| Tabela 20: Propriedades psicrométricas do ar nos pontos 1, 2 e 3 para a temperatura e velocidade do ar de fluidização iguais a 75°C e 0,45m/s e vazão de líquido atomizado igual a 2ml/min..... | 105 |
| Tabela 21: Propriedades psicrométricas do ar nos pontos 1, 2 e 3 e fração de líquido condensado (ponto 4) para a temperatura e velocidade do ar de fluidização iguais a 90°C e 0,25m/s e vazão de líquido atomizado igual a 2ml/min. | 105 |
| Tabela 22: Propriedades psicrométricas do ar nos pontos 1, 2 e 3 para a temperatura e velocidade do ar de fluidização iguais a 90°C e 0,45m/s e vazão de líquido atomizado igual a 2ml/min..... | 106 |
| Tabela 23: Propriedades psicrométricas do ar nos pontos 1, 2 e 3 para a temperatura e velocidade do ar de fluidização iguais a 82,5°C e 0,35m/s e vazão de líquido atomizado igual a 2ml/min..... | 106 |
| Tabela 24: Propriedades psicrométricas do ar nos pontos 1, 2 e 3 para a temperatura e velocidade do ar de fluidização iguais a 75°C e 0,45m/s e vazão de líquido atomizado igual a 1ml/min..... | 106 |
| Tabela 25: Resultados das análises de umidade, tempo de instantaneização, solubilidade e porosidade para os ensaios do planejamento experimental. | 107 |
| Tabela 26: Resultados das análises de diâmetro médio de partícula, densidade do leito e densidade do sólido para os ensaios do planejamento experimental..... | 107 |
| Tabela 27: Resultados das análises de umidade, tempo de instantaneização, solubilidade e porosidade para os ensaios da Cinética I. | 108 |
| Tabela 28: Resultados das análises de densidade do leito, diâmetro médio de partícula e rendimento do processo para os ensaios da Cinética I. | 108 |
| Tabela 29: Resultados das análises de umidade, tempo de instantaneização, solubilidade e porosidade para os ensaios da Cinética II..... | 109 |
| Tabela 30: Resultados das análises de densidade do leito, diâmetro médio de partícula e rendimento do processo para os ensaios da Cinética II. | 109 |
| Tabela 31: Fração mássica (%) e diâmetro médio de partículas (μm) referentes aos ensaios do Planejamento Fatorial Fracionário (ensaios 1 a 6). | 110 |
| Tabela 32: Fração mássica (%) e diâmetro médio de partículas (μm) referentes aos ensaios do Planejamento Fatorial Fracionário (ensaios 7 a 12). | 110 |
| Tabela 33: Fração mássica (%) e diâmetro médio de partículas (μm) referentes aos ensaios da Cinética I (tempo de 1 a 6 minutos)..... | 111 |
| Tabela 34: Fração mássica (%) e diâmetro médio de partículas (μm) referentes aos ensaios da Cinética I (tempo de 6 a 10 minutos)..... | 111 |
| Tabela 35: Fração mássica (%) e diâmetro médio de partículas (μm) referentes aos ensaios da Cinética II (tempo de 0 a 20 minutos). | 112 |

RESUMO

Neste trabalho foram estudadas as modificações obtidas nas propriedades físicas de suco de acerola concentrado e seco em *spray dryer* após o processo de aglomeração por umidificação em leito fluidizado. O equipamento utilizado foi um leito fluidizado, operado em batelada, construído em material acrílico. Como ferramenta de estudo das principais variáveis que influenciam o processo de granulação, utilizou-se um planejamento fatorial fracionário 2^{4-1} . Os ensaios do planejamento foram realizados variando-se as seguintes condições operacionais: temperatura e velocidade do ar fluidizante, vazão de ar inserido pelo bico aspersor e posição do bico aspersor no interior do leito. O produto granulado foi analisado através dos testes de: diâmetro médio das partículas, conteúdo de umidade, tempo de instantaneização, solubilidade e porosidade do leito. A partir dos efeitos obtidos no planejamento experimental, os parâmetros de processo mais adequados foram selecionados. Nestas condições de melhor rendimento de processo, foram realizadas duas cinéticas de granulação, utilizando-se diferentes vazões de líquido atomizado. As propriedades psicrométricas do ar nas etapas de aquecimento e umidificação foram determinadas em todas as condições de processo. Verificou-se que o crescimento de partículas ocorre devido ao aumento da umidade no interior do leito e conseqüente acréscimo do conteúdo de umidade do produto. Entretanto, o aumento excessivo da umidade relativa acarreta num decréscimo do rendimento de processo, devido à formação de torrões e incrustação de produto. A formação de pequenos grânulos também acarreta num aumento das propriedades de instantaneização do produto, reduzindo o tempo de instantaneização e a fração de material não-solubilizado.

Palavras-chave: Granulação, aglomeração, instantaneização, leito fluidizado, acerola.

ABSTRACT

The objective of this work was to study the modifications in the physical properties of acerola powder, dried in spray dryer, by wet-agglomeration process in fluidized bed. The equipment used was a batch fluidized bed built in acrylic material. To study of the principal variables in granulation process, a 2^{4-1} fractional factorial design was used as statistical tool. The experimental runs of the factorial design were made varying the following operating conditions of the equipment: fluidizing air temperature and velocity, flow of the atomizing air and the height of nozzle in the bed. Several physical properties were measured to evaluate the granulated product, as the: average particle size, humidity percentage, wetting time, solubility and bed porosity. Through of the effects obtained in the experimental design, the better process conditions were selected. In these conditions, when there is major productivity, the granulation kinetics was measured with two different atomizing liquid flow. The psychometrics properties of air in the heating and wetting steps were determined in all experiments. It was verified that the particles enlargement occurs when the relative humidity in the bed increases and, consequently, the moisture of the product increases. However, the excessive increasing of the relative humidity results in a decreasing of the productivity, caused by caking and product incrustation. The consolidation of small granules results in an increasing of the instant properties, decreasing the wetting time and the percentage of non-soluble material.

Keywords: Granulation, agglomeration, instantization, fluidized bed, acerola.

NOMENCLATURA

| | |
|----------------|---|
| $2h$ | Distância de separação entre as partículas |
| a | Raio das partículas |
| \dot{A} | Fluxo de partículas por uma determinada área |
| Ar | Número de Arquimedes |
| ALT | Posição do bico aspersor no leito |
| c_1, c_2 | Cargas elétricas por unidade de área |
| d_d | Diâmetro médio de gotícula |
| d_p | Diâmetro de partícula |
| DMP | Diâmetro médio de partícula |
| E_p | Energia de interação de van der Waals |
| f_{aglom} | Formação de aglomerados |
| F | Força de adesão de uma ponte líquida entre duas esferas |
| $F_{el,i}$ | Força de adesão para partículas eletricamente não-condutoras |
| F_{vdW} | Forças de van der Waals |
| g | Aceleração de gravidade |
| h | Altura da camada de pó no instante t |
| h_0 | Altura inicial da camada de pó |
| H | Entalpia |
| INC | Presença (+) ou ausência (-) de incrustação ao final do processo. |
| m | Vazão mássica total |
| m_a | Vazão mássica de ar seco |
| m_w | Vazão mássica de água |
| \dot{m}_{lb} | Vazão mássica de líquido atomizado pelo bico aspersor |
| \dot{m}_{lc} | Vazão de líquido condensado não incorporado ao ar |
| m_1 | Massa inicial de amostra |
| m_2 | Massa final de amostra |

| | |
|------------|--|
| N | Número total de repetições |
| P | Peso da esfera |
| POR | Porosidade total do leito fixo |
| QB | Vazão de ar inserido através do bico aspersor |
| r_d | Raio da gotícula |
| rh | Umidade relativa |
| Re_{mf} | Número de Reynolds para velocidade mínima de fluidização |
| R_{pore} | Raio do poro |
| s_{max} | Índice de saturação do grânulo |
| s | Desvio padrão |
| S | Grau de saturação dos poros |
| SOL | Fração de material não solubilizado em 1min de agitação |
| t | Temperatura de bulbo seco |
| t_s | Tempo de embebição |
| t_p | Tempo de penetração da gotícula |
| td | Temperatura de ponto de orvalho |
| tw | Temperatura de bulbo úmido |
| TAR | Temperatura do ar de fluidização |
| TI | Tempo de instantaneização |
| TOR | Presença (+) ou ausência (-) de torrões ao final do processo |
| UBS | Conteúdo de umidade em base seca |
| U | Diferença de potencial |
| U_c | Velocidade efetiva de colisão no granulador |
| U_{mf} | Velocidade mínima de fluidização |
| U_t | Velocidade terminal das partículas |
| v | Volume específico |
| VAR | Velocidade do ar de fluidização |
| \dot{V} | Vazão volumétrica |
| V_o | Volume total de líquido |

| | |
|------------------|---|
| V_L | Volume de líquido que constitui a ponte |
| V_s | Volume da esfera |
| V_{tot} | Vazão volumétrica total |
| x, x_1 e x_2 | Diâmetro da esfera |
| x_i | Fração mássica de amostra retida em cada peneira |
| \bar{x} | Média dos resultados |
| w | Razão entre a massa de líquido e a massa de sólido |
| W | Umidade absoluta (massa de água por massa de ar seco) |

SÍMBOLOS GREGOS

| | |
|----------------------|----------------------------------|
| ε | Porosidade do leito |
| ε_t | Porosidade total |
| ε_{\min} | Porosidade mínima do grânulo |
| ϕ_s | Esfericidade da partícula |
| γ_{LV} | Tensão superficial do líquido |
| μ | Viscosidade do líquido |
| μ_f | Viscosidade do ar de fluidização |
| θ | Ângulo de contato |
| ρ_f | Densidade do ar de fluidização |
| ρ_g | Densidade do grânulo |
| ρ_l | Densidade do leito |
| ρ_{liq} | Densidade do líquido |
| ρ_s | Densidade do sólido |
| σ_r, σ | Constantes dielétricas |
| Y_g | <i>Dynamic yield stress</i> |
| Ψ_a | Fluxo adimensional de aspersão |

1 INTRODUÇÃO

Com a crescente demanda de produtos prontos para o uso, os alimentos produzidos pelas indústrias têm sido projetados para facilitar o seu preparo entre os consumidores.

Os consumidores procuram mais conforto, e a conveniência tornou-se uma palavra-chave no preparo de alimentos. A não disponibilidade de tempo para a preparação de alimentos durante a jornada diária gera um aumento no consumo de comidas prontas para o uso, como por exemplo, sopas instantâneas, produtos prontos a base de vegetais, produtos alimentícios congelados, sobremesas instantâneas, e misturas para bebidas.

A exigência na qualidade e nas propriedades de matérias primas em pó também é de crescente interesse por aqueles que estão envolvidos com as etapas de processamento. Além de procurarem por produtos que permitem fácil transporte e manuseio, as companhias enfocam na redução da sujeira do ambiente de trabalho e dos funcionários, que é causada pela emissão de finos. Assim, os atuais processos tecnológicos procuram meios de alterar a estrutura do produto, sem prejudicar as propriedades de dispersão do sistema. O alvo de produção de um produto instantaneizado é caracterizado pelo seu comportamento em se reconstituir, umedecer e solubilizar rapidamente em líquido, e a aglomeração é capaz de fornecer estas características.

Quando comparados com estados finamente dispersos, leitos contendo aglomerados apresentam melhores propriedades de escoamento, permitindo operações livres de sujeiras e fácil mistura, devido às menores tendências de adesão. Os produtos aglomerados também podem ser transportados e medidos mais facilmente, e, em geral, possuem melhores propriedades obtidas por instantaneização (rápida dissolução e dispersão em líquidos). Além disso, os aglomerados também podem ser produzidos com o objetivo de modificar a densidade de empacotamento, o que possibilita condições mais favoráveis de estocagem. Assim, o objetivo da aglomeração é sempre a melhora do produto, além de aperfeiçoar a sua forma e aparência (SCHUBERT, 1993).

Em geral, a aglomeração pode ser realizada por dois diferentes tipos de processos: agitação e compressão. Na indústria o termo granulação é utilizado para se referir à aglomeração por agitação. Durante a granulação o material particulado pode ser introduzido no processo, em modo contínuo ou batelada. Dentre os processos que utilizam a aglomeração por agitação destacam-se o leito fluidizado, discos e tambores rotativos, e misturadores. Apesar da grande diversidade de equipamentos e processos, o princípio da granulação baseia-se na atomização de um líquido ligante sobre um leito de partículas em agitação. Portanto, a qualidade do produto final depende da intensidade da agitação e mistura entre as partículas sólidas e o líquido adicionado.

Em particular, o leito fluidizado é muito utilizado em processos de granulação nas indústrias alimentícias, farmacêuticas e agro-químicas. Devido às elevadas velocidades de circulação das partículas e excelente homogeneização do leito, o produto obtido durante a granulação em leito fluidizado pode apresentar perfis de distribuição de tamanho de partículas em forma de pico, ou seja, o tamanho dos grânulos produzidos pode ser bastante uniforme. A granulação em leito fluidizado também possui outras qualidades importantes, como elevadas taxas de transferência de massa e calor, o que propicia uma rápida secagem e endurecimento do líquido atomizado na superfície das partículas e conseqüente consolidação das pontes sólidas que constituem os grânulos.

Na indústria alimentícia, os produtos obtidos pela secagem em *spray dryer* geralmente são caracterizados por possuírem diminutos tamanhos de partículas, apresentando-se na forma de um pó seco. Estes produtos normalmente apresentam difícil rehidratação e reconstituição em líquido, fazendo-se necessário o uso de misturadores de alta potência para que ocorra uma adequada dispersão.

Dentre os inúmeros produtos alimentícios desidratados por *spray dryer*, somente uma pequena parcela (como por exemplo: leite em pó, chá e café solúvel e preparos a base de cacau) é submetida a uma subseqüente etapa de granulação. Assim, seria adequado estudar as tecnologias emergentes, como é o caso da instantaneização de finos através da granulação, utilizando-se outros tipos de produto. Pelo fato do Brasil ser um grande produtor e exportador de sucos de fruta concentrado e desidratado em *spray dryer*, torna-se

válido estudar de que maneira as propriedades de instantaneização de sucos de fruta em pó são incrementadas quando se modifica a estrutura das partículas por aglomeração.

Assim, o objetivo deste trabalho foi verificar a aplicabilidade do processo de granulação em leito fluidizado para suco de acerola seco em *spray dryer* e analisar as principais alterações nas propriedades físicas do suco de acerola desidratado (ex: diâmetro médio das partículas, conteúdo de umidade, tempo de instantaneização, solubilidade e porosidade do leito), após a etapa de granulação.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 A ACEROLA

A acerola (*Malpighia puniceifolia* L.), é uma planta proveniente da América Central que tem sido largamente cultivada na América do Sul, incluindo o Brasil, devido às boas adaptações ao clima e solo (VENDRAMINI & TRUGO, 2000). Pelo fato de possuir um elevado conteúdo de ácido ascórbico e apresentar sabor e textura agradáveis ao paladar do consumidor, nos últimos anos a acerola vem sendo cada vez mais comercialmente explorada.

O fruto da *Malpighia puniceifolia* L. pesa aproximadamente 4 gramas, com 80% do peso comestível (ANSEJO & MOSCOBO, 1950), e dependendo do estágio de maturação e fertilização do solo pode apresentar coloração verde suave, amarelo-alaranjado ou vermelho escuro brilhante. Após ser coletado da planta, o fruto *in natura* possui curto período de vida prateleira (2 a 3 dias), caso estocado a temperatura ambiente (VENDRAMINI & TRUGO, 2000).

Segundo ARAÚJO & MINAMI (1994), o Brasil é um dos maiores produtores e consumidores de acerola no mundo, destacando a região Sudeste brasileira, que consome cerca de 5 a 6 mil toneladas de frutos por ano, seguida pelo mercado japonês e europeu, com um consumo de aproximadamente 2,5 mil toneladas cada.

O crescente interesse no cultivo da acerola é devido ao fato de ser uma das fontes naturais mais ricas em ácido ascórbico (1028 a 4676mg/100g), com teores comparáveis aos encontrados no camu-camu (*Myrciaria dúbia*), fruto de planta nativa da Amazônia que possui conteúdo de vitamina C próximo a 2.950mg por 100g de polpa integral (ANDRADE *et al.*, 1991) e a fruta cabeludinha (*Eugenia tomentosa*) com cerca de 2.500 – 2.900mg/100g (FONSECA *et al.*, 1969).

O suco de acerola também pode ser utilizado para enriquecer outros sucos escassos em ácido ascórbico. Adicionando-se uma pequena quantidade de polpa ao suco enriquecido (1:10), pode-se obter uma mistura com teor de ácido ascórbico superior ao encontrado em suco de laranja (ANSEJO & MOSCOBO, 1950).

LEME JR. *et al.* (1973) estudaram a estabilidade do ácido ascórbico durante a liofilização e armazenamento da polpa de acerola. Constatou-se que, utilizando-se esta técnica de desidratação, a perda de ácido ascórbico no processo foi mínima, entre 3,6 a 6,4%, e que a perda média mensal variou de 0,9 a 1,1% durante o armazenamento a temperatura ambiente.

VENDRAMINI & TRUGO (2000) fizeram a caracterização da composição química do fruto de acerola para os três diferentes estágios de maturação do fruto (Tabela 1).

Tabela 1: Composição química do fruto da acerola em diferentes estágios de maturação (VENDRAMINI & TRUGO, 2000).

| Constituintes | Estágios de maturação | | |
|------------------------------|-----------------------|----------------------------|----------------------|
| | Imatura (Verde) | Intermediária (Amarela) | Madura (Vermelha) |
| Vitamina C (mg/100g) | 2164 | 1065 | 1074 |
| Proteína (%) | 1,2 | 0,9 | 0,9 |
| Cinzas (%) | 0,4 | 0,4 | 0,4 |
| Umidade (%) | 91,0 | 92,4 | 92,4 |
| Sólidos solúveis (%) | 7,8 | 7,7 | 9,2 |
| ↳ Açúcares redutores (%) | 3,3 | 4,2 | 4,4 |
| ↳ Açúcares não-redutores (%) | 1,1 | 0,1 | - |

SOARES *et al.* (2001) estudaram a desidratação da polpa de acerola. A polpa foi formulada e desidratada em estufa de secagem com circulação de ar, a uma temperatura de 60 a 70°C por um período de 90 minutos, obtendo-se um produto em pó, com umidade final de 7,2%. Os autores também fizeram a caracterização da composição química do fruto nos estados de polpa e suco desidratado (Tabela 2).

Tabela 2: Composição química da polpa de acerola e suco de acerola desidratado (SOARES *et al.*, 2001).

| Constituintes | Polpa de acerola | | Suco de acerola desidratado | |
|--------------------------|------------------|--------|-----------------------------|--------|
| | Média | Desvio | Média | Desvio |
| Vitamina C (mg/100g) | 1620 | 30 | 15160 | 120 |
| Proteína (%) | 1,27 | 0,05 | 9,05 | 1,20 |
| Cinzas (%) | 0,46 | 0,03 | 3,41 | 0,41 |
| Umidade (%) | 89,82 | 0,05 | 7,24 | 0,15 |
| Sólidos solúveis (°Brix) | 6,44 | 0,29 | 62,30 | 0,27 |
| Açúcares redutores (%) | 5,49 | 0,15 | 43,22 | 1,14 |
| Lipídios (%) | 0,21 | 0,04 | 4,18 | 0,78 |

2.2 PRINCÍPIOS DE ADESÃO ENTRE PARTÍCULAS

A aglomeração é um processo de aumento do tamanho de partículas e pode ocorrer pela formação de pequenos grânulos gerados por meio da colisão e aderência entre partículas unitárias, ou pela formação de uma camada em torno de um núcleo, no qual as partículas colidem. A força de ligação pode ser proveniente das forças de van der Waals ou eletrostáticas, ou pela formação de pontes sólidas, geradas a partir de síntese química, cristalização ou adição de um líquido ligante.

O trabalho pioneiro de RUMPF (1958) apresenta um resumo completo dos vários mecanismos de ligação, que podem ser classificados pela presença ou não de substâncias ligantes.

A união de partículas pode ser realizada pela formação de pontes líquidas ou sólidas. As pontes sólidas podem ser formadas por sinterização, reação química nos pontos de contato, endurecimento do material ligante ou pela cristalização de materiais dissolvidos. As pontes líquidas são formadas pela ação da capilaridade entre a partícula e o fluido, ou por um ligante de alta viscosidade. Na ausência de substâncias ligantes, as forças de van der Waals são os principais mecanismos de ligação, seguido pela atuação de forças eletrostáticas, que podem ser atrativas ou repulsivas. A ligação entre as partículas também

pode ocorrer mecanicamente, pelo encaixe superficial de partículas fibrosas (PIETSCH, 2003).

A Figura 1 ilustra alguns destes principais mecanismos de aglomeração.

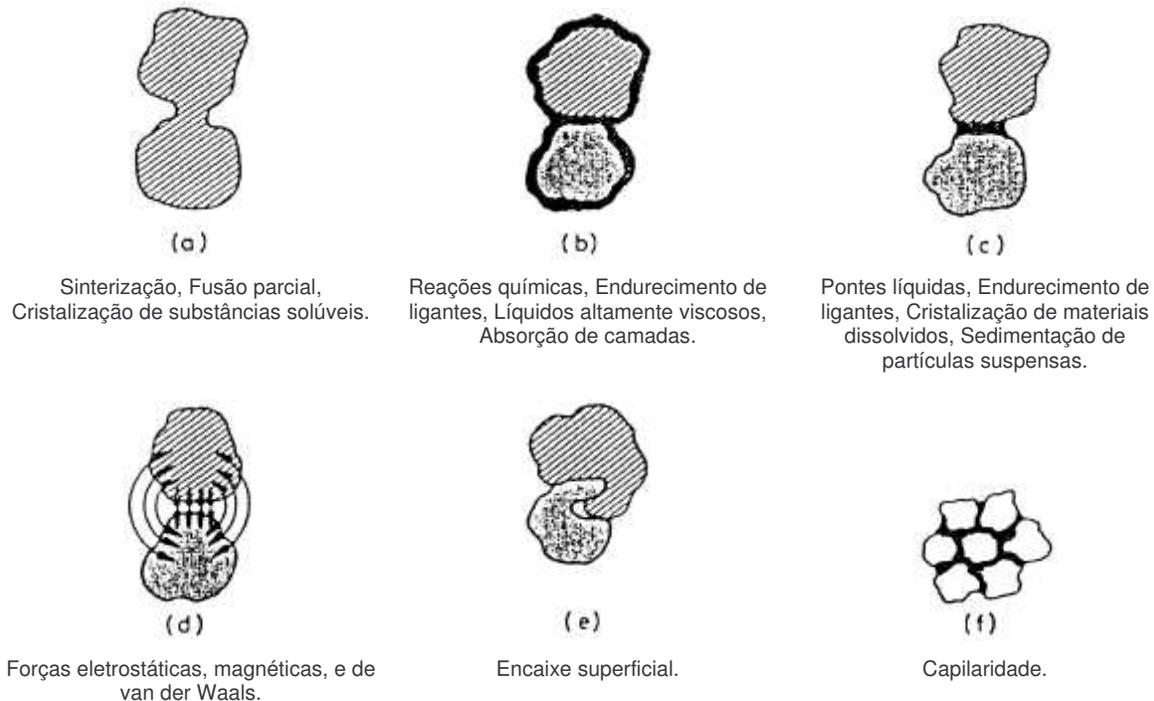


Figura 1: Representação esquemática dos mecanismos de ligação mais importantes em aglomerados (PIETSCH, 2003).

2.2.1 Pontes sólidas

SCHUBERT (1981) descreveu a formação de pontes sólidas pela adesão por sinterização, as quais se formam nos pontos de contato entre as partículas sólidas, quando expostas a temperatura elevada. Este processo inicia-se em temperaturas próximas a 60% da temperatura de fusão dos principais componentes, e produz aglomerados resistentes. Em baixas temperaturas, praticamente não ocorre este mecanismo de ligação. A atuação da pressão torna-se importante em partículas maiores que $1\mu m$, quando acima de 1 bar. Também se deve esperar que os aglomerados obtidos neste processo se contraíam, o que gera tensões internas, que podem reduzir a resistência da partícula.

A formação de pontes sólidas também pode ser realizada pela recristalização e mudanças de estruturas entre as partículas. Neste mecanismo, o efeito mais importante é

exercido pela água, a qual se encontra em concentrações desprezíveis. Apenas com a umidade ambiente, pode ocorrer uma pequena dissolução do açúcar nos pontos de contato entre as partículas, e conseqüente formação de pontes líquidas. Posteriormente, após a secagem das partículas, ocorre a recristalização, e formação de pontes sólidas.

Outro mecanismo de formação de pontes sólidas é realizado pela cristalização de materiais dissolvidos. Este processo pode ser realizado pela adição de líquidos que promovem a dissolução da camada superficial das partículas, ou pela de adição de substâncias dissolvidas no líquido, caso as partículas não sejam solúveis. Em ambos os casos, os aglomerados são produzidos pelo aumento da intensidade das forças de adesão, oriundas da formação de pontes líquidas, que, quando cristalizadas pelo processo de secagem, formam as pontes sólidas.

O encaixe superficial entre partículas pode ocorrer durante a agitação ou compressão de partículas fibrosas, por exemplo. Entretanto, na maioria dos casos, este é o mecanismo que menos contribui para a formação de grânulos.

2.2.2 Pontes líquidas

A aglomeração de partículas por meio de ligações líquidas pode ser realizada a diferentes níveis de saturação de líquido. A Figura 2 mostra os principais estados de saturação de líquido que podem acarretar na formação de um grânulo.

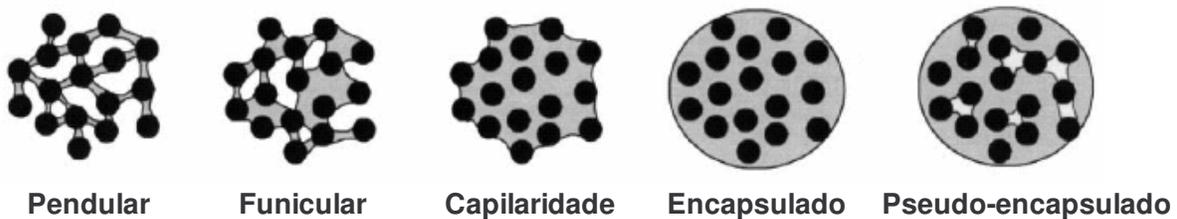


Figura 2: Diferentes estados de saturação das pontes líquidas (IVESON *et al.*, 2001a).

No estado pendular as pontes líquidas se formam apenas nos pontos de contato entre as partículas. O estado capilar ocorre devido à completa saturação dos poros do grânulo, entretanto a superfície externa do grânulo não é recoberta com líquido. O estado funicular é a transição entre o estado pendular e o capilar, onde os poros ainda não estão totalmente preenchidos com líquido. O encapsulamento ocorre quando a superfície externa das

partículas é totalmente recoberta por uma camada de líquido. Por fim, o estado de pseudo-encapsulamento ocorre quando a partícula encapsulada possui alguns poros vazios, que não foram preenchidos pelo líquido (IVESON et al., 2001a).

Segundo SCHUBERT (1981), a quantidade de líquido no grânulo é descrita pelo grau de saturação S das cavidades, que é determinado pela razão entre o volume de líquido e a porosidade da partícula. A transição entre estado pendular e o estado funicular ocorre quando $0,2 \leq S \leq 0,4$. A completa adesão por capilaridade ocorre quando $S \geq 0,8$.

A ligação entre partículas por meio de um líquido é realizada pela formação de pontes líquidas, geradas pela ação da capilaridade do líquido sobre a superfície sólida das partículas, devido à tensão superficial do líquido, como mostra a Figura 3.

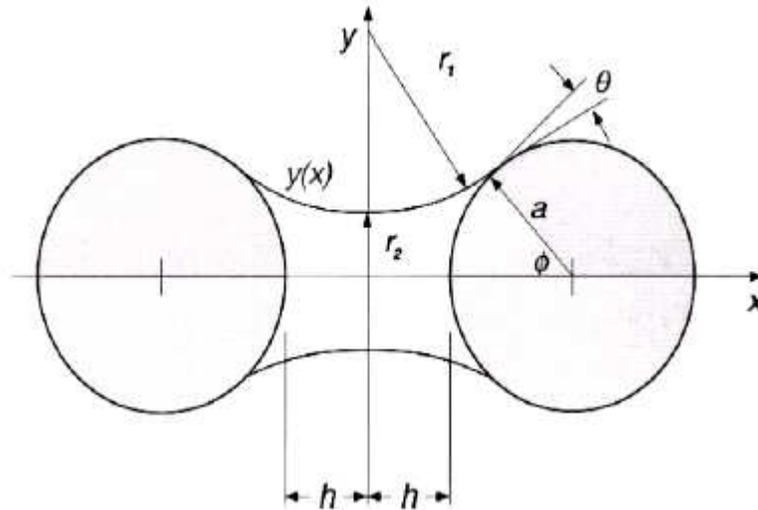


Figura 3: Representação de uma ponte líquida entre duas esferas de mesmo diâmetro (IVESON et al., 2001a).

A intensidade destas forças pode ser calculada pela Equação 1 para as condições em que $V_L/a^3 < 0,001$ (WILLET et al., 2001).

$$\frac{F}{2\pi a \gamma_{LV}} = \frac{\cos \theta}{1 + 2,1 \left(\frac{h^2 a}{V_L} \right)^{\frac{1}{2}} + 10 \left(\frac{h^2 a}{V_L} \right)} \quad (1)$$

Onde a representa o raio das partículas, $2h$ a distância de separação entre as partículas, V_L o volume de líquido que constitui a ponte, γ_{LV} a tensão superficial e θ o ângulo de contato. Pode-se observar que a força de ligação é proporcional à tensão de adesão ($\gamma_{LV} \cos \theta$) que o líquido exerce sobre o sistema.

A Figura 4 mostra a influência das forças de adesão entre duas esferas de mesmo diâmetro x . Observa-se que nas situações em que as ligações líquidas são formadas por grandes volumes de líquido, as forças de adesão são pouco influenciadas pela distância entre as partículas. Porém, quando o volume de líquido que forma a ponte é diminuto, a força de adesão é fortemente influenciada pela distância de separação.

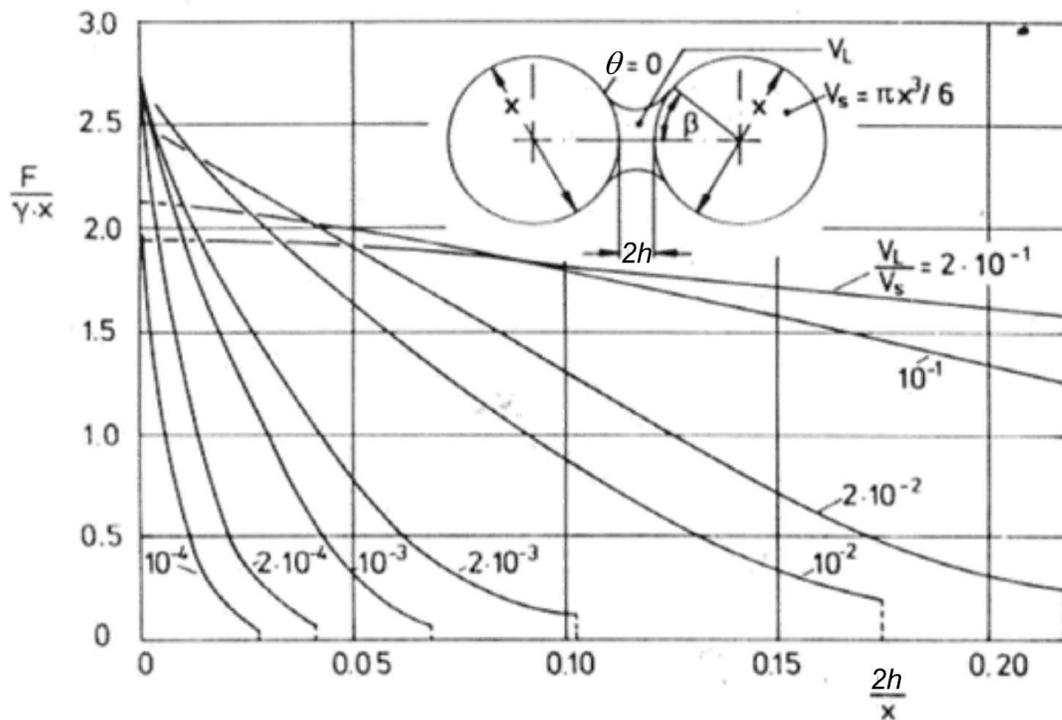


Figura 4: Força de adesão F de uma ponte líquida entre duas esferas de mesmo diâmetro em função da distância adimensional $2h/x$ para uma embebição completa (ângulo de contato $\theta = 0$). O parâmetro das curvas é a razão entre o volume de líquido V_L que constitui a ponte líquida e o volume da esfera V_s (SCHUBERT, 1987).

2.2.3 Forças de van der Waals e eletrostáticas

Na ausência de materiais ligantes, as forças intermoleculares e eletrostáticas são os principais mecanismos de ligação entre partículas muito finas. Estas ligações têm maior efeito em partículas menores que $1\mu\text{m}$, formando aglomerados espontaneamente quando sob agitação. Entretanto, para partículas mais grossas, estas forças de atração são insuficientes para contrabalancear o peso da partícula, e a adesão ocorre somente se houver aplicação de pressão.

As forças de van der Waals (F_{vdW}) resultam das interações entre momentos dipolar de átomos e moléculas. Estas forças estão sempre presentes e influenciam consideravelmente a adesão de partículas. Para duas esferas de diâmetros x_1 e x_2 , com as superfícies separadas por uma distância a , a força de atração pode ser calculada de acordo com a Equação 2 (SCHUBERT, 1987).

$$F_{\text{vdW}} = \frac{E_p x_1 x_2}{16\pi(x_1 + x_2)2h^2} \quad (2)$$

Onde E_p é a energia de interação de van der Waals, que dependendo do material pode ter valores entre 10^{-19} e 2×10^{-18} J. A força de van der Waals é máxima para as partículas que estão em contato uma com a outra; Assume-se que as partículas estejam em contato quando a distância entre elas for de $2h = a_0 = 0,4\text{nm}$. A Equação 2 é aplicada apenas para esferas ideais (partículas que tenham a superfície lisa e rígida) e para esferas sobre superfícies planas ($x_1/x_2 \rightarrow 0$).

A atração eletrostática ocorre quando duas partículas possuem cargas opostas. A força de atração pode ser derivada de campos eletrostáticos. O efeito eletrostático deve ser diferenciado entre partículas condutoras e não-condutoras.

Para partículas eletricamente não-condutoras, constituídas por isolantes elétricos ideais, a força de adesão $F_{el,i}$ pode ser calculada pela Lei de Coulomb (SCHUBERT, 1987):

$$F_{el,i} = \frac{\pi c_1 c_2 U^2 x_1^2 x_2^2}{\sigma_r \sigma (x_1 + x_2 + 2(2h))} \quad (3)$$

Onde x_1 e x_2 são os diâmetros das esferas, c_1 e c_2 são cargas elétricas por unidade de área, σ_r e σ são constantes dielétricas (relativa e absoluta) do meio circundante, e $2h$ é a distância entre as superfícies das esferas.

No caso de partículas condutoras, as cargas podem movimentar-se livremente na superfície, concentrando-se na face mais próxima da superfície em que se localiza a partícula de carga oposta. Para duas esferas condutoras, a força de atração entre duas partículas pode ser calculada por:

$$F_{el,c} = \frac{\pi \sigma_r \sigma U^2 x_1^2 x_2^2}{2 (x_1 + x_2) 2h} \quad (4)$$

Onde U é a diferença de potencial com valores entre 0,1 e 0,7V (SCHUBERT, 1987).

As Equações 3 e 4 aplicam-se apenas para esferas ideais (partículas que tenham a superfície lisa e rígida) e para esferas sobre superfícies planas ($x_1 / x_2 \rightarrow 0$).

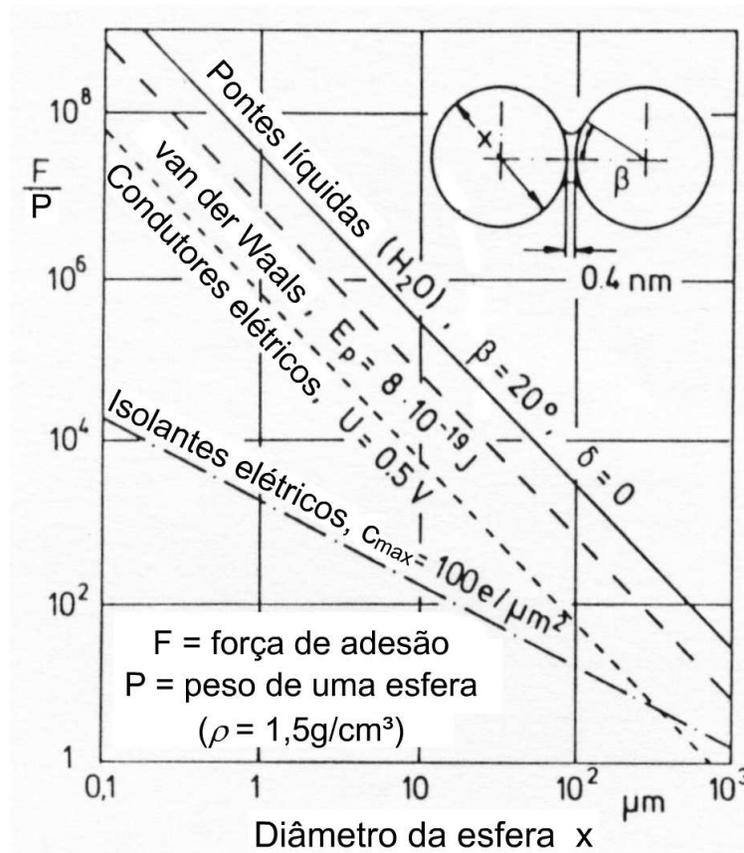


Figura 5: Razão F/P (força de adesão por peso de uma esfera) entre duas esferas de mesmo diâmetro, para vários mecanismos de adesão entre partículas em função do diâmetro da esfera (SCHUBERT, 1987).

A Figura 5 mostra que a razão entre as forças de adesão e o peso das partículas é inversamente proporcional à raiz quadrada do diâmetro médio das partículas ($F/P \propto x^{-2}$), exceto para a adesão eletrostática de materiais não-condutores ($F_{el,i}/P \propto x^{-1}$). A adesão entre partículas decresce na ordem: Pontes líquidas, forças de van der Waals e forças eletrostáticas.

2.3 MECANISMOS DE AGLOMERAÇÃO

Com exceção dos processos que utilizam compressão e fusão de componentes, a maioria dos processos de granulação utiliza um líquido ligante, que é, normalmente, atomizado sobre o leito de partículas secas. Várias indústrias utilizam este processo,

podendo-se destacar as indústrias farmacêuticas, alimentícias, produtos agrícolas e indústrias metalúrgicas.

Segundo IVESON *et al.* (2001a), por muitos anos as etapas de granulação foram descritas pelos diferentes mecanismos mostrados na Figura 6a. Entretanto é cada vez mais comum encontrar trabalhos que relatam o mecanismo de granulação como sendo a combinação dos três mecanismos descritos pela Figura 6b.

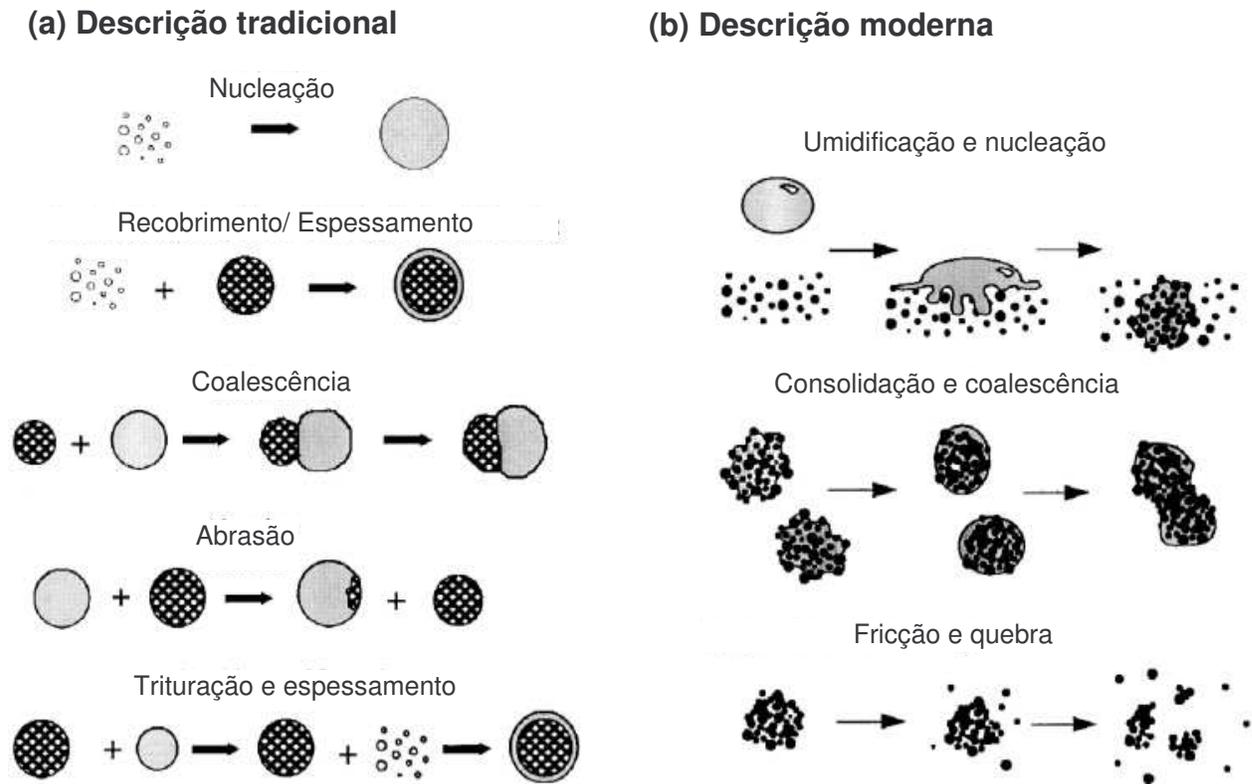


Figura 6: Esquema do processo de granulação (a) Descrição tradicional; (b) Descrição moderna (IVESON *et al.*, 2001a)

Os Itens 2.3.1 e 2.3.2 apresentam um resumo das etapas de “umidificação e nucleação” e “crescimento e consolidação”, respectivamente.

2.3.1 Umidificação e nucleação

A etapa inicial em todos os processos de granulação úmida é a distribuição de um líquido ligante sobre um leito de partículas secas. À medida que o pó passa pela zona de

aspersão, as gotículas de líquido penetram no leito de partículas por capilaridade e formam núcleos.

A nucleação ideal ocorre quando cada gotícula forma um núcleo. De acordo com LITSTER (2003), esta condição ideal é favorecida quando a nucleação possui um controle de gotículas. Para isto, as gotículas não devem se concentrar excessivamente na superfície do leito, caso contrário, a aglomeração de grânulos ocorreria até a formação de torrões. As gotículas também devem penetrar rapidamente no leito de partículas antes de se coalescerem com outras gotículas na superfície de pó. Caso estas condições não sejam encontradas, o líquido será distribuído irregularmente na zona de aspersão e, neste caso, é necessário o uso de misturadores.

O excesso de gotículas sobre a superfície do leito pode ser controlado pelo fluxo adimensional de aspersão Ψ_a (IVESON *et al.*, 2001a). Na zona de aspersão, as gotículas produzidas pelo bico aspersor, a uma vazão volumétrica \dot{V} (m³/s) e com um diâmetro médio de gotícula d_d , são projetadas sobre uma superfície do leito de partículas com fluxo \dot{A} (m²/s). Assim, o fluxo adimensional de aspersão Ψ_a pode ser calculado pela Equação 5. Deve-se ressaltar que a superfície do leito é transversal à zona de aspersão.

$$\Psi_a = \frac{3\dot{V}}{2\dot{A}d_d} \quad (5)$$

A Figura 7 mostra os diferentes perfis de distribuição de tamanho de núcleos obtidos em diferentes do fluxo de aspersão. Neste caso, a variação de Ψ_a é decorrente da variação da velocidade das partículas (m/s) através da zona de aspersão ocasionada pela variação do fluxo \dot{A} (m²/s). Para as condições em que a velocidade é alta, a distribuição de tamanho dos núcleos apresenta um pico. Entretanto, quando se utiliza velocidade baixa, o perfil de distribuição de tamanho se amplia consideravelmente, devido à formação de aglomerados provenientes da concentração excessiva de gotículas na superfície do leito.

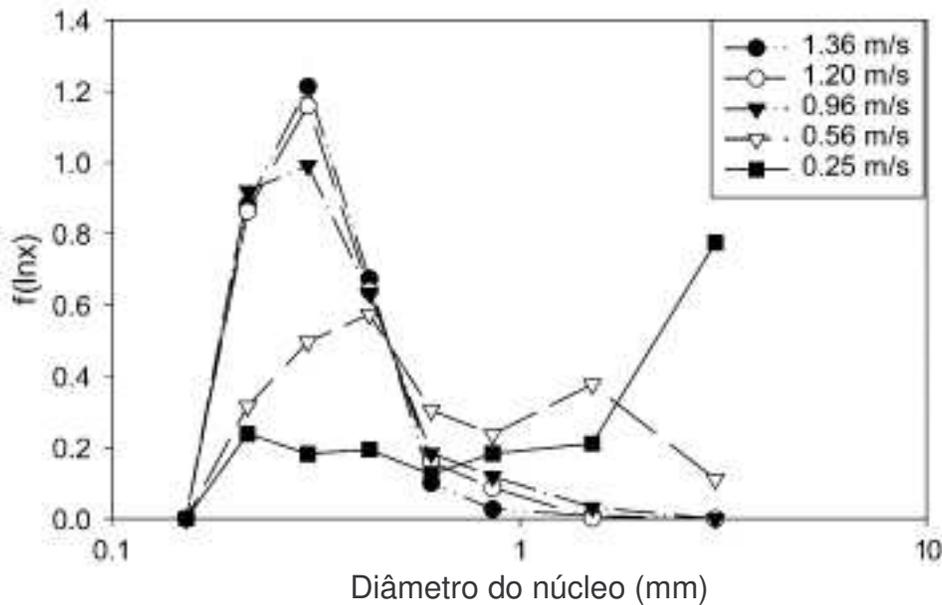


Figura 7: Distribuição de tamanho dos núcleos obtida a diferentes velocidades de partículas no granulador (LITSTER *et al.*, 2001).

Após realizar vários experimentos de granulação em diferentes Ψ_a , LITSTER (2003) verificou que a formação de aglomerados f_{aglom} pode ser correlacionada com o fluxo adimensional de aspersão Ψ_a , como mostra a Equação 6.

$$f_{aglom} = 1 - \exp(-4\Psi_a) \quad (6)$$

Um outro parâmetro que governa o processo de granulação é o tempo de penetração das gotículas no interior das partículas. Segundo DENESUK *et al.* (1993), o tempo de penetração (Equação 7) pode ser predito quando se considera que o escoamento do líquido para dentro dos poros é realizado por capilaridade.

$$t_p = \frac{2V_o^2}{\pi^2 \varepsilon^2 r_d^4 R_{pore}} \frac{\mu}{\gamma_{LV} \cos \theta} \quad (7)$$

Onde t_p é o tempo de penetração da gotícula, V_o é o volume total de líquido, ε é a porosidade do leito, γ_{LV} é a tensão superficial do líquido, μ é a viscosidade do líquido, r_d

é o raio da gotícula, θ é o ângulo de contato entre o sólido e o líquido e R_{pore} é o raio do poro.

HAPGOOD & LITSTER (*publicação em andamento*) fizeram um mapeamento dos regimes de umedecimento e nucleação (Figura 8). Nas condições em que o fluxo de aspersão e o tempo de penetração das gotículas são menores (região inferior-esquerda do mapa), o perfil de distribuição de tamanho dos núcleos forma um pico estreito.

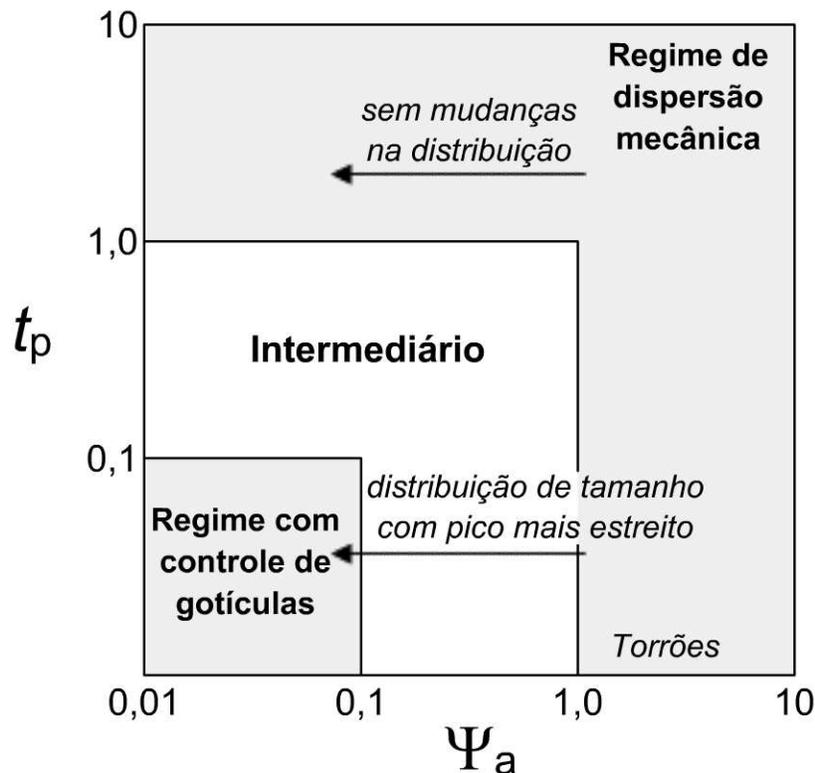


Figura 8: Mapa dos regimes de nucleação (HAPGOOD & LITSTER, *publicação em andamento*).

Para que o processo esteja nas condições de nucleação ideal (regime com controle de gotículas), o fluxo adimensional de aspersão Ψ_a e o tempo de penetração das gotículas t_p devem ser pequenos. No entanto, quando um destes parâmetros, ou ambos, são elevados, ocorre o regime de dispersão mecânica e torna-se necessário o uso de misturadores para que ocorra uma dispersão adequada do ligante.

Este mapa também permite prever modificações nas características da partícula durante a granulação e, deste modo, pode ser utilizado como ferramenta de planejamento do processo. O tempo de penetração de gotículas pode ser alterado pelas propriedades de formulação. Já o fluxo adimensional de aspensão é função dos parâmetros operacionais, que são influenciados pela escolha do tipo de bico aspersor, vazão de líquido, etc.

LITSTER (2003) constatou que a maioria dos granuladores de escala industrial não opera no regime com controle de gotículas, ou nucleação ideal, impossibilitando que o processo de granulação seja aperfeiçoado.

2.3.2 Consolidação e coalescência

Quando a etapa de umedecimento e nucleação é bem controlada, as características de densidade e tamanho dos grânulos são governadas pelas etapas de consolidação e coalescência, respectivamente. A consolidação do grânulo depende da sua deformação causada pelo impacto durante as colisões entre partículas no granulador. A deformação do grânulo é função das propriedades mecânicas da estrutura do grânulo e da energia de colisão. Para uma primeira aproximação, a deformação pode ser calculada pela Equação 8 utilizando o número de Stokes de deformação (IVESON & LITSTER, 1998; IVESON *et al.*, 2001b).

$$St_{def} = \frac{\rho_g U_c^2}{2Y_g} \quad (8)$$

Onde ρ_g é a densidade do grânulo, U_c é a velocidade efetiva de colisão no granulador e Y_g é o *dynamic yield stress* da estrutura do grânulo.

A deformação também influencia o crescimento dos grânulos por coalescência (IVESON *et al.*, 2001b). Quando o número de Stokes de deformação é pequeno, os grânulos não se deformam ao colidirem entre si no granulador e se ligam apenas por coalescência, caso suas superfícies estejam umedecidas. Esta situação é chamada de regime de crescimento por indução. No regime por indução, não há crescimento substancial dos grânulos até que ocorra a consolidação dos grânulos e o líquido seja comprimido na superfície. Entretanto, quando o número de Stokes de deformação é elevado, os grânulos se deformam consideravelmente durante a colisão e estabelecem uma significativa área de

contato que pode levar a uma coalescência bem sucedida. Neste caso, o regime denomina-se crescimento estacionário e os grânulos crescem de maneira constante imediatamente após a adição de um líquido ligante. Para ambos os regimes de crescimento, a taxa de crescimento está diretamente relacionada ao conteúdo de líquido presente no grânulo, que pode ser representado pelo índice de saturação do grânulo s_{max} , como mostra a Equação 9.

$$s_{max} = \frac{w \rho_s (1 - \epsilon_{min})}{\rho_{liq} \epsilon_{min}} \quad (9)$$

Onde ρ_s e ρ_{liq} são as respectivas densidades do sólido e do líquido, w é a razão entre a massa de líquido e a massa de sólido e ϵ_{min} é a porosidade mínima do grânulo.

IVESON *et al.* (2001b) fizeram um mapeamento dos regimes de crescimento utilizando o número de Stokes de deformação e o índice de saturação, como mostra a Figura 9.

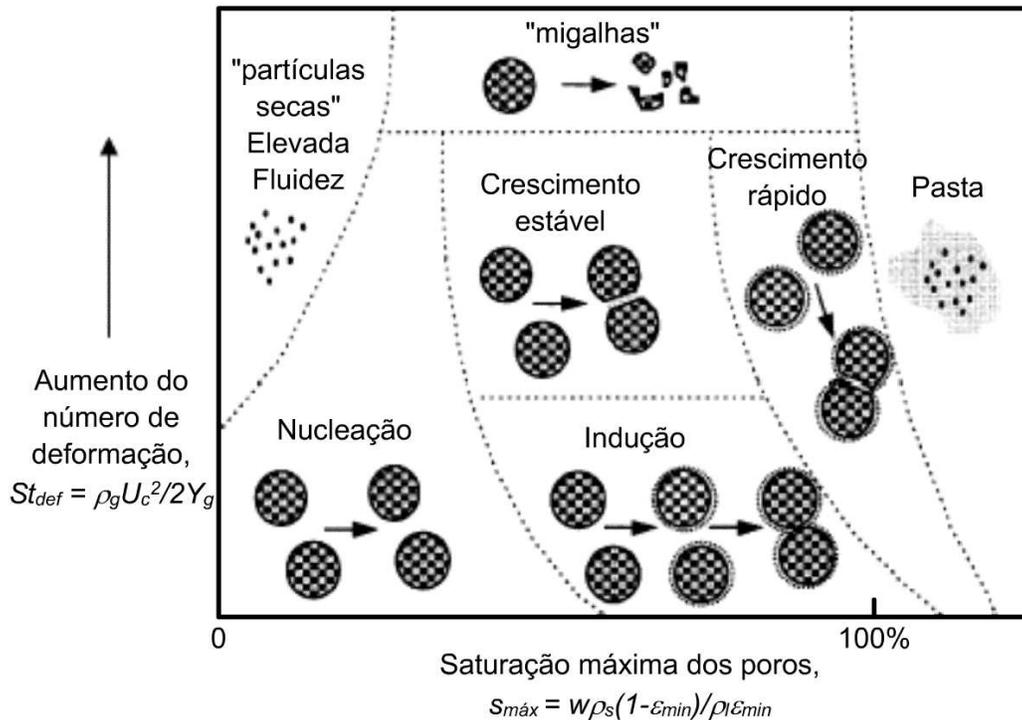


Figura 9: Mapa dos regimes de crescimento os grânulos (IVESON & LITSTER, 1998).

O regime de nucleação ocorre quando se utilizam pequenos índices de saturação. Neste caso, os núcleos podem ser formados, mas não ocorre crescimento do grânulo. A formação de migalhas ocorre quando as ligações do grânulo são muito frágeis e se quebram facilmente. Por fim, as pastas são formadas quando há adição excessiva de ligantes, formando uma mistura supersaturada.

2.4 AGLOMERAÇÃO DE ALIMENTOS EM PÓ

Segundo KNIGHT (2001), dentre os principais benefícios obtidos pela granulação, destacam-se:

- Reduzir a formação de sujeiras e finos;
- Aumentar a fluidez;
- Modificar a forma e aparência do produto, tornando-o mais atrativo;
- Reduzir ou aumentar a densidade do leite;
- Minimizar a formação de torrões durante a estocagem;
- Aumentar as características de dispersão e dissolução;

Em particular, na indústria de alimentos, o maior propósito da granulação é produzir aglomerados porosos, também conhecidos como produtos instantâneos, que possuem a capacidade de se reconstituir rapidamente quando misturados em água ou leite.

Os processos para obtenção de alimentos instantâneos, ou instantaneizados, normalmente utilizam aglomeração por umidificação. Entretanto, também se utiliza os processos de aglomeração por secagem e aglomeração por compressão (SCHUBERT, 1993).

2.4.1 Aglomeração por umidificação

O processo de aglomeração por umidificação consiste na introdução de um líquido na forma de spray e/ou vapor condensado sobre um leite de partículas (JENSEN, 1975).

De acordo com SCHUBERT (1993), a aglomeração por umidificação pode ser realizada pelo método dinâmico ou estático (Figura 10). O método dinâmico baseia-se na união entre as partículas, devido à solidificação das pontes líquidas originadas pelas forças de coesão (resultantes do choque entre as partículas), que são intensificadas pela umidificação. Já o método estático baseia-se no mesmo princípio do método dinâmico,

porém como as partículas encontram-se paradas, as pontes sólidas (oriundas pela dispersão de um líquido, com subsequente secagem) são formadas pelos pontos de contato. Pode-se citar como exemplos de processos de aglomeração por umidificação que utilizam o método dinâmico: a aglomeração em leito fluidizado, a aglomeração em misturadores, a aglomeração por aplicação de jato de vapor, e a aglomeração realizada pela alimentação do pó juntamente com o líquido pulverizado sobre um disco inclinado, que gira em alta velocidade. Um exemplo de método estático é a distribuição das partículas sobre uma esteira em movimento, que passam pelos processos de umedecimento, secagem e resfriamento.

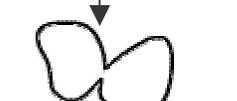
| Condição | Tipo de processo | Método dinâmico | Método estático |
|-----------------------|---|--|---|
| | | Partículas em movimento | Partículas paradas |
| Partículas secas | |  |  |
| Partículas umedecidas | Atomização de líquido ou condensação de vapor |  |  |
| | Colisão entre partículas |  | |
| Aglomerado úmido | Formação de pontes líquidas |  |  |
| Aglomerado seco | Secagem, formação de pontes sólidas; resfriamento; classificação. |  |  |

Figura 10: Principais etapas na aglomeração por umidificação (SCHUBERT, 1993).

2.4.2 Aglomeração por secagem

A diferença entre o processo de aglomeração por secagem e a aglomeração por umidificação, é que na aglomeração por secagem o produto inicial encontra-se líquido, enquanto que a aglomeração por umidificação utiliza-se material particulado. Assim, o

princípio de aglomeração por secagem baseia-se na formação de pontes sólidas entre partículas antes que sua secagem se complete.

Um exemplo de processo de aglomeração por secagem é realizado pelo reciclo de partículas durante a secagem de um produto em *spray dryer* (JENSEN, 1975). Nesta situação, a aglomeração é feita imediatamente quando as partículas são formadas. A separação do excesso de finos do produto aglomerado é feita por um leito fluidizado.

2.4.3 Aglomeração por compressão

Os aglomerados obtidos por compressão geralmente possuem baixa porosidade, e normalmente apresentam propriedades ruins de instantaneização. SCHUBERT (1993) citou alguns métodos que realizam aglomeração por compressão, como a peletização, a extrusão, e a prensagem do pó sobre uma placa perfurada.

2.5 GRANULAÇÃO NA INDÚSTRIA ALIMENTÍCIA

Embora o processo de granulação tenha sido pesquisado por mais de 15 anos e exista uma vasta variedade de aplicações industriais, observa-se que a maior quantidade de literatura disponível, em artigos e revistas científicas, é de recente publicação. Entretanto, a maioria destas publicações aborda tópicos sobre mecanismos de ligações entre partículas, não disponibilizando informações sobre as condições operacionais dos processos de granulação e detalhes do produto. Algumas das informações disponíveis sobre granulação de produtos alimentícios são apresentadas a seguir.

YU *et al.* (1999) estudaram o mecanismo de crescimento de grânulos de benzoato de sódio e carboximetilcelulose em um granulador leito fluidizado. O crescimento dos grânulos de benzoato de sódio ocorreu principalmente por recobrimento (*layering*), embora também ocorrera aglomeração na fase inicial do processo. Para o benzoato, o aumento de tamanho de partículas é favorecido quando se decresce a vazão de ar atomizado e a velocidade e temperatura do ar de fluidização, e quando se aumenta a vazão de líquido atomizado. Para o carboximetilcelulose, o aumento de tamanho dos grânulos ocorrera principalmente por aglomeração e as principais variáveis que influenciam no processo foram as vazões de líquido e ar atomizado.

KIMURA & TERAUCHI (1999) descreveram um método para produção de grânulos de cacau. Neste método, a granulação do cacau em pó em um leito fluidizado é realizada através da pulverização de um líquido ligante preparado pelo aquecimento do cacão em pó, ou extrato de cacau, com ou sem água, obtendo-se grânulos com teor de umidade por volta de 15 a 40%. Os grânulos foram então secos utilizando-se ar quente. Os resultados mostraram que o cacau granulado obtido pode ser dissolvido em leite ou água aquecido sem necessidade de agitação.

HAERKOENEN *et al.* (1993) estudaram a granulação de enzimas em pó em um granulador leito fluidizado, utilizando cloreto de sódio como material de enchimento e amido como ligante. O objetivo do experimento foi a redução de finos e obtenção de grânulos com boas propriedades de instantaneização e fluidez. Durante a granulação, observou-se que os grânulos de maior tamanho foram obtidos assim que o material de enchimento foi misturado com o pó seco. O diâmetro médio de partículas do produto granulado variou de 135 a 200 μ m. O aumento de tamanho de partícula durante a granulação foi desprezível em relação ao crescimento ocasionado pela adição do cloreto de sódio anteriormente à secagem; uma vez que o tamanho médio de partícula era pouco menor que 60 μ m. Como consequência da granulação, a densidade do leito do produto diminuiu cerca de 20 a 40%.

HYUN AH KANG & MYUNG GON SHIN (2004) realizaram um estudo da otimização da granulação de leite em pó em leito fluidizado, utilizando a metodologia de superfície de resposta. Verificou-se que o rendimento do processo é largamente afetado com a variação da vazão de líquido atomizado, e que a densidade do leito é reduzida conforme se decresce a pressão de atomização. As condições ótimas de operação do leito fluidizado foram: temperatura do ar de fluidização de 60°C, vazão de líquido atomizado de 16ml/min e pressão de atomização de 2,1bar. Nestas condições o rendimento do processo foi de 94%.

ROMERO PENA estudou a instantaneização de misturas contendo cacau em pó pelo processo de aglomeração com jato de vapor. Verificou-se que as propriedades de instantaneização do produto são incrementadas pelos seguintes fatores: aumento do teor de

lecitina, aumento do teor de açúcar, redução do teor de finos, aumento da vazão de vapor e redução da temperatura de secagem.

SHYAN CHIIN WEI (1995) estudou o aumento das propriedades instantâneas de leite em pó através da granulação. Utilizou-se microscopia eletrônica de varredura para examinar as estruturas das partículas. As propriedades de dissolução e sedimentação foram testadas em água a temperatura ambiente, enquanto as propriedades de instantaneização do leite granulado foram testadas com o líquido a 0°C. Através das análises microscópicas, verificou-se que os grânulos apresentam a aparência de uma bola de neve, com a superfície semelhante a um floco de neve. Também foi constatado que o produto granulado possui maiores índices de dissolução e velocidade de sedimentação que o produto obtido diretamente da secagem em *spray dryer*.

2.6 PROPRIEDADES OBTIDAS POR INSTANTANEIZAÇÃO

Segundo SCHUBERT (1993), o processo de dispersão de um pó seco em um líquido pode ser dividido pelas seguintes etapas:

- Embebição: Penetração do líquido para o interior da estrutura porosa devido à capilaridade. A facilidade em que esta penetração ocorre é denominada molhabilidade.
- Imergibilidade: Imersão das partículas ou de porções de pó no líquido.
- Dispersabilidade: Dispersão das partículas no líquido.
- Solubilidade: Dissolução das partículas, quando solúveis no líquido.

As propriedades físicas de um pó associadas às estas quatro etapas são usualmente denominadas de propriedades de instantaneização. Ao se adicionar uma camada de pó de 10mm, por exemplo, sobre um líquido, todas as etapas de dispersão devem ser completadas em poucos segundos, caso o produto possua boas propriedades de instantaneização (HOGEKAMP & SCHUBERT, 2003).

As propriedades instantâneas também podem ser aumentadas adicionando-se agentes dispersantes. Entretanto, para produtos alimentícios, a maioria destas substâncias é de uso proibido ou restrito.

A Figura 11 mostra um esquema dos típicos comportamentos que ocorrem durante a embebição de um produto instantaneizado em um líquido sem agitação.

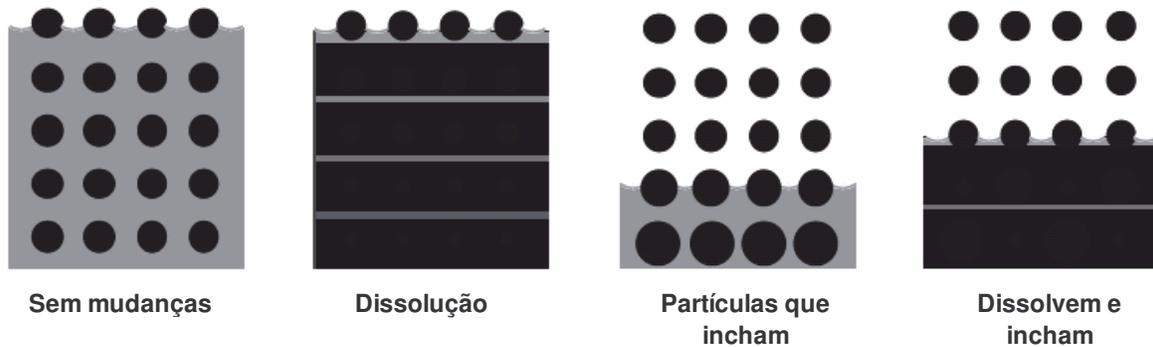


Figura 11: Típicos comportamentos de produtos instantaneizados durante a embebição em líquido (HOGEKAMP & SCHUBERT, 2003).

Nos casos em que as partículas são dissolvidas, dependendo da quantidade de produto adicionado, pode ocorrer um aumento da viscosidade na superfície do líquido, o que torna o tempo de penetração no líquido mais longo. Se as partículas são dissolvidas antes de se dispersarem no líquido, a solução pode apresentar porções de pó recobertas por uma camada de líquido de alta viscosidade. Se a mistura formar um fluido de Bingham, por exemplo, a penetração das partículas é imediatamente interrompida, devido à tensão inicial de cisalhamento. Por fim, caso as partículas possuam o comportamento de se inchar durante a embebição, a taxa de penetração do pó no líquido tende a decrescer até aproximadamente zero.

Um outro comportamento do material particulado ao ser adicionado sobre a superfície de um líquido é a sedimentação das partículas umedecidas após um tempo de embebição t_s , resultando numa diminuição da altura inicial h_0 da porção de pó. A Figura 12 ilustra este comportamento, onde a altura $h_0 - h$ do material particulado é graficado em função do tempo.

Onde, h representa a altura da camada de pó seco no instante t . No intervalo $t < t_s$, onde ainda não há sedimentação, a embebição das partículas ocorre em regime não-

estacionário. Entretanto, para $t \geq t_s$, a camada de produto seco decresce a uma razão Δh constante, ou seja, a embebição passa a ocorrer em regime estacionário.

Este comportamento, em que a embebição passa inicialmente por um regime não estacionário seguido por uma penetração no líquido a taxa constante, é normalmente caracterizado por produtos que não possuem a tendência de inchar-se em líquido. No caso de partículas que demoram a sedimentar e incham na superfície do líquido, a embebição é totalmente interrompida, como mostra a Figura 13.

Na situação em que há inchação das partículas, observa-se que camada de pó não penetra totalmente no líquido e a fração de produto umedecido é representada pela altura crítica $h_{crít}$.

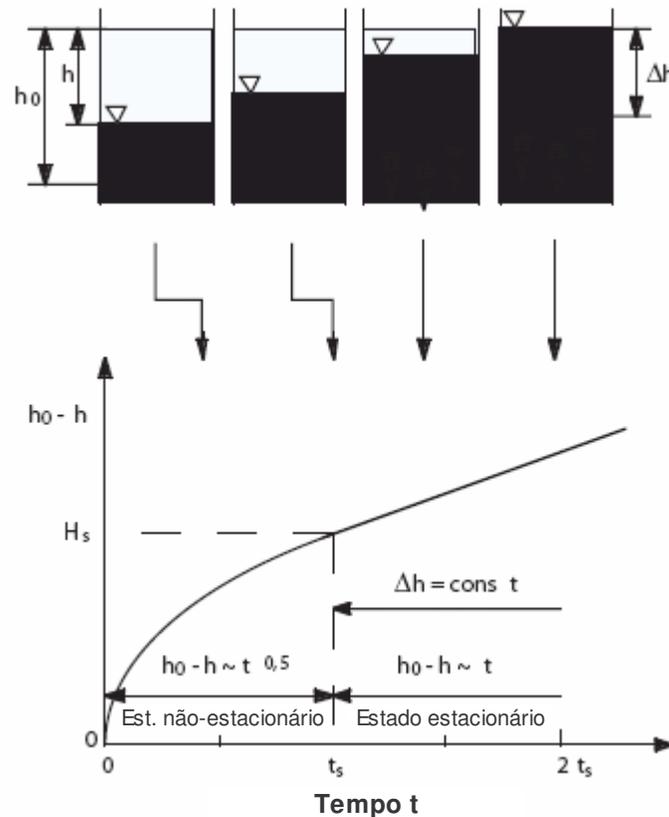


Figura 12: Explicação dos estados estacionário e não-estacionário do processo de embebição de uma camada de material particulado (SCHUBERT, 1993).

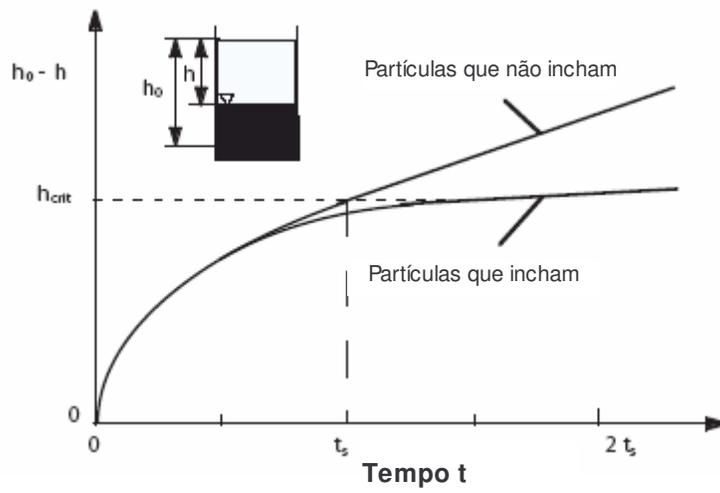


Figura 13: Penetração de uma camada de pó no líquido com e sem inchaço das partículas (SCHUBERT, 1993).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATÉRIA PRIMA

Suco de acerola desidratado obtido através da secagem em *spray dryer*, foi utilizado como matéria prima no estudo da granulação. O produto foi fornecido pela indústria Centro-Flora, localizada na cidade de Botucatu - SP.

Para evitar que o suco desidratado adsorvesse umidade ambiente, o produto original foi acondicionado em embalagens duplas de polietileno espesso, contendo 0,5kg de amostra cada uma, e armazenado em um recipiente fechado. Considerando os testes preliminares, ao todo foi utilizado cerca de 25kg de suco desidratado.

3.2 DESCRIÇÃO DO EQUIPAMENTO

As Figuras 14 e 15 mostram o esquema do equipamento construído para a realização dos ensaios de granulação. O equipamento é composto por um sistema de ventilação e medição de vazão de ar, sistema de aquecimento e medição de temperatura, leito fluidizado e sistema de umidificação por aspersão.

3.2.1 Sistema de ventilação de medição de vazão de ar

O sistema de ventilação é constituído por um ventilador centrífugo (A) que capta o ar ambiente e o injeta no sistema através de um duto. O ventilador é movimentado por um motor elétrico de 2CV a 3500rpm. A regulagem da vazão de ar é feita por uma válvula gaveta (B) e a medição realizada por uma placa orifício (F), que se localiza após o sistema de aquecimento. A calibração da placa orifício foi feita utilizando-se um anemômetro de fio quente. Para uma mesma vazão de ar, realizaram-se 3 medições de velocidade do ar em diferentes pontos na base do leito (diâmetro: 75mm). A partir da média destes pontos obteve-se uma curva de calibração, mostrada pela Figura 59 (Anexo 8.1), que correlaciona a vazão de ar pela queda de pressão observada no manômetro.

3.2.2 Sistema de aquecimento e medição de temperatura

O aquecimento do ar fluidizante foi feito por um conjunto de resistências elétricas (C) que se conecta ao duto, permitindo a passagem do ar no seu interior. A temperatura desejável foi obtida controlando-se a taxa de aquecimento de apenas uma resistência, por meio de um regulador de voltagem (D).

Para a medição das temperaturas foram instalados 2 termopares Cobre-Constantan (G), sendo um localizado pouco abaixo da placa distribuidora de ar (H) do leito fluidizado e outro na parte superior do leito, após a zona de umidificação. A leitura da temperatura foi realizada em um registrador de temperatura digital com precisão de $\pm 1,0^{\circ}\text{C}$. A calibração dos sensores foi feita utilizando-se termômetros de mercúrio, como mostra a Figura 60 (Anexo 8.1).

3.2.3 Leito fluidizado

O leito fluidizado é formado por uma base cônica e uma coluna cilíndrica, ambas feitas de material acrílico. A base cônica possui 150mm de altura, 75mm de diâmetro inferior e 150mm de diâmetro superior, enquanto a coluna cilíndrica possui diâmetro interno de 150mm e altura igual a 600mm. A parte superior da base encaixa-se na coluna cilíndrica, formando a estrutura principal do leito (J).

A placa distribuidora de ar (H) localiza-se na base do leito e é constituída por uma tela de aço inox com furos de 53 μm de diâmetro (270mesh). As características da tela possibilitam um fluxo de ar sem grandes perdas de carga e impede que o produto adentre a tubulação. Ainda na base do leito foi instalado um coletor de amostras (I), localizado junto à placa distribuidora de ar. Este é constituído de um duto de PVC, com 1/2pol de diâmetro, e uma válvula globo. Quando aberta, a válvula permite o escoamento do produto para fora do leito, pelo interior do duto, e possibilita a retirada de amostra.

A alimentação de produto, realizada através de um orifício (L) localizado no topo do leito, é feita com o auxílio de um desvio do fluxo de ar (E).

Na parte superior do leito foi também montado um ciclone (M), que realiza a captação dos elutriados. O ciclone foi construído utilizando-se material de PVC.

3.2.4 Sistema de umidificação por aspersão

Durante o processo de granulação, optou-se por utilizar água destilada como líquido ligante. O líquido foi mantido à temperatura ambiente (27°C) e dosado por uma bomba peristáltica até o bico aspersor (K) modelo 1/8 JBC – SS + SU 13A – SS, Spraying Systems do Brasil. A atomização do líquido foi feita em modo contracorrente ao fluxo do ar fluidizante e distribuída na forma de um jato de geometria cônica com área de projeção circular. A vazão de líquido foi mantida em 2ml/min nos ensaios do planejamento experimental e Cinética I, e em 1ml/min nos ensaios da Cinética II.

Concomitante à injeção de líquido, também foi inserido ar comprimido através do bico aspersor com o auxílio de um compressor. A passagem de líquido e gás pelo bico possibilita a atomização do líquido e distribuição homogênea das gotículas no interior do leito. A vazão de ar comprimido variou de 8,5 a 11,5cm³/min. A regulação destas vazões foi feita por uma válvula agulha e a medição realizada por um rotâmetro. A pressão e a temperatura do ar comprimido foram mantidas em 1atm e 27°C, respectivamente.

O bico aspersor é suspenso pelas mangueiras de silicone que promovem o escoamento de líquido e ar comprimido até o bico. Alterando-se o comprimento destas mangueiras, foi possível modificar a altura do bico em relação à base do leito, que variou entre 50 e 70cm.

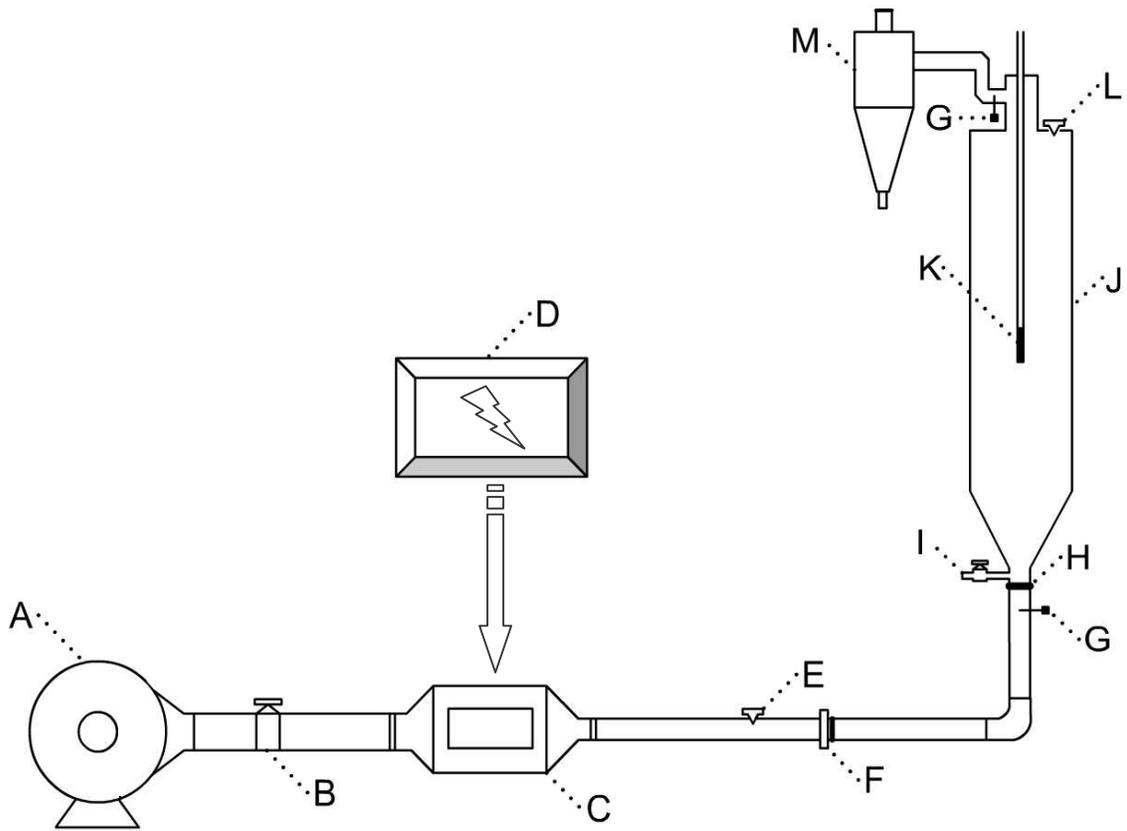


Figura 14: Esquema do leito fluidizado. A – Ventilador; B – Válvula gaveta; C – Resistência elétrica; D – Regulador de voltagem; E – Desvio do ar; F – Placa orifício; G – Termopar; H – Placa distribuidora de ar; I – Coletor de amostras; J – Câmara de acrílico (leito); K – Bico aspersor; L – Alimentação do leito; M – Ciclone.



Figura 15: Fotografia do granulador.

3.3 OPERAÇÃO DO EQUIPAMENTO

Após vários testes de granulação, padronizou-se o seguinte procedimento de operação do equipamento:

1) Entrada em regime estacionário: Antes de iniciar o experimento as variáveis de velocidade e temperatura do ar fluidizante foram fixadas nas condições de processo pré-estabelecidas. Nestas condições, manteve-se o equipamento em funcionamento por cerca de uma hora para garantir a estabilização do sistema. Durante este período de estabilização os valores de temperatura e velocidade do ar fluidizante foram monitorados, fazendo-se pequenos ajustes quando necessário. A partir de então, aciona-se o compressor e a bomba peristáltica e faz-se a regulagem da vazão de ar e líquido que passam pelo bico aspersor.

2) Alimentação: Com a amostra de matéria prima previamente pesada (0,5kg), desliga-se a bomba peristáltica, abre-se o desvio de ar, retira-se a tampa do orifício de alimentação, introduz-se o produto, fecha-se novamente o desvio de ar.

3) Operação: Imediatamente após o fechamento do desvio de ar, corrige-se a velocidade do ar fluidizante para o valor previamente fixado: esta varia devido à adição de produto no interior do leito que altera a perda de carga do conjunto. Após cerca de dois minutos, a temperatura do ar fluidizante retorna ao valor pré-fixado, com o uso do regulador de voltagem. A partir de então, aciona-se novamente a bomba peristáltica e inicia-se a alimentação de água e a contagem regressiva do tempo de granulação.

4) Retirada da amostra: finalizado o tempo do processo de granulação, desliga-se a bomba peristáltica, abre-se a válvula do coletor de amostras e retira-se o produto armazenando-o em sacos de polietileno. Em alguns casos faz-se necessário o aumento da velocidade do ar fluidizante para a retirada completa de produto do interior do leito.

3.4 PROPRIEDADES PSICROMÉTRICAS

As propriedades psicrométricas do ar ambiente foram determinadas medindo-se as temperaturas de bulbo seco e bulbo úmido, próximas à entrada de ar do ventilador. A partir destas condições iniciais, foi possível determinar as propriedades psicrométricas do ar fluidizante e do ar de saída do leito.

Os cálculos das propriedades psicrométricas foram feitos com o auxílio do programa computacional PSYDEMO. A partir de dois parâmetros de entrada, determinados experimentalmente, o programa calcula as demais propriedades do ar, mostradas na Tabela 3.

Tabela 3: Propriedades psicrométricas do ar.

| Nomenclatura | Propriedade | Unidade |
|---------------------|---|--------------------|
| W | Umidade absoluta (massa de água por massa de ar seco) | kg/kg |
| t | Temperatura de bulbo seco | °C |
| rh | Umidade relativa | % |
| v | Volume específico | m ³ /kg |
| H | Entalpia | kJ/kg |
| td | Temperatura de ponto de orvalho | °C |
| tw | Temperatura de bulbo úmido | °C |
| V_{tot} | Vazão volumétrica total | l/s |
| \dot{m} | Vazão mássica total | kg/min |
| \dot{m}_a | Vazão mássica de ar seco | kg/min |
| \dot{m}_w | Vazão mássica de água | kg/min |

Para o cálculo das propriedades do ar ambiente utilizaram-se os dados de temperatura de bulbo seco e bulbo úmido, enquanto que para o ar fluidizante e ar na saída do leito utilizaram-se os valores medidos de temperatura de bulbo seco e umidade absoluta do ar. A umidade absoluta do ar foi calculada pela razão entre a vazão mássica de água e a vazão mássica de ar seco incorporada ao ar úmido.

A Tabela 4 mostra as equações de balanço utilizadas para a determinação das propriedades psicrométricas do ar. As propriedades do ar ambiente foram representadas pelo ponto 1, assim como as propriedades do ar fluidizante foram representadas pelo ponto 2 e as propriedades do ar na saída do leito pelo ponto 3. A vazão de líquido condensado foi representada pelo ponto 4.

Tabela 4: Equações de balanço para determinação das propriedades psicrométricas do ar ambiente, ar fluidizante e ar umedecido e vazão de líquido condensado.

| Ponto | Condição do ar | Valores experimentais | Valores calculados | Equação de balanço utilizada |
|-------|----------------------------------|-----------------------|--------------------|---|
| 1 | Ar ambiente | t_1, tw_1 | - | - |
| 2 | Ar fluidizante (aquecido) | t_2 | W_1 | $W_1 = W_2$ |
| 3 | Ar na saída do leito (umedecido) | t_3 | W_3 | $\dot{m}_{a2}W_2 + \dot{m}_{lb} = \dot{m}_{a3}W_3$ $\dot{m}_{a2} \cong \dot{m}_{a3}$ |
| 4 | Líquido condensado | t_3 | $rh = 100\%$ | $\dot{m}_{lc} = (\dot{m}_{a2}W_2 + \dot{m}_{lb}) - \dot{m}_{a3}W_{3,100\%}$ |

Os parâmetros \dot{m}_{ai} e W_i representam a vazão mássica de ar seco e a umidade absoluta do ar no ponto i , respectivamente. Assim, o termo $\dot{m}_{ai}W_i$ fornece a vazão mássica de água incorporada ao ar neste ponto. Já o termo \dot{m}_{lb} representa a vazão mássica de líquido atomizado pelo bico aspersor, enquanto \dot{m}_{lc} representa a vazão de líquido condensado não incorporado ao ar quando a umidade relativa do ar no ponto 3 se iguala a 100%.

Para as condições de processo utilizadas, a vazão mássica de ar inserido através do bico aspersor foi diminuta em relação aos demais termos do balanço e, deste modo, as frações de umidade e ar seco atribuídas a este parâmetro puderam ser desprezadas.

3.5 CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA PRIMA E PRODUTOS

3.5.1 Distribuição de tamanho de partículas e determinação do diâmetro médio de partículas

A distribuição de tamanho de partículas e o diâmetro médio foram determinados utilizando-se análises de peneiragem. A Tabela 5 mostra o conjunto de peneiras utilizadas, os diâmetros de abertura das malhas (μm), as faixas das dimensões das partículas e o valor do diâmetro médio (média aritmética entre a abertura da malha anterior e posterior).

A escolha dos diâmetros de abertura utilizados foi feita baseando-se na lista de malhas padronizadas descrita por KUNII & LEVENSPIEL (1991).

Tabela 5: Peneiras utilizadas nas análises granulométricas.

| Tyler (mesh ^a) | Abertura ^b (μm) | Faixa (μm) | Diâmetro médio (μm) |
|----------------------------|---|-------------------------|----------------------------------|
| 14 | 1180 | ≥ 1180 | - |
| 20 | 850 | $850 \leq d < 1180$ | 1015 |
| 28 | 600 | $600 \leq d < 850$ | 725 |
| 35 | 425 | $425 \leq d < 600$ | 512,5 |
| 48 | 300 | $300 \leq d < 425$ | 362,5 |
| 65 | 212 | $212 \leq d < 300$ | 256 |
| 100 | 150 | $150 \leq d < 212$ | 181 |
| 150 | 106 | $106 \leq d < 150$ | 128 |
| 200 | 75 | $75 \leq d < 106$ | 90,5 |
| 270 | 53 | $53 \leq d < 75$ | 64 |
| 400 | 38 | $38 \leq d < 53$ | 45,5 |
| Fundo | 0 | $d < 38$ | 19 |

^a Número de fios por unidade de área (em polegadas).

^b Abertura entre os fios adjacentes.

O equipamento utilizado foi o Granutest que promove a vibração do conjunto de peneiras e separação dos diferentes tamanhos de partículas. Em cada análise foi utilizado cerca de 10g de amostra e o tempo de vibração foi de 10 minutos. A intensidade da vibração foi mantida na escala máxima (posição 10) do equipamento.

Tendo em vista que o material retirado do leito fluidizado é bastante homogêneo, durante a pesagem das amostras (10g), ainda preocupou-se em retirar porções de diferentes regiões da massa total de amostra, garantindo a amostragem significativa do produto.

O perfil de distribuição de tamanho de partícula foi obtido determinando-se a fração mássica de amostra retida nas diferentes malhas.

O cálculo do diâmetro médio de partícula foi realizado baseando-se na Equação 10.

$$DMP = \frac{\sum x_i dp_i}{\sum x_i} \quad (10)$$

Onde dp_i é o diâmetro médio correspondente à faixa de intervalo i e x_i a fração mássica de amostra retida em cada peneira.

É válido ressaltar a separação das partículas mais coesivas foi possível somente quando se utilizou esta combinação de tempo e intensidade da vibração. Deste modo, devido à intensa vibração do equipamento, é possível que ocorrera quebra de alguns grânulos durante as análises, acarretando em erros experimentais, que, infelizmente, não puderam ser determinados.

3.5.2 Teor de umidade

O teor de umidade das amostras foi determinado utilizando-se a metodologia da norma AOAC (1995) para a determinação de sólidos totais em produtos açucarados. As amostras de pó, com peso entre 3 e 4 g, foram colocadas em pesa-filtros e secas em estufa a vácuo, a 70 °C e sob pressão ≤ 100 mmHg (13,3kPa), até o peso tornar-se constante.

O percentual de umidade, em base seca, contido nas amostras foi calculado utilizando-se a Equação 11:

$$UBS (\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_2} \times 100 \quad (11)$$

Onde m_1 e m_2 são as respectivas massas das amostras antes e depois da completa secagem em estufa.

3.5.3 Solubilidade

O teste de solubilidade baseia-se na determinação da porcentagem de material não-solubilizado em 1 minuto de agitação. O dispositivo utilizado é composto por um Becker com 500ml de capacidade, agitador magnético, funil para inserção da amostra e sistema de filtração a vácuo, como mostra a Figura 16.

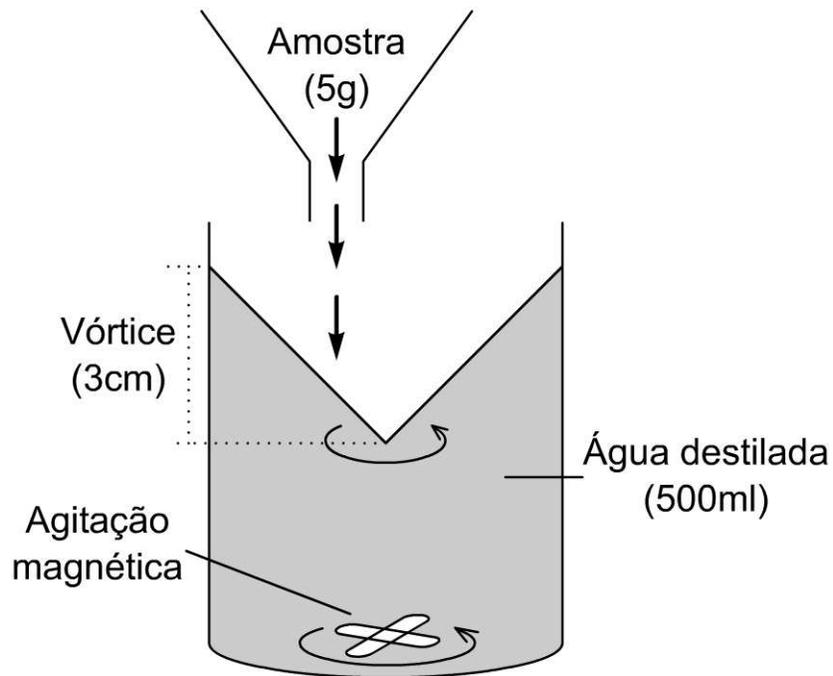


Figura 16: Esquema do dispositivo de agitação utilizado no teste de solubilidade.

Após vários testes padronizou-se o seguinte procedimento para o teste de solubilidade:

Adiciona-se cerca de 500ml de água destilada em um Becker. Utilizando-se um agitador magnético, a agitação do líquido foi iniciada mantendo a altura do vórtice em torno de 3cm. Com a agitação do líquido estabilizada, adiciona-se cerca de 5g de amostra através de um funil, mantido a uma altura de até 2cm do vórtice.

Imediatamente após a inserção de amostra, inicia-se a contagem do tempo utilizando-se um cronômetro. Exatamente após 1 minuto de agitação a solução foi rapidamente filtrada em um sistema de filtração a vácuo com filtro de papel.

Posteriormente, o filtro de papel com o material retido foi seco em estufa à temperatura de 60°C, por 24 horas. A massa seca de amostra retida no filtro foi então determinada e o percentual de material não-solubilizado (%SOL) é calculado utilizando-se a Equação 12.

$$\% SOL = \frac{m_2(1+UBS)}{m_1} \times 100 \quad (12)$$

Onde m_1 é a massa inicial das amostras, m_2 a massa de amostra remanescente no filtro e UBS é o teor de umidade da amostra analisada em base seca.

3.5.4 Tempo de instantaneização

O tempo de instantaneização é o tempo necessário para que uma amostra de pó fique completamente submersa após ser colocada sobre a superfície de um líquido.

O dispositivo utilizado para os testes de instantaneização, mostrado pelas Figuras 17 e 18, foi construído baseando-se no esquema apresentado por HOGKAMP & SCHUBERT (2003). O aparelho consiste de um recipiente de 80cm³ para o líquido e um compartimento para a amostra de pó, localizada acima do recipiente que contém o líquido. Uma lâmina, que possui um sistema de acionamento por meio elástico, forma a base da seção para a amostra de pó.

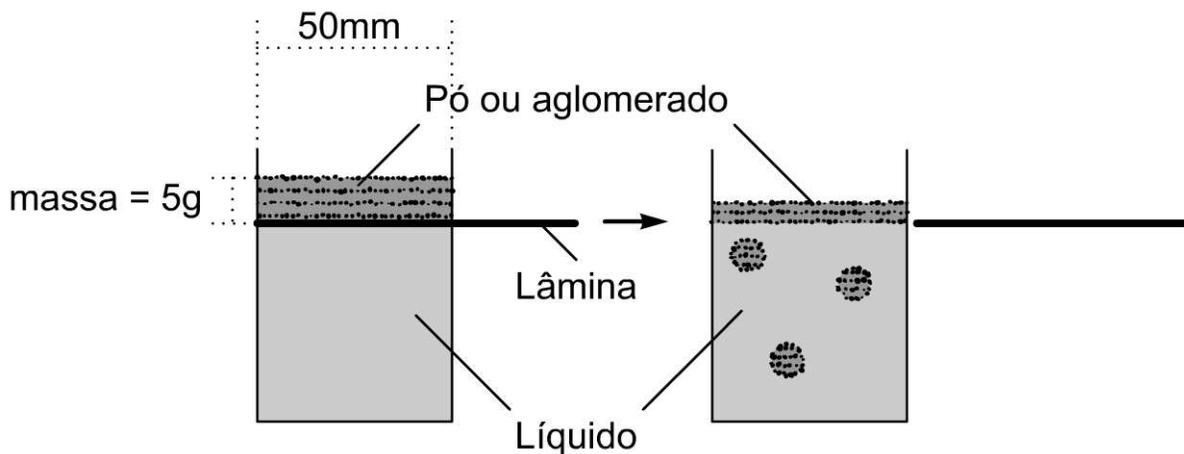


Figura 17: Esquema do dispositivo utilizado para determinar o tempo de instantaneização (HOGKAMP & SCHUBERT, 2003).

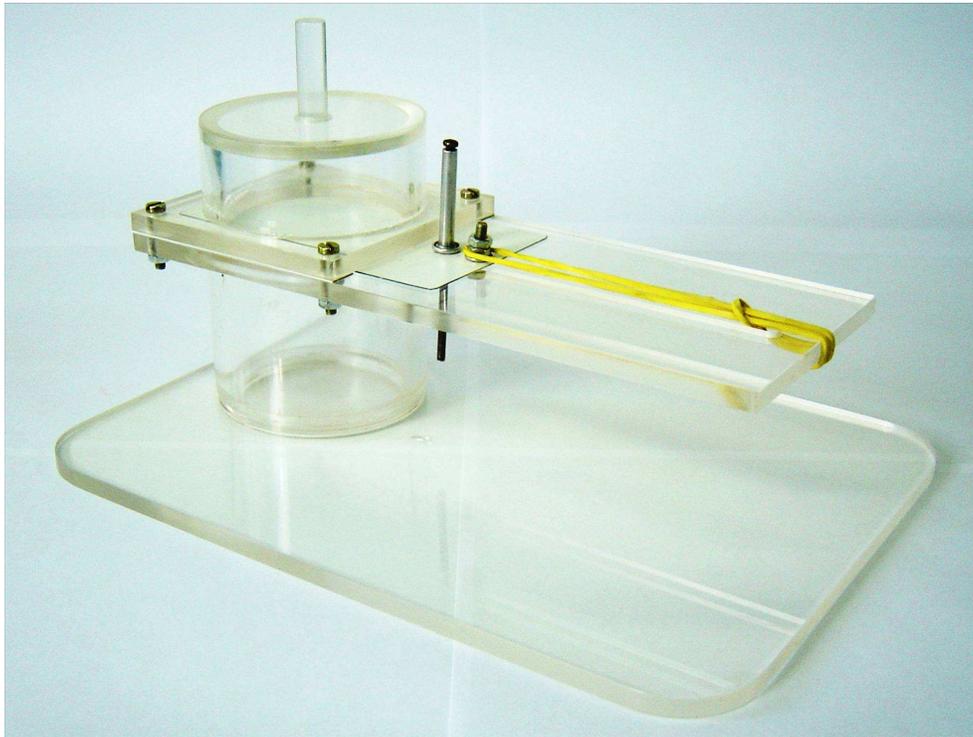


Figura 18: Fotografia do instantaneizador

A determinação do tempo de instantaneização foi realizada através dos seguintes passos:

Preenche-se o recipiente reservado para o líquido com cerca de 80ml de água destilada, a uma temperatura entre 27 e 29°C, e tampa-se o reservatório com a lâmina presa ao sistema elástico.

Então, pesa-se 5g de amostra e a distribui sobre a superfície da lâmina. Todo o conjunto é então colocado, por alguns segundos, sobre uma superfície vibratória para uniformizar a camada de partículas sobre a lâmina.

O teste é iniciado quando o sistema elástico é acionado. Com o deslocamento da lâmina a amostra de pó entra em contato com o líquido e o tempo de instantaneização é determinado com o auxílio de um cronômetro. O teste finaliza quando ocorre a imersão completa da camada de partículas.

3.5.5 Densidade do leito e porosidade

Para se determinar a porosidade total do leito foi necessário determinar os valores de densidade do leito e densidade do sólido de cada produto.

A densidade do leito (ρ_l), ou aparente, foi determinada por um analisador de textura (modelo: TATXT2i, Stable Micro Systems, Surrey/ Inglaterra). Em cada análise, cerca de 20g de amostra foi acondicionada em um recipiente cilíndrico de 40mm de diâmetro interno. A altura do leito foi determinada por um sensor ao tocar a superfície da amostra. Através da relação entre a massa e o volume da amostra, determinou-se a densidade do leito.

A densidade do sólido (ρ_s) das partículas foi determinada por picnometria, utilizando tolueno como líquido inerte. Cerca de 5g de amostra foram adicionadas em um balão volumétrico de 25ml, e o volume preenchido com tolueno. Para garantir a eliminação de possíveis bolhas de ar presentes no interior e fora das partículas, utilizou-se uma pequena agitação manual. A densidade do sólido ou densidade real é a razão entre a massa e o volume de amostra.

Finalmente, a porosidade total (ε_t) foi determinada utilizando-se a Equação 13.

$$\varepsilon_t = 1 - \frac{\rho_l}{\rho_s} \quad (13)$$

3.6 ESCOLHA DAS FAIXAS DE OPERAÇÃO DO EQUIPAMENTO

3.6.1 Temperatura do ar de fluidização

A faixa de estudo para a temperatura do ar de fluidização variou de 75°C a 90°C. A temperatura de 75°C foi selecionada por ser a menor temperatura do ar de fluidização capaz de realizar a secagem do líquido atomizado nas condições de maior vazão (2ml/min) e menor velocidade do ar de fluidização (0,25m/s).

A temperatura máxima do ar de fluidização foi fixada em 90°C, assim, pode-se estudar a influência da temperatura nas variáveis de resposta, sem que alterasse a composição do produto pela exposição a altas temperaturas. Além disso, a câmara do leito

fluidizado é constituída basicamente de material acrílico e PVC e, deste modo, o uso de elevadas temperaturas poderia deformar e danificar o equipamento.

3.6.2 Velocidade do ar de fluidização

A faixa de estudo para a velocidade do ar de fluidização variou de 0,25m/s a 0,45m/s. A seleção deste intervalo foi realizada baseando-se em testes experimentais e resultados obtidos através das correlações de velocidade mínima de fluidização U_{mf} e velocidade terminal das partículas U_t .

Na base do leito (diâmetro: 75mm), onde a velocidade do ar de fluidização é máxima durante o processo, determinou-se a velocidade mínima de fluidização U_{mf} para as partículas mais grossas, com diâmetro em torno de 1000 μ m, utilizando-se as correlações descritas por KUNII & LEVENSPIEL (1991), como mostra a Equação 14. A partir deste resultado ($U_{mf} = 0,36m/s$), verificou-se experimentalmente em qual situação a elutriação começa a ser efetiva.

$$U_{mf} = \frac{\mu_f}{\rho_f d_p} \left((28,7^2 + 0,0494 Ar)^{\frac{1}{2}} - 28,7 \right) \quad (14)$$

Onde:

$$Ar = \frac{d_p^3 \rho_f (\rho_s - \rho_f) g}{\mu_f^2} \quad (15)$$

$$Re_{mf} = \frac{\rho_f U_{mf} d_p}{\mu_f} \quad (16)$$

Como forma de comparação, calculou-se a velocidade terminal (Equação 17) das partículas mais finas (20 μ m) na região superior do leito (diâmetro: 150mm).

$$U_t = U_{tx} \left(\frac{\mu_f (\rho_s - \rho_f) g}{\rho_f^2} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (17)$$

Onde

$$U_{tx} = \left(\frac{18}{d_{px}^2} + \frac{2,335 - 1,744 \phi_s}{d_{px}^{0,5}} \right) \quad (18)$$

$$d_{px} = \left(\frac{d_p^3 \rho_f (\rho_s - \rho_f) g}{\mu_f^2} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (19)$$

Então, a partir dos valores calculados ($U_{mf} = 0,36m/s$ e $U_t = 0,01m/s$ para partículas com tamanho de $1000\mu m$ e $20\mu m$, respectivamente), selecionou-se, experimentalmente, um intervalo de estudo onde houvesse a fluidização todas as partículas e mínimo arraste pneumático de partículas (velocidade do ar na base do leito entre 0,25 e 0,45m/s).

Deve-se ressaltar que o nível inferior de estudo da velocidade do ar de fluidização (0,25m/s) foi selecionado pela condição limitante do equipamento. Através da curva de calibração da velocidade do ar de fluidização (Figura 59 - Anexo), pode-se observar que, para velocidades mais baixas, uma sensível variação da altura da coluna de líquido resulta numa ampla variação da velocidade de fluidização. Deste modo, optou-se por utilizar uma faixa de estudo em que o ajuste da velocidade de fluidização fosse confiável (0,25 a 0,45m/s).

3.6.3 Vazão de ar no bico aspersor

A faixa de estudo para a vazão de ar no bico aspersor variou de 8,5cm³/min a 11,5cm³/min a 27°C e 101,325kPa. A seleção deste intervalo foi realizada por meio de observações experimentais:

Conforme a vazão de ar no bico aumenta o diâmetro das gotículas de líquido produzidas pela atomização tende a decrescer. Por outro lado, quando a vazão decresce as gotículas tornam-se mais grossas até formarem gotas não dispersíveis no ar. Assim, desejando-se que o processo contivesse somente gotículas que pudessem ser incorporadas rapidamente ao ar seco, a vazão mínima de ar no bico foi fixada em 8,5cm³/min.

A vazão máxima de ar no bico aspersor foi a maior vazão fornecida pelo compressor (11,5cm³/min).

3.6.4 Posição do bico aspersor

A faixa de estudo para a posição do bico aspersor variou de 50cm a 70cm em relação à placa distribuidora de ar do leito. A posição de 70cm, localizada no topo do leito, foi selecionada por ser a maior altura possível em que o bico aspersor pode ser fixado, enquanto a posição de 50cm, foi escolhida pelo comprimento do jato de líquido atomizado no leito. Em posições inferiores a 50cm as gotículas de líquido produzidas por atomização atingem a base do leito, formando pontos de líquido condensado.

3.7 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Com o objetivo de estudar as principais variáveis do processo de granulação em leito fluidizado, realizou-se um planejamento fatorial fracionário 2^{4-1} com 04 pontos centrais, totalizando 12 ensaios.

Em todos os ensaios do planejamento, o tempo de granulação e de aspersão de líquido no interior do leito foi de 5 minutos, mantendo-se a vazão de água destilada em aproximadamente 2ml/min.

As variáveis independentes foram estudadas nos níveis -1, 0 e +1, como mostra a Tabela 6.

Tabela 6: Variáveis independentes e respectivos intervalos de estudo.

| Variável | Nomenclatur | | | | Unidade |
|------------------------------|-------------|------|------|------|------------------------|
| | a | -1 | 0 | +1 | |
| Temperatura do ar | TAR | 75 | 82,5 | 90 | [°C] |
| Velocidade do ar | VAR | 0,25 | 0,35 | 0,45 | [m/s] |
| Vazão de ar no bico aspersor | QB | 8,5 | 10 | 11,5 | [cm ³ /min] |
| Posição do bico aspersor | ALT | 50 | 60 | 70 | [cm] |

As variáveis de resposta do planejamento foram obtidas a partir dos resultados médios das análises de diâmetro médio de partícula (DMP), umidade final do produto (UBS), tempo de instantaneização (TI), solubilidade (SOL) e porosidade total do leito (POR).

Utilizando-se este planejamento foi possível reduzir os ensaios à metade de um planejamento completo e fazer uma avaliação prévia das variáveis estudadas e seus efeitos nas respostas desejadas.

A Tabela 7 mostra a matriz do planejamento fatorial 2^{4-1} . A quarta variável (posição do bico aspersor) é resultado da multiplicação dos sinais das outras três colunas ($4 = 1 \cdot 2 \cdot 3$). Com isso, os efeitos de 1ª ordem misturam-se apenas com de 3ª ordem resultando em um planejamento de resolução IV.

Os cálculos estatísticos para verificar o efeito das variáveis de resposta foram realizados com o auxílio do programa computacional Statistica versão 5.5.

Tabela 7: Planejamento Experimental Fracionário 2^{4-1} .

| Ensaio | TAR | VAR | QB | ALT |
|--------|-----|-----|----|-----|
| 1 | -1 | -1 | -1 | -1 |
| 2 | +1 | -1 | -1 | +1 |
| 3 | -1 | +1 | -1 | +1 |
| 4 | +1 | +1 | -1 | -1 |
| 5 | -1 | -1 | +1 | +1 |
| 6 | +1 | -1 | +1 | -1 |
| 7 | -1 | +1 | +1 | -1 |
| 8 | +1 | +1 | +1 | +1 |
| 9 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 10 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 11 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 12 | 0 | 0 | 0 | 0 |

3.8 CINÉTICA DE AGLOMERAÇÃO

Após a seleção das melhores condições de processo, optou-se por fazer mais dois ensaios de cinética de granulação, com o objetivo de verificar como ocorrem as alterações das propriedades do produto original com tempo. Para cada ponto analisado foi realizado um ensaio de granulação. Para a Cinética I foram feitos 10 ensaios distintos em um período de 10 minutos, e para a Cinética II realizaram-se 4 ensaios em um período de 20 minutos.

Os parâmetros de processo utilizados nas duas cinéticas são mostrados pela Tabela 8. A Cinética I e Cinética II se diferenciam apenas pela alteração da variável vazão de líquido, que foi reduzida de 2 para 1ml/min, respectivamente.

As variáveis de resposta estudadas nas cinéticas foram: diâmetro médio de partícula (DMP), umidade final do produto (UBS), tempo de instantaneização (TI), solubilidade (SOL) e porosidade total do leito (POR).

Tabela 8: Parâmetros de processo utilizados no estudo da cinética de granulação.

| Variável | Cinética I | Cinética II |
|---------------------------------|--------------------------|--------------------------|
| Massa de amostra | 0,5kg | 0,5kg |
| Vazão de líquido | 2ml/min | 1ml/min |
| Temperatura | 75°C | 75°C |
| Velocidade do ar de fluidização | 0,45m/s | 0,45m/s |
| Vazão de ar no bico aspersor | 11,5cm ³ /min | 11,5cm ³ /min |
| Posição do bico aspersor | 70cm | 70cm |

3.9 REPRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS

Ao final de cada batelada, as amostras de suco desidratado foram retiradas do leito para serem analisadas. Todas as análises foram realizadas no mínimo em triplicatas. Deste modo, os resultados apresentados neste trabalho são as médias dos resultados obtidos em cada análise.

O desvio padrão (s), calculado pela Equação 20, foi utilizado para definir os intervalos de variação em torno da média dos resultados obtidos.

$$s = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2} \quad (20)$$

x_i = i -ésimo valor

N = Número total de repetições

\bar{x} = Média dos resultados

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 ANÁLISES QUÍMICAS E FÍSICAS DA MATÉRIA PRIMA

As Tabelas 9 e 10 mostram a caracterização da matéria prima através das análises de composição química e propriedades físicas do suco de acerola desidratado.

Tabela 9: Análise da composição química do suco de acerola desidratado

| Constituinte | Média | Desvio padrão |
|-----------------------------------|-------|---------------|
| Umidade (%) | 2,22 | 0,05 |
| Açúcares redutores (g/100g) | 31,30 | 4,61 |
| Açúcares não-redutores (g/100g) | 1,34 | 1,84 |
| Proteínas (g/100g) | 2,56 | 0,06 |
| Vitamina C (mg/100g) | 9800 | 10 |
| Cinzas (%) | 6,37 | 0,05 |
| Amido, fibras, lipídios, etc. (%) | 46,44 | - |

Tabela 10: Propriedades físicas do suco de acerola desidratado

| Propriedade | Média | Desvio padrão |
|--|-------|-----------------|
| Diâmetro médio de partícula (μm) | 94,54 | Não determinado |
| Tempo de instantaneização (s) | 14,32 | 1,07 |
| Solubilidade (%) | 4,08 | 2,85 |
| Porosidade do leite (%) | 48,68 | 1,86 |
| Densidade do sólido (g/cm^3) | 1,127 | 0,013 |
| Densidade do leite (g/cm^3) | 0,578 | 0,010 |

4.2 DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES PSICROMÉTRICAS DO AR

O processo de granulação do suco, neste caso, é decorrente da umidificação do ar no interior do leite e subsequente umidificação dos sólidos.

Como o suco de acerola desidratado apresenta elevado conteúdo de açúcares, pode-se dizer que o principal mecanismo de ligação entre partículas ocorre devido à adesão por material viscoso, ocasionada pela solubilização parcial destes compostos na superfície das partículas e grânulos.

Portanto, para melhor compreensão dos resultados posteriores (Itens 4.3 e 4.5) analisaram-se previamente as etapas de condicionamento do ar nas diversas condições de processo testadas.

A Figura 19 mostra, através de uma carta psicrométrica, como ocorre o condicionamento do ar fluidizante. A linha que une os pontos 1 e 2 constitui a etapa de aquecimento do ar, enquanto que a linha que une os pontos 2 e 3 constitui a etapa de umidificação.

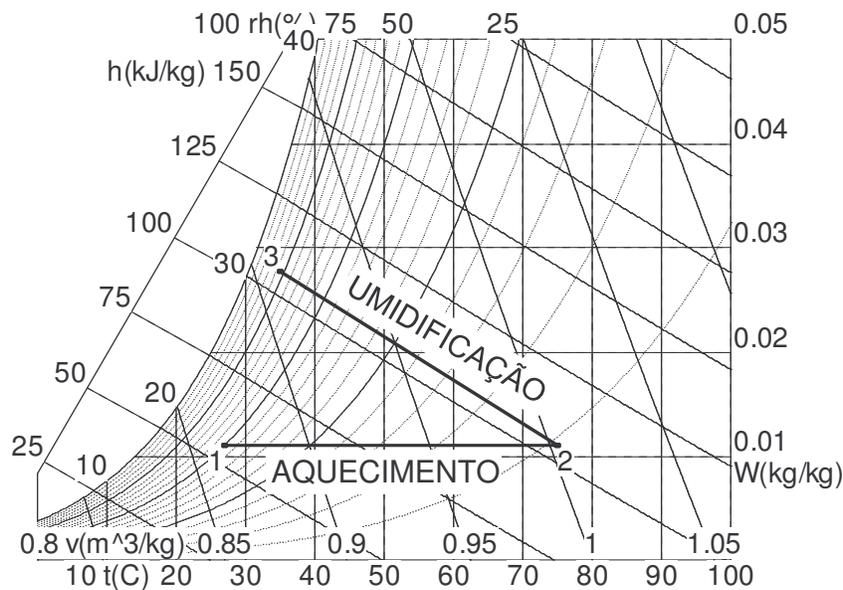


Figura 19: Representação das etapas de aquecimento e umidificação do ar fluidizante.

Antes de ser aquecido o ar se encontra nas condições ambientes e as propriedades psicrométricas são descritas pelo ponto 1. O ponto 2 mostra as propriedades do ar fluidizante, já aquecido. O ponto 3 indica as propriedades psicrométricas do ar após ser umedecido pela aspersão de água destilada. Quando a umidade relativa do ar no ponto 3

chega a 100%, a massa de líquido atomizado não é totalmente incorporada ao ar aquecido e esta fração de líquido condensado é representada pelo ponto 4 (Figuras 20 e 22).

Utilizando as equações de balanço (Item 3.4) e os valores de temperatura na entrada e na saída do leito (Tabela 11), foi possível determinar as propriedades psicrométricas do ar nos pontos 1, 2 e 3 e a fração de líquido condensado (ponto 4), para as diversas condições de processo utilizadas.

Tabela 11: Temperaturas médias do ar na saída do leito durante o processo de granulação.

| | Velocidade de fluidização (m/s) | Temperatura do ar fluidizante (°C) | | |
|---------------------------|---------------------------------|------------------------------------|------|----|
| | | 75 | 82,5 | 90 |
| Planejamento experimental | 0,25 | 32 | - | 34 |
| | 0,35 | - | 33,5 | - |
| | 0,45 | 35 | - | 38 |
| Cinética I | 0,45 | 35 | - | - |
| Cinética II | 0,45 | 38 | - | - |

As Figuras 20 a 25 mostram, graficamente, as propriedades psicrométricas do ar nos pontos 1, 2 e 3 para os diferentes valores de temperatura e velocidade de fluidização. Os resultados apresentados foram calculados à pressão ambiente da cidade de Campinas (94kPa).

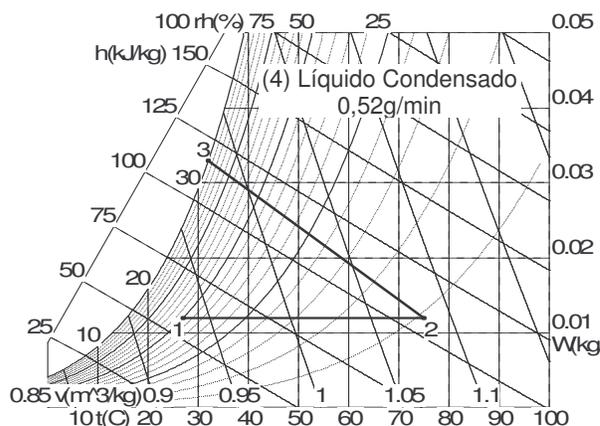


Figura 20: Etapas de aquecimento e umidificação do ar – Plan. Experimental (75°C; 0,25m/s; $\dot{m}_{lb} = 2\text{ml/min}$).

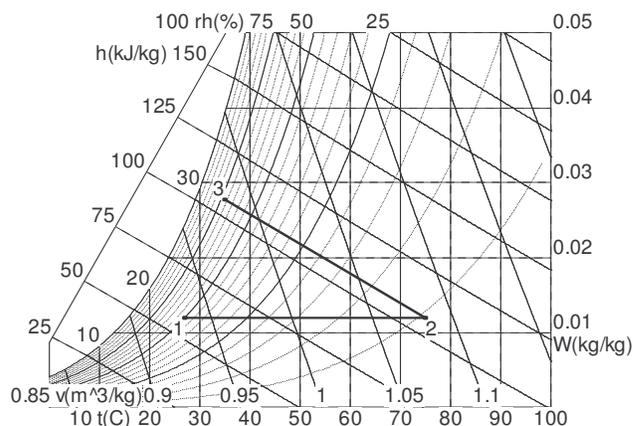


Figura 21: Etapas de aquecimento e umidificação do ar – Plan. Exper./ Cinética I (75°C; 0,45m/s; $\dot{m}_{lb} = 2\text{ml/min}$).

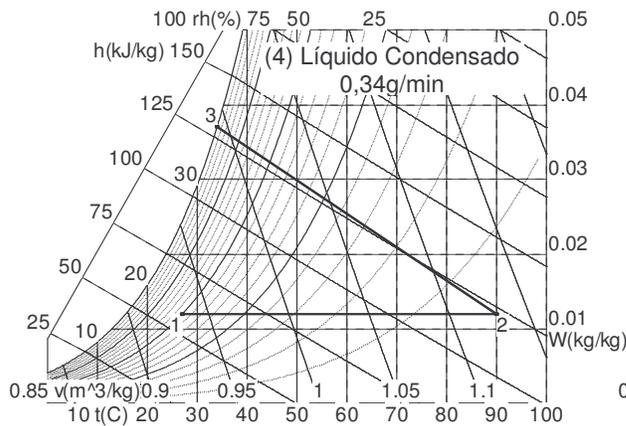


Figura 22: Etapas de aquecimento e umidificação do ar – Plan. Experimental (90°C; 0,25m/s; $\dot{m}_{lb} = 2\text{ml/min}$)

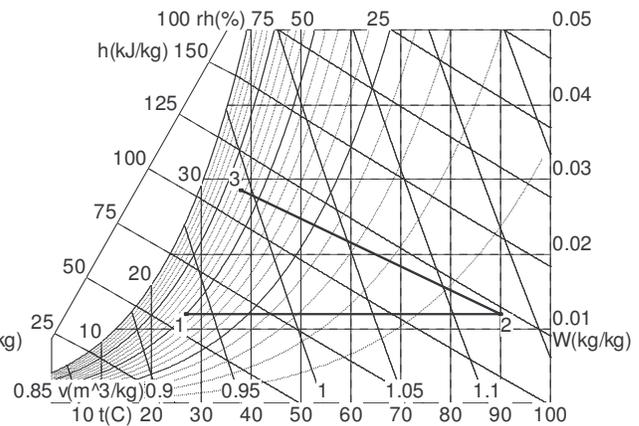


Figura 23: Etapas de aquecimento e umidificação do ar – Plan. Experimental (90°C; 0,45m/s; $\dot{m}_{lb} = 2\text{ml/min}$).

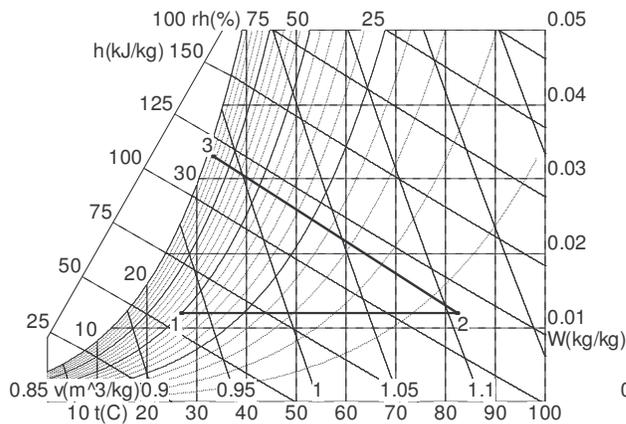


Figura 24: Etapas de aquecimento e umidificação do ar – Plan. Experimental (82,5°C; 0,35m/s; $\dot{m}_{lb} = 2\text{ml/min}$)

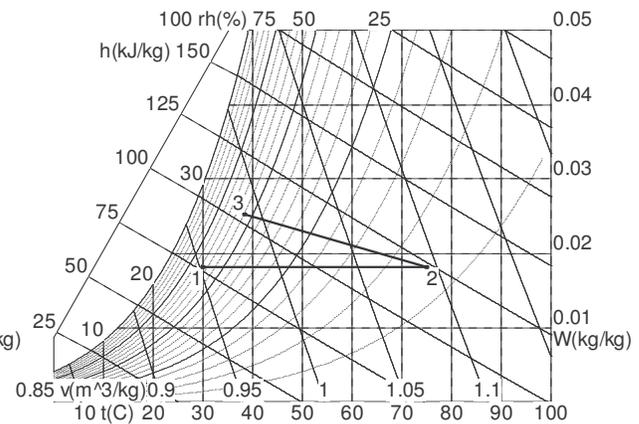


Figura 25: Etapas de aquecimento e umidificação do ar – Cinética II (75°C; 0,45m/s; $\dot{m}_{lb} = 1\text{ml/min}$).

Através das Figuras 20 e 21, onde a temperatura do ar fluidizante (TAR) é de 75°C, pode-se observar que a umidade relativa do ar, após a etapa de umidificação, aumenta quando se decresce a velocidade de fluidização (VAR) e vice-versa. O mesmo ocorre quando TAR é 90°C (Figuras 22 e 23), entretanto, o aumento da temperatura de fluidização acarreta num aumento da temperatura do ar na saída do leito, tornando a umidade relativa no ponto 3 inferior à da condição em que TAR é 75°C.

Nas situações em que VAR é igual a 0,25m/s (Figuras 20 e 22), a umidade relativa do ar chega a 100% e o ar seco não incorpora todo o líquido atomizado. Nestas circunstâncias, a fração de líquido não incorporado é representada pela vazão de líquido condensado em suspensão com o ar úmido em forma de gotículas.

Ainda, analisando as Figuras 20 e 22, pode-se observar que esta vazão de condensado varia sutilmente com a temperatura. Quando TAR é elevada de 75°C para 90°C, conseqüentemente há um aumento da temperatura na saída do leito e a vazão de líquido condensado decresce de 0,52 para 0,34g/min.

Nos ensaios de ponto central do planejamento experimental (Figura 24), onde os parâmetros de processo possuem valores intermediários (TAR=82,5°C e VAR=0,35m/s), a umidade relativa no ponto 3 fica próxima de 90%, e não há formação de líquido condensado.

Portanto, durante o planejamento experimental, onde se estudou a influência dos parâmetros de processo, a umidade relativa do ar no interior do leito variou de 100% mais uma fração de líquido condensado, nas condições de menor velocidade de fluidização (0,25m/s) e menor temperatura do ar fluidizante (75°C), até cerca de 60% para as condições de maior temperatura do ar fluidizante (90°C) e maior velocidade de fluidização (0,45m/s).

Posteriormente, analisou-se a aglomeração em função do tempo (cinética de granulação) em duas condições de umidade relativa do ar.

As propriedades do ar nos ensaios da Cinética II são mostradas pela Figura 25. Pode-se observar que ao reduzir a vazão de líquido inserida no bico aspersor de 2 para 1ml/min, as características do processo se modificam totalmente. Comparando-se com a Cinética I (Figura 21), a umidade relativa no ponto 3 decresce de 72% para 54,2%, aproximadamente. Na Cinética II, a temperatura do ar na saída do leito foi de 38°C, ou seja, superior em apenas 3°C à temperatura da Cinética I (35°C). Deste modo, quando se mantém a velocidade de fluidização num mesmo nível, a variação da umidade relativa do ar passa a ser diretamente proporcional à variação da vazão de líquido atomizado.

4.3 INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS DE PROCESSO NA GRANULAÇÃO

Um planejamento fatorial fracionário 2^{4-1} foi utilizado como ferramenta estatística no estudo das principais variáveis que poderiam influenciar o processo de granulação: temperatura (TAR) e velocidade (VAR) do ar de fluidização, vazão de ar no bico aspersor (QB) e posição do bico no leito (ALT). Em todos os ensaios do planejamento, a vazão de líquido atomizado foi mantida constante em 2ml/min e o tempo de granulação foi de 5 minutos.

A Tabela 12 mostra a matriz do planejamento fatorial fracionário 2^{4-1} juntamente com os resultados obtidos em cada ensaio. A partir destes dados foi possível estudar a influência das variáveis independentes sobre as variáveis de resposta e selecionar os parâmetros de processo que possuem efeitos significativos.

As análises estatísticas e estudo da significância dos efeitos de cada variável são discutidos nos itens 4.3.1 a 4.3.5.

Tabela 12: Condições de processo utilizadas nos ensaios do planejamento experimental e os valores médios de resposta obtidos em cada experimento.

| Ensaio | TAR (°C) | VAR (m/s) | QB (cm ³ /min) | ALT (cm) | DMP (µm) | UBS (%) | TI (s) | SOL (%) | POR (%) | TOR | INC |
|--------|-------------|--------------|------------------------------|-------------|-------------|------------|-----------|------------|------------|-----|-----|
| 1 | 75 | 0,25 | 8,5 | 50 | 123,65 | 4,16 | 5,92 | 1,24 | 54,26 | + | + |
| 2 | 90 | 0,25 | 8,5 | 70 | 125,10 | 3,95 | 6,80 | 1,76 | 51,72 | - | + |
| 3 | 75 | 0,45 | 8,5 | 70 | 120,43 | 3,88 | 6,86 | 0,97 | 50,49 | - | - |
| 4 | 90 | 0,45 | 8,5 | 50 | 114,22 | 3,64 | 8,00 | 3,00 | 50,86 | - | - |
| 5 | 75 | 0,25 | 11,5 | 70 | 133,23 | 3,72 | 6,05 | 0,63 | 54,69 | - | + |
| 6 | 90 | 0,25 | 11,5 | 50 | 117,59 | 3,46 | 5,60 | 1,25 | 54,49 | + | + |
| 7 | 75 | 0,45 | 11,5 | 50 | 106,11 | 3,70 | 5,89 | 0,58 | 56,31 | + | ± |
| 8 | 90 | 0,45 | 11,5 | 70 | 108,26 | 3,40 | 7,93 | 3,42 | 52,70 | - | - |
| 9 | 82,5 | 0,35 | 10 | 60 | 117,07 | 4,03 | 5,67 | 0,74 | 57,38 | - | + |
| 10 | 82,5 | 0,35 | 10 | 60 | 113,84 | 3,86 | 6,28 | 0,85 | 55,32 | - | + |
| 11 | 82,5 | 0,35 | 10 | 60 | 114,00 | 3,71 | 6,09 | 1,02 | 56,32 | - | ± |
| 12 | 82,5 | 0,35 | 10 | 60 | 113,93 | 3,68 | 6,26 | 0,82 | 56,09 | - | ± |

Onde:

TAR: Temperatura do ar de fluidização;

VAR: Velocidade do ar de fluidização;

QB: Vazão de ar inserido através do bico aspersor;

ALT: Posição do bico aspersor no leito;

DMP: Diâmetro médio de partícula;

UBS: Conteúdo de umidade em base seca;

TI: Tempo de instantaneização;

SOL: Fração de material não solubilizado em 1min de agitação;

POR: Porosidade total do leito fixo;

TOR: Presença (+) ou ausência (-) de torrões ao final do processo;

INC: Presença (+) ou ausência (-) de incrustação ao final do processo.

4.3.1 Diâmetro médio de partículas

A Tabela 13 mostra os resultados estatísticos para a resposta de diâmetro médio de partículas (DMP). A um limite de confiança de 95%, somente a variável velocidade do ar de fluidização (VAR) apresentou efeito estatisticamente significativo.

Através da Figura 26, pode-se observar que o resultado médio dos ensaios decresce cerca de 10% quando a velocidade do ar fluidizante aumenta de 0,25m/s para 0,45m/s. Entretanto, embora o aumento da velocidade de fluidização retarde o crescimento de partícula, o DMP do produto granulado aumentou em todos os ensaios, em relação ao DMP da matéria prima.

No acompanhamento dos experimentos foi observado que o processo quase não apresentou elutriação, fato que exclui a hipótese de que o aumento do DMP seria proveniente do arraste das partículas finas para fora do leito.

Por fim, como o decréscimo da velocidade do ar de fluidização (VAR) implica num aumento da umidade relativa do ar e fração de líquido condensado, pode-se dizer que o aumento do DMP deve-se principalmente ao acréscimo da umidade superficial do produto, que promove a formação de pontes ligantes e consolidação do grânulo.

Tabela 13: Resultados do efeito, desvio padrão, valor t, valor p e limites de confiança, provenientes do planejamento fatorial fracionário para o diâmetro médio de partículas.

| | Efeito | Desvio Padrão | t | p | Lim. Conf. - 95% | Lim. Conf. + 95% |
|---------------|---------------|--------------------------|----------|----------|-----------------------------|-----------------------------|
| Média* | 117,29* | 1,25* | 93,55* | 0,0000* | 114,32* | 120,25* |
| TAR | -4,56 | 3,07 | -1,49 | 0,1810 | -11,82 | 2,70 |
| VAR* | -12,64* | 3,07* | -4,11* | 0,0045* | -19,90* | -5,38* |
| QB | -4,55 | 3,07 | -1,48 | 0,1818 | -11,81 | 2,71 |
| ALT | 6,36 | 3,07 | 2,07 | 0,0770 | -0,90 | 13,62 |

*Valores estatisticamente significativos a 95% de confiança.

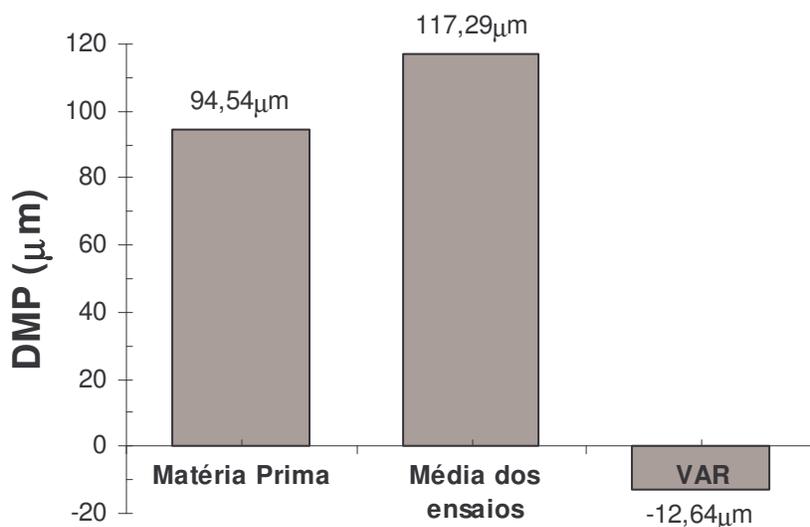


Figura 26: Representação do resultado de diâmetro médio de partícula da matéria-prima, média dos ensaios e efeito estatisticamente significativo a 95% de confiança.

4.3.2 Conteúdo de umidade

Para a resposta de conteúdo de umidade, as variáveis de temperatura do ar fluidizante (TAR) e vazão de ar no bico aspersor (QB) apresentaram efeitos estatisticamente significativos (Tabela 14). Os resultados mostram que a umidade do produto aglomerado diminui cerca de 7% quando a temperatura do ar fluidizante aumenta de 75°C para 90°C, e 9% quando a vazão de ar no bico aspersor eleva-se de 8,5 para 11,5 cm³/min. Entretanto a umidade média dos ensaios (3,77%) é cerca de 70% maior que a umidade da matéria prima (2,22%).

A influência da variável TAR no decréscimo do conteúdo de umidade final pode ser explicada pelo aumento da temperatura na zona de aquecimento, que acarreta num decréscimo da umidade relativa do ar fluidizante e aumento da capacidade de secagem do produto.

O efeito negativo da variável QB pode estar relacionado com o tamanho do diâmetro das gotículas de líquido produzidas durante a atomização, que se correlaciona com o tempo de penetração de líquido no interior do produto (DENESUK *et al.*, 1993). O aumento da vazão de ar no bico produz gotículas de água com menor diâmetro, o que torna,

de acordo com a Equação 7, mais lenta a penetração do líquido para o interior do produto e, conseqüentemente, reduz o conteúdo de umidade.

Tabela 14: Resultados do efeito, desvio padrão, valor t, valor p e limites de confiança, provenientes do planejamento fatorial fracionário para a porcentagem de umidade final do produto em base seca.

| | Efeito | Desvio Padrão | t | p | Lim. Conf. | |
|---------------|---------|------------------|--------|---------|------------|---------|
| | | | | | - 95% | + 95% |
| Média* | 3,77%* | 0,04%* | 96,19* | 0,0000* | 3,67%* | 3,86%* |
| TAR* | -0,25%* | 0,10%* | -2,63* | 0,0337* | -0,48%* | -0,03%* |
| VAR | -0,17% | 0,10% | -1,75 | 0,1229 | -0,39% | 0,06% |
| QB* | -0,34%* | 0,10%* | -3,54* | 0,0095* | -0,57%* | -0,11%* |
| ALT | 0,00% | 0,10% | -0,02 | 0,9815 | -0,23% | 0,22% |

*Valores estatisticamente significativos a 95% de confiança.

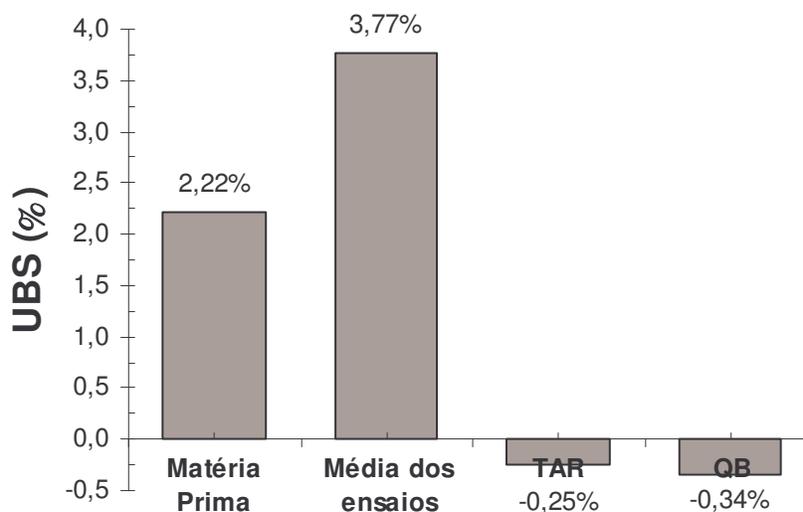


Figura 27: Representação do resultado de conteúdo de umidade (base seca) da matéria-prima, média dos ensaios e efeitos estatisticamente significativos a 95% de confiança.

4.3.3 Tempo de instantaneização

Para a resposta de tempo de instantaneização, apenas as variáveis temperatura e velocidade do ar de fluidização (TAR e VAR) apresentaram efeitos estatisticamente significativo (Tabela 15). Os resultados mostram que o tempo de instantaneização da média dos ensaios acresce em 17% quando a velocidade do ar fluidizante aumenta de 0,25m/s para 0,45m/s. Nota-se também, que a média dos ensaios (6,45s) é cerca de 55% menor que o tempo de instantaneização obtido nos testes com matéria prima (14,3s).

Conforme discutido no Item 3.2.1, ao decrescer a velocidade de fluidização, mantendo a vazão de líquido atomizado constante, o crescimento de partículas é favorecido. Baseando-se no fato de que um produto granulado possui melhores propriedades de instantaneização, pode-se dizer que o tempo de instantaneização é influenciado indiretamente pela variável VAR. Portanto, se com a diminuição da velocidade de fluidização há um aumento do DMP, então, conseqüentemente, o tempo de instantaneização é reduzido e vice-versa.

Do mesmo modo que a variável VAR, a diminuição da temperatura do ar fluidizante (TAR) acarreta num aumento da umidade relativa do ar no interior do leito e conseqüente acréscimo do teor de umidade do produto. Assim, como o aumento da umidade do ar favorece a formação de grânulos, as propriedades de instantaneização do produto também são incrementadas quando as condições de processo implicam num aumento da umidade do leito (TAR = 75°C).

Tabela 15: Resultados do efeito, desvio padrão, valor t, valor p e limites de confiança, provenientes do planejamento fatorial fracionário para tempo de instantaneização.

| | Efeito | Desvio Padrão | t | p | Lim. Conf. - 95% | Lim. Conf. + 95% |
|---------------|---------------|--------------------------|----------|----------|-----------------------------|-----------------------------|
| Média* | 6,45* | 0,16* | 41,39* | 0,0000* | 6,08* | 6,81* |
| TAR* | 0,90* | 0,38* | 2,36* | 0,0500* | 0,00* | 1,80* |
| VAR* | 1,08* | 0,38* | 2,82* | 0,0256* | 0,17* | 1,98* |
| QB | -0,53 | 0,38 | -1,39 | 0,2084 | -1,43 | 0,37 |
| ALT | 0,56 | 0,38 | 1,47 | 0,1856 | -0,34 | 1,46 |

* Valores estatisticamente significativos a 95% de confiança.

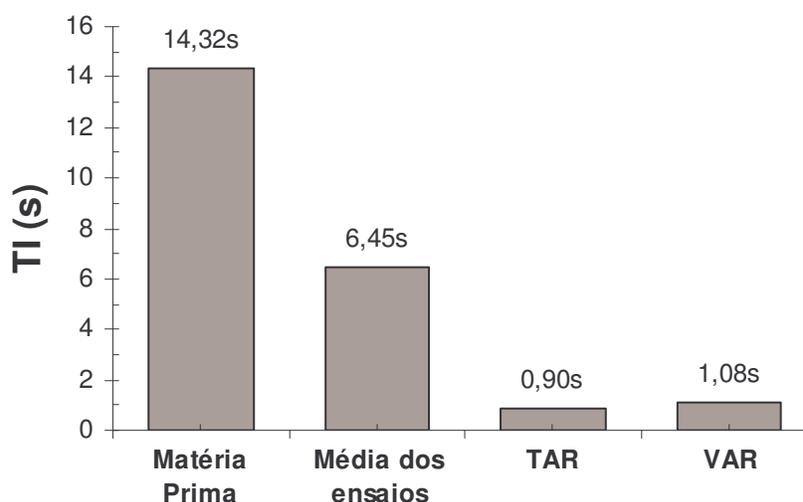


Figura 28: Representação do resultado de tempo de instantaneização da matéria-prima, média dos ensaios e efeitos estatisticamente significativos a 95% de confiança.

4.3.4 Solubilidade

Para a resposta de solubilidade, apenas a variável temperatura do ar de fluidização (TAR) apresentou efeito estatisticamente significativo (Tabela 16). Os resultados mostram que a fração de material não-solubilizado aumenta cerca de 210% quando a temperatura do ar fluidizante eleva-se de 75°C para 90°C. Ao se utilizar temperaturas mais elevadas, as

pontes ligantes formadas durante a aglomeração de partículas podem tornar-se mais rígidas que nos processos que utilizam menores temperaturas e, deste modo, a solubilidade do produto final pode ser alterada.

Nota-se também que a média dos ensaios (1,36%) representa 1/3 da fração de material não-solubilizado obtida no teste com matéria prima (4,08%). Deste modo, pode-se dizer que a aglomeração de partículas resulta num aumento considerável da solubilidade.

Tabela 16: Resultados do efeito, desvio padrão, valor t, valor p e limites de confiança, provenientes do planejamento fatorial fracionário para a solubilidade.

| | Efeito | Desvio Padrão | t | p | Lim. Conf. - 95% | Lim. Conf. + 95% |
|---------------|---------------|--------------------------|----------|----------|-----------------------------|-----------------------------|
| Média* | 1,36%* | 0,21%* | 6,60* | 0,0003* | 0,87%* | 1,84%* |
| TAR* | 1,50%* | 0,50%* | 2,99* | 0,0202* | 0,31%* | 2,69%* |
| VAR | 0,77% | 0,50% | 1,53 | 0,1691 | -0,42% | 1,96% |
| QB | -0,28% | 0,50% | -0,55 | 0,6010 | -1,46% | 0,91% |
| ALT | 0,18% | 0,50% | 0,36 | 0,7315 | -1,01% | 1,37% |

*Valores estatisticamente significativos a 95% de confiança.

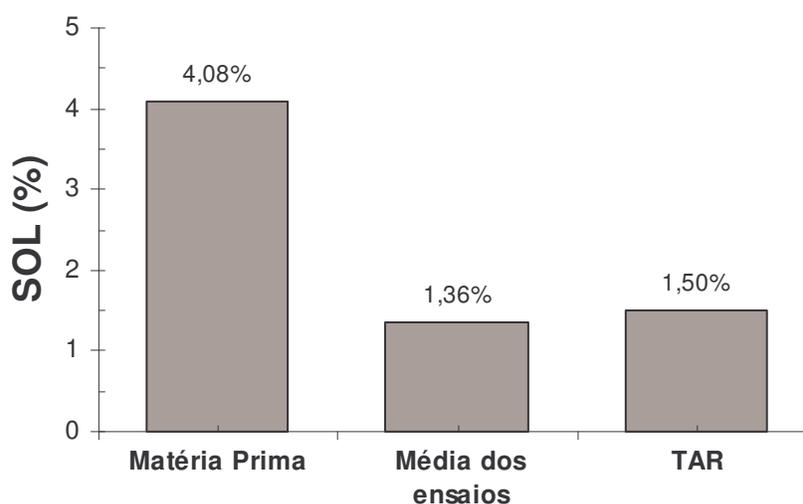


Figura 29: Representação da fração de produto não-solubilizado para a matéria-prima, média dos ensaios e efeitos estatisticamente significativos a 95% de confiança.

4.3.5 Porosidade do leito

Para a resposta de porosidade total, nenhuma variável apresentou efeito significativo. Entretanto, a média da porosidade obtida nos ensaios (54,22%) é cerca de 10% maior que a porosidade da matéria prima (48,68%). Apesar de não-significativo, o aumento da porosidade é capaz de modificar a estrutura do grânulo e incrementar as propriedades de instantaneização e solubilidade.

Tabela 17: Resultados do efeito, desvio padrão, valor t, valor p e limites de confiança, provenientes do planejamento fatorial fracionário para a porosidade total do leito.

| | Efeito | Desvio Padrão | t | p | Lim. Conf. | |
|---------------|---------|------------------|--------|---------|------------|---------|
| | | | | | - 95% | + 95% |
| Média* | 54,22%* | 0,60%* | 90,12* | 0,0000* | 52,80%* | 55,64%* |
| TAR | -1,49% | 1,47% | -1,01 | 0,3446 | -4,98% | 1,99% |
| VAR | -1,20% | 1,47% | -0,81 | 0,4421 | -4,69% | 2,28% |
| QB | 2,71% | 1,47% | 1,84 | 0,1080 | -0,77% | 6,20% |
| ALT | -1,58% | 1,47% | -1,07 | 0,3187 | -5,07% | 1,90% |

* Valores estatisticamente significativos a 95% de confiança.

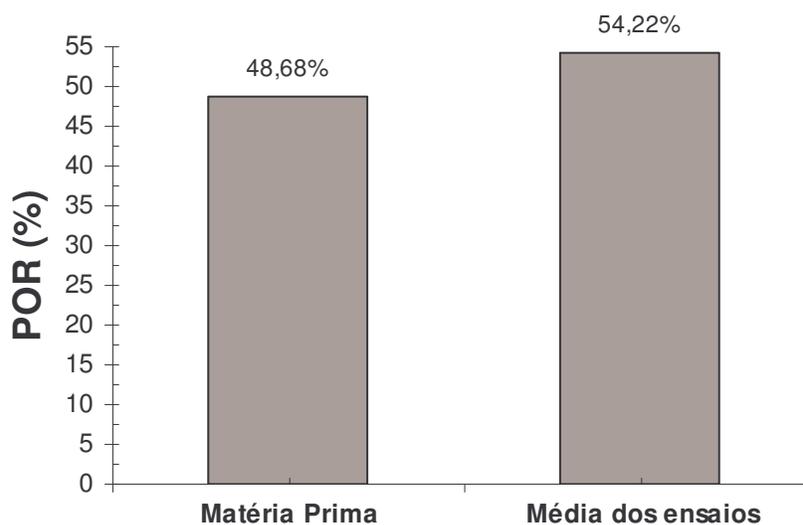


Figura 30: Representação do resultado de porosidade do leito para a matéria-prima, média dos ensaios e efeitos estatisticamente significativos a 95% de confiança.

4.3.6 Formação de torrões

Ao final de cada ensaio, tomou-se nota da presença (+) ou ausência (-) de torrões na base do leito. Os resultados são mostrados na coluna TOR da Tabela 12 e, apesar de serem analisados qualitativamente, indicam que a formação de torrões tem maiores tendências de ocorrer quando a altura do bico aspersor no leito encontra-se na posição inferior (50cm). Ao posicionar o bico aspersor para perto da base, a zona de umidificação é expandida e ocupa quase que totalmente o interior do leito. Conseqüentemente, a formação de pontes líquidas entre as partículas e o umedecimento excessivo do sólido tornam-se mais efetivos e a etapa de crescimento do grânulo mais acelerada, formando os torrões. Ainda, é importante observar que nas condições de processo (TAR: 75 e 90°C e VAR: 0,25m/s) em que uma fração do líquido atomizado não é totalmente incorporada ao ar seco, apresentando-se na forma de condensado, também há formação de torrões.

4.3.7 Incrustação

A incrustação de produto também foi analisada qualitativamente. A coluna INC da Tabela 12 indica se ocorreu formação de crosta (+), ausência de crosta (-) ou incrustação parcial (\pm) de produto na parede interna do leito. Os resultados mostram que a incrustação de produto é favorecida quando a velocidade do ar fluidizante é baixa ou mediana (0,25m/s e 0,35m/s), ou seja, quando se trabalha em elevadas umidades relativas e em presença de condensado. Ao se utilizar baixas velocidades, a umidade relativa do ar no interior do leito aumenta, favorecendo a formação de pontes líquidas e crescimento do grânulo. Por outro lado, esta mesma condição também propicia a incrustação de produto quando as partículas umedecidas se aderem à parede do leito, após colidirem-se a ela.

4.4 SELEÇÃO DOS PARÂMETROS DE PROCESSO

Baseando-se nas análises estatísticas dos resultados do planejamento experimental, os parâmetros de processo mais adequados foram selecionados. Para isto, algumas condições de processo e características do produto foram priorizadas.

Primeiramente, o processo de granulação deve proporcionar bons rendimentos, e deste modo, os parâmetros devem ser controlados de modo a minimizar a formação de torrões (\downarrow TOR) e a incrustação de produto na parede do leito (\downarrow INC).

Também é desejável que o produto final contenha as seguintes características:

- Maior diâmetro médio de partícula (\uparrow DMP);
- Menor tempo de instantaneização (\downarrow TI);
- Menor fração de material não solubilizado (\downarrow SOL);
- Menor conteúdo de umidade (\downarrow UBS);
- Maior porosidade do leito (\uparrow POR).

Baseando-se nos efeitos significativos do planejamento experimental, a Tabela 18 mostra em que situações estas condições de processo e características do produto ocorrem.

Tabela 18: Escolha dos parâmetros de processo mais adequados.

| | \downarrow TOR | \downarrow INC | \uparrow DMP | \downarrow TI | \downarrow SOL | \downarrow UBS |
|----------------------------------|------------------|------------------|----------------|-----------------|------------------|------------------|
| TAR (°C) | - | - | 75* | - | 75 | 90 |
| VAR (m/s) | - | 0,45* | 0,25 | 0,25 | - | - |
| QB (cm ³ /min) | - | - | - | - | - | 11,5* |
| ALT (cm) | 70* | - | - | - | - | - |

* Parâmetros de processo selecionados.

Pode-se observar que ao se optar por um processo que apresente menores percentuais de incrustação, algumas das condições de maior diâmetro médio de partícula e menor tempo de instantaneização não podem ser satisfeitas.

Deste modo, uma vez que o estudo da cinética tem o objetivo de analisar o crescimento do grânulo ao longo do tempo, optou-se por selecionar as condições em que ocorre maior rendimento de processo, ou menor incrustação, seguidas pelas condições em que há menor fração de material não-solubilizado e menor conteúdo de umidade. É válido ressaltar que a variável POR não apresentou efeitos significativos e, por isso, não influenciou a seleção dos parâmetros.

Por fim, os parâmetros escolhidos para o estudo das cinéticas de granulação foram:

- TAR = 75°C;
- VAR = 0,45m/s;
- QB = 11,5cm³/min;
- ALT = 70cm.

4.5 CINÉTICA DE GRANULAÇÃO

As cinéticas de granulação foram realizadas utilizando-se os parâmetros de processo selecionados no Item 4.4. Denominou-se de Cinética I o processo que utilizou uma vazão de líquido atomizado de 2ml/min e de Cinética II o processo que utilizou uma vazão de líquido atomizado de 1ml/min. Os resultados de diâmetro médio de partículas, conteúdo de umidade, tempo de instantaneização, solubilidade e porosidade total do leito são discutidos nos itens a seguir.

4.5.1 Diâmetro médio de partícula

A Figura 31 mostra o aumento do diâmetro médio de partícula (DMP) em 10 minutos da Cinética I e 20 minutos da Cinética II.

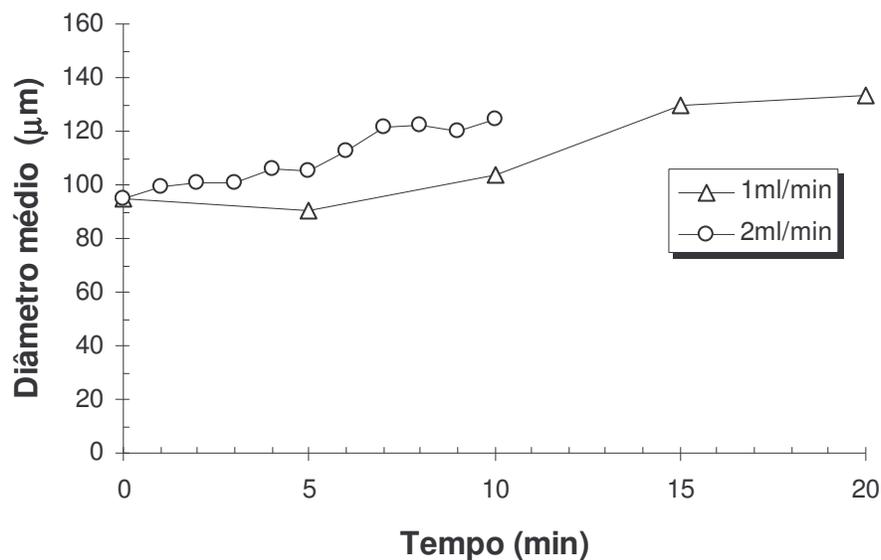


Figura 31: Diâmetro médio de partícula ao longo do tempo de aglomeração.

Na Cinética I, o DMP varia lentamente até 5 primeiros minutos de aspersão. A partir de então, a aglomeração torna-se mais rápida e o crescimento de partícula ocorre até o sétimo minuto de processo. Após este período, observa-se que a relação de crescimento/quebra de partículas entra em equilíbrio e o DMP torna-se praticamente constante.

Na Cinética II, ocorre um comportamento semelhante. Entretanto, devido à menor vazão de líquido atomizado e conseqüente menor umidade relativa do ar, o crescimento de partículas mais acentuado ocorre somente após os 10 primeiros minutos de processo. Ainda, pode-se observar que, em ambas as vazões de líquido atomizado, o DMP aumenta cerca de 30% ao final de cada cinética.

Através das análises de distribuição de tamanho de partícula, mostradas pelas Figuras 32 e 34, foi possível observar como ocorre o crescimento de partículas. No decorrer do processo, o pico inicial do perfil de distribuição é deslocado, indicando um decréscimo da fração mássica de partículas mais finas e aumento da fração de partículas mais grossas.

Apesar de ocorrerem em períodos distintos, o modo como os picos se deslocam são bem semelhantes. A maior concentração de partículas da distribuição de tamanho inicial (0min) é representada pelo diâmetro de $90,5\mu\text{m}$ e ao final das cinéticas I e II, esta concentração é deslocada para o diâmetro de $181\mu\text{m}$.

As Figuras 33 e 35 mostram, individualmente, como ocorre esta variação da fração mássica dos pontos que constituem o perfil de distribuição. Pode-se observar que no decorrer do processo a fração mássica das partículas de menor diâmetro ($64\mu\text{m}$ e $90,5\mu\text{m}$) decresce, enquanto as frações mássicas das partículas de maior diâmetro ($128\mu\text{m}$, $181\mu\text{m}$ e $256\mu\text{m}$) aumentam. Ainda se verifica nos dois casos que a fração $64\mu\text{m}$ primeiramente cresce a custas de partículas mais finas e logo começa a decrescer para formar partículas de maior diâmetro.

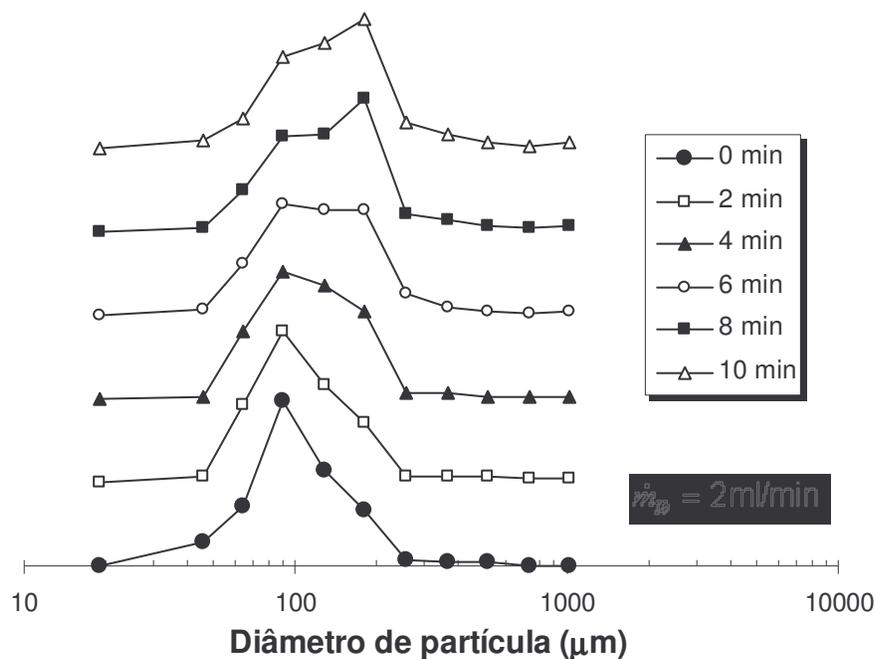


Figura 32: Distribuição de tamanho de partícula em função do tempo de aglomeração ($\dot{m}_{lb} = 2 \text{ ml/min}$ - Cinética I).

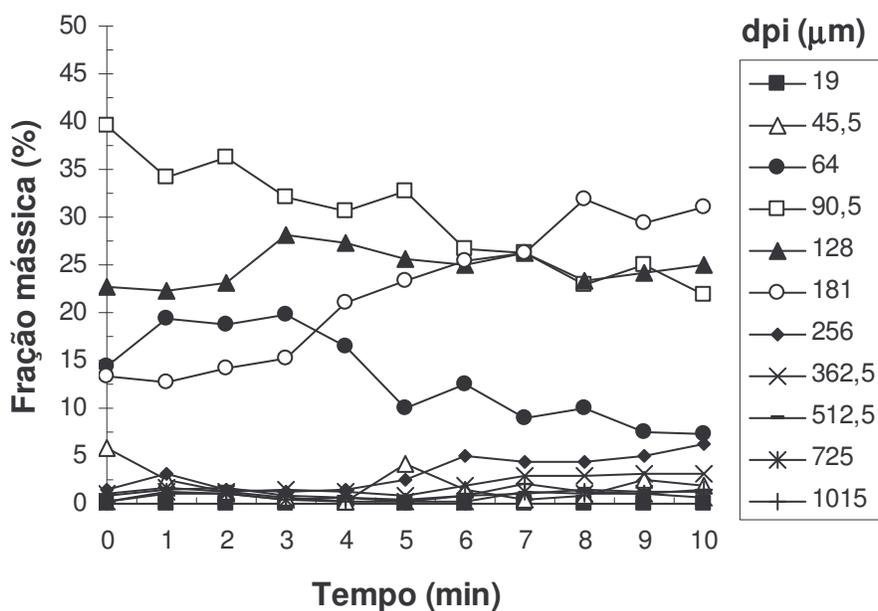


Figura 33: Fração mássica (x_i) do diâmetro de partícula (d_{pi}) ao longo do tempo de aglomeração ($\dot{m}_{lb} = 2 \text{ ml/min}$ - Cinética I).

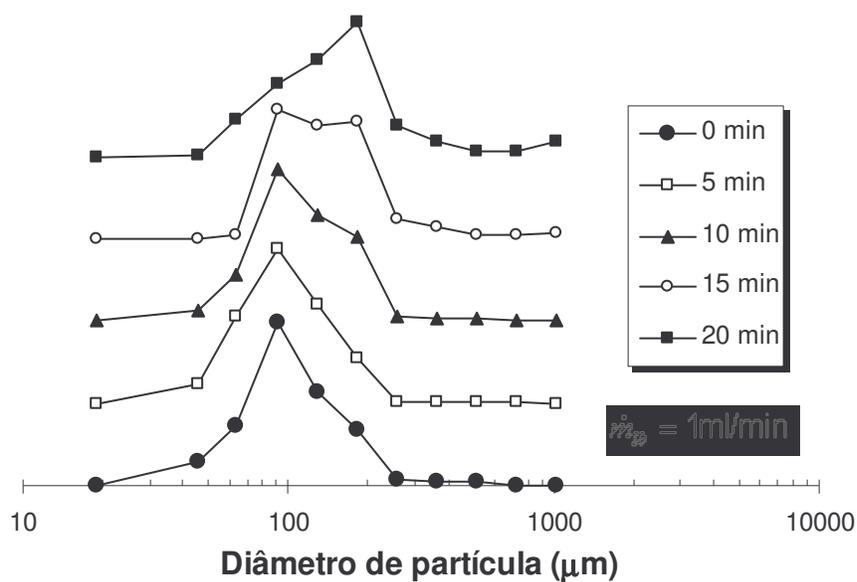


Figura 34: Distribuição de tamanho de partícula em função do tempo de aglomeração ($\dot{m}_{lb} = 1 \text{ ml/min}$ - Cinética II).

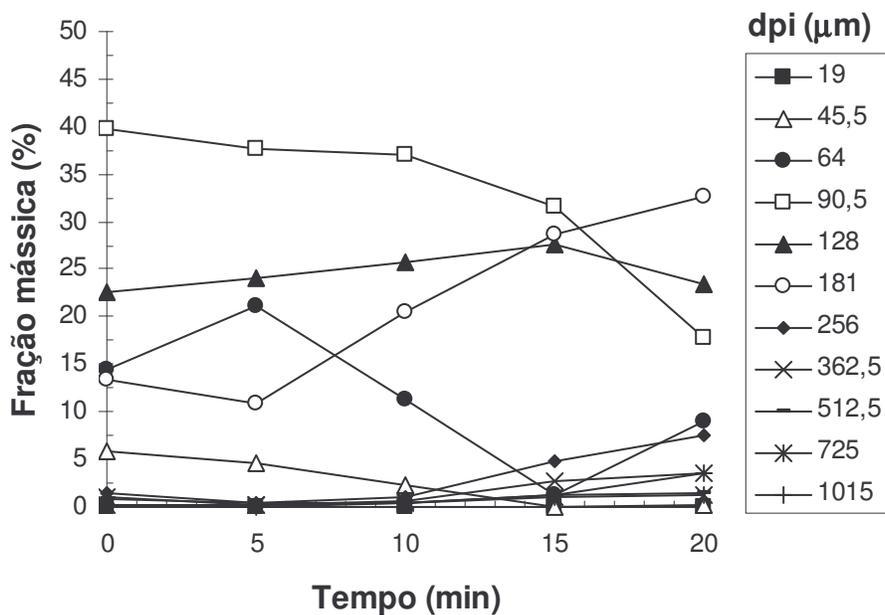


Figura 35: Fração mássica (x_i) do diâmetro de partícula (d_{pi}) ao longo do tempo de aglomeração ($\dot{m}_{lb} = 1 \text{ ml/min}$ - Cinética II).

4.5.2 Caracterização morfológica

A Figura 36 mostra uma amostra de suco de acerola desidratado. Tanto o produto granulado quanto a matéria prima apresentam coloração alaranjada e possuem distribuições de tamanho de partículas com diâmetro variando de tamanhos menores que 38 a 850 μm . Para a matéria prima, o pico da distribuição de tamanho de partículas concentra-se na região entre 75 e 106 μm , enquanto para os produtos granulados esta faixa varia de 150 a 212 μm .



Figura 36: Suco de acerola desidratado

As Figuras 37 a 51 mostram as diversas faixas de diâmetro de partículas obtidas pela separação de tamanho das partículas por peneiragem. Analisando-se as diversas frações de tamanho de partícula foi possível constatar como o crescimento de partículas ocorre. Pode-se observar que as partículas mais grossas são formadas pela aglomeração de partículas de menor diâmetro.

As micrografias foram obtidas através de análise por microscopia óptica.

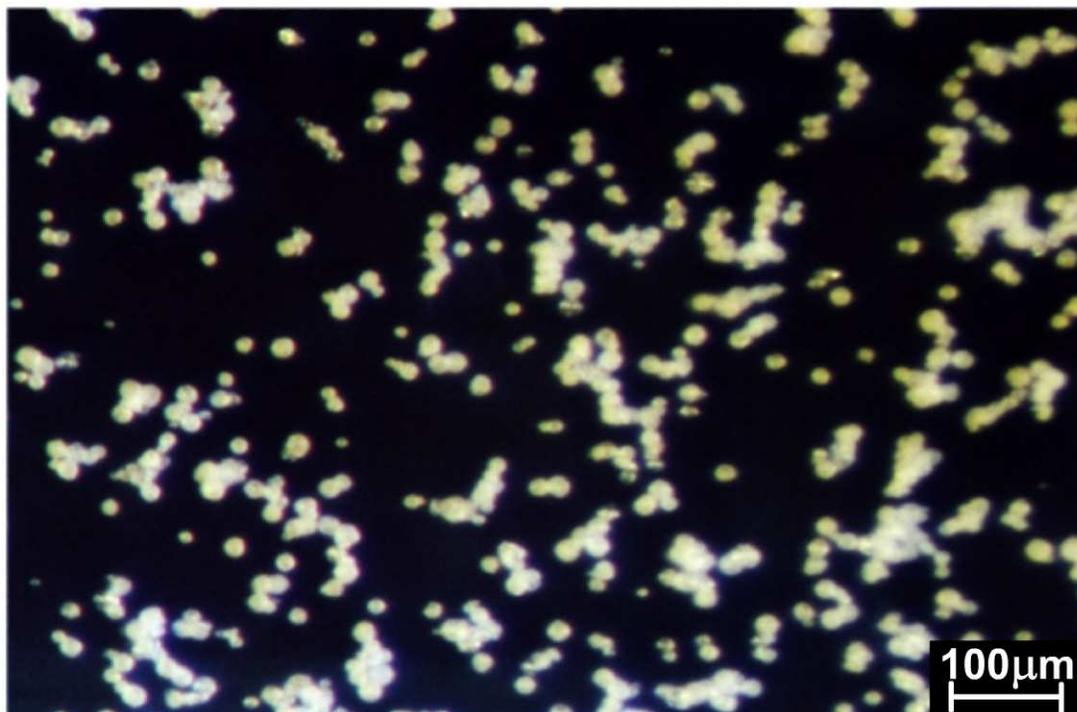


Figura 37: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro menor que 38μm (a).

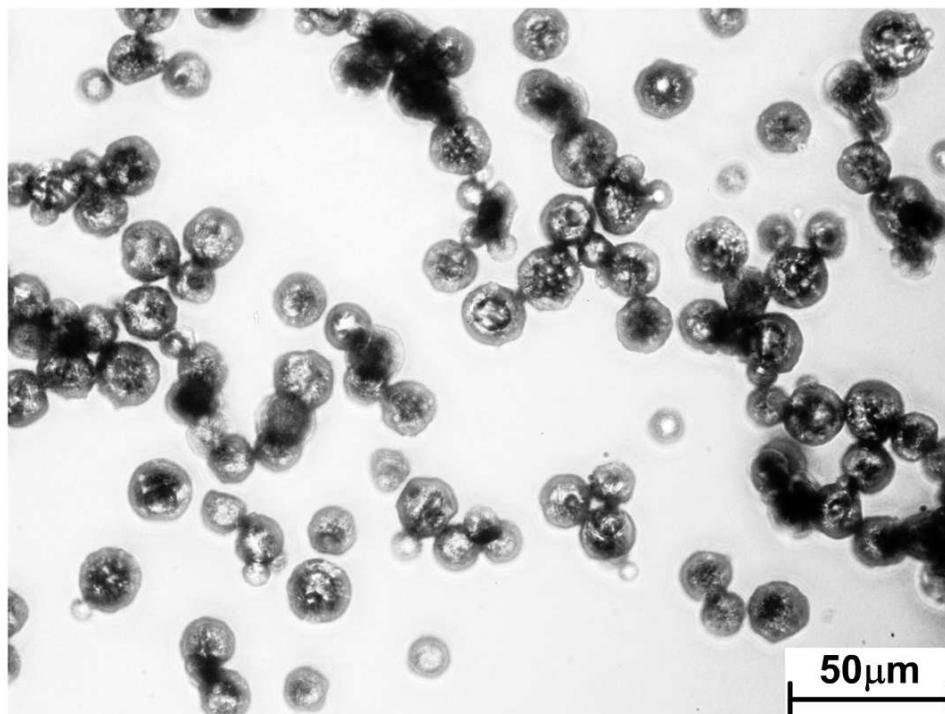


Figura 38: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro menor que 38μm (b).

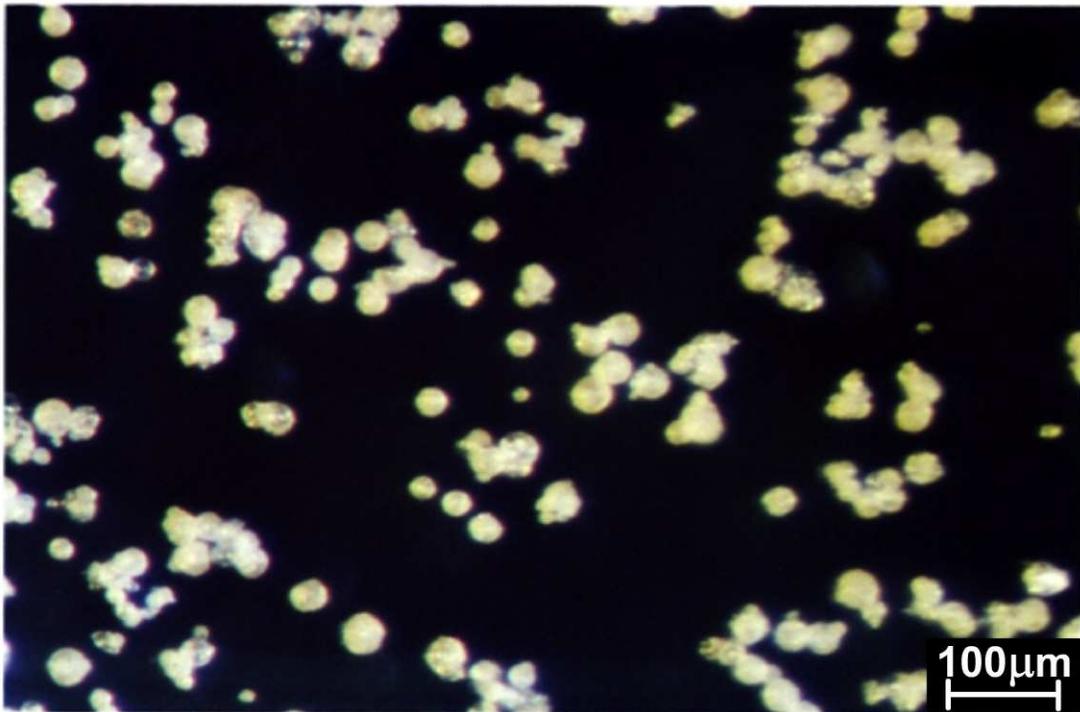


Figura 39: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 38 e 53μm (a).

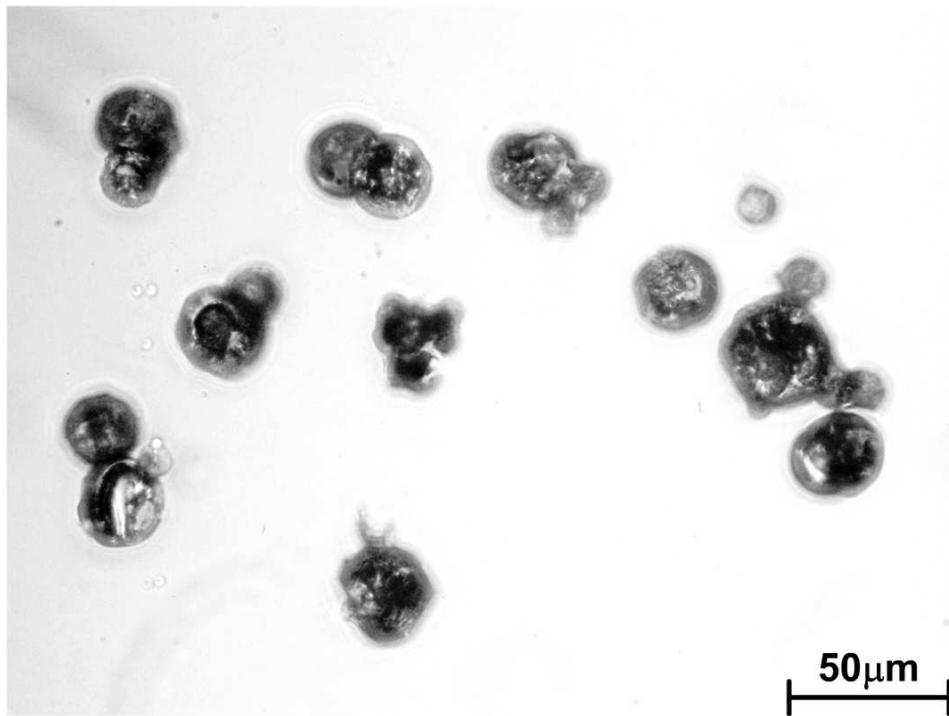


Figura 40: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 38 e 53μm (b).

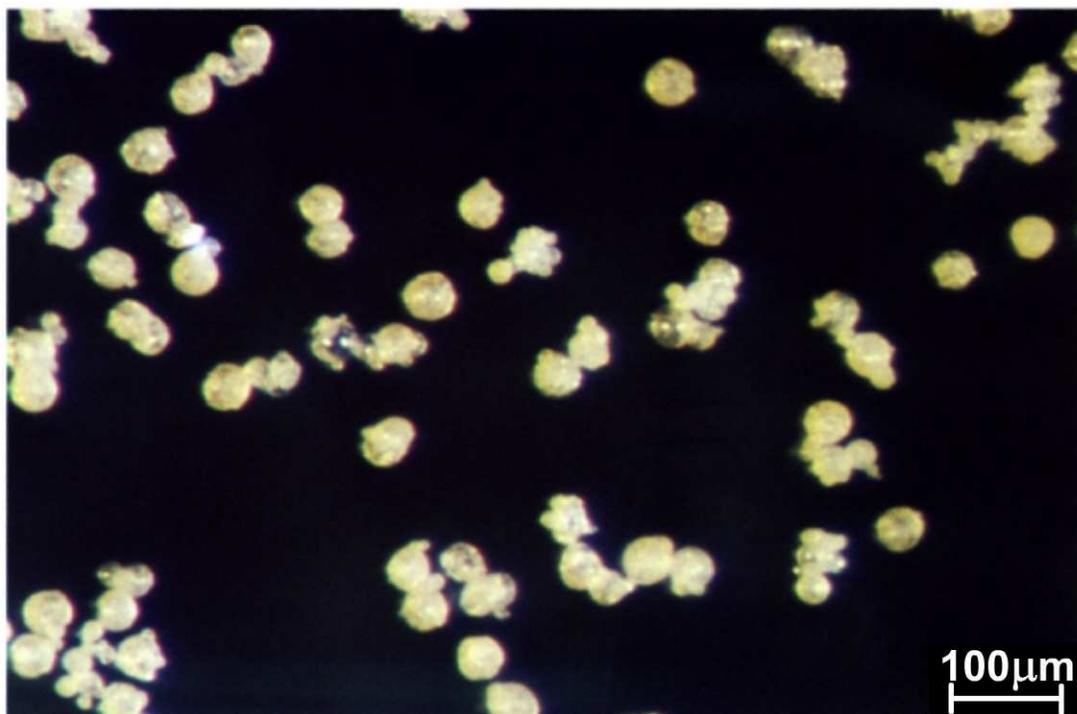


Figura 41: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 53 e 75μm (a).

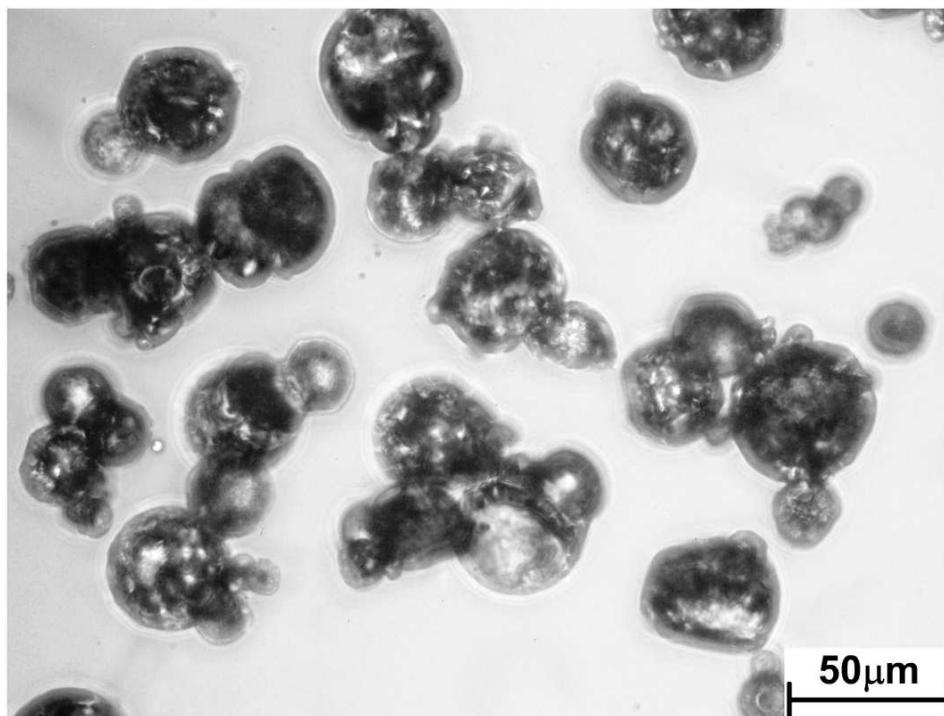


Figura 42: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 53 e 75μm (b).

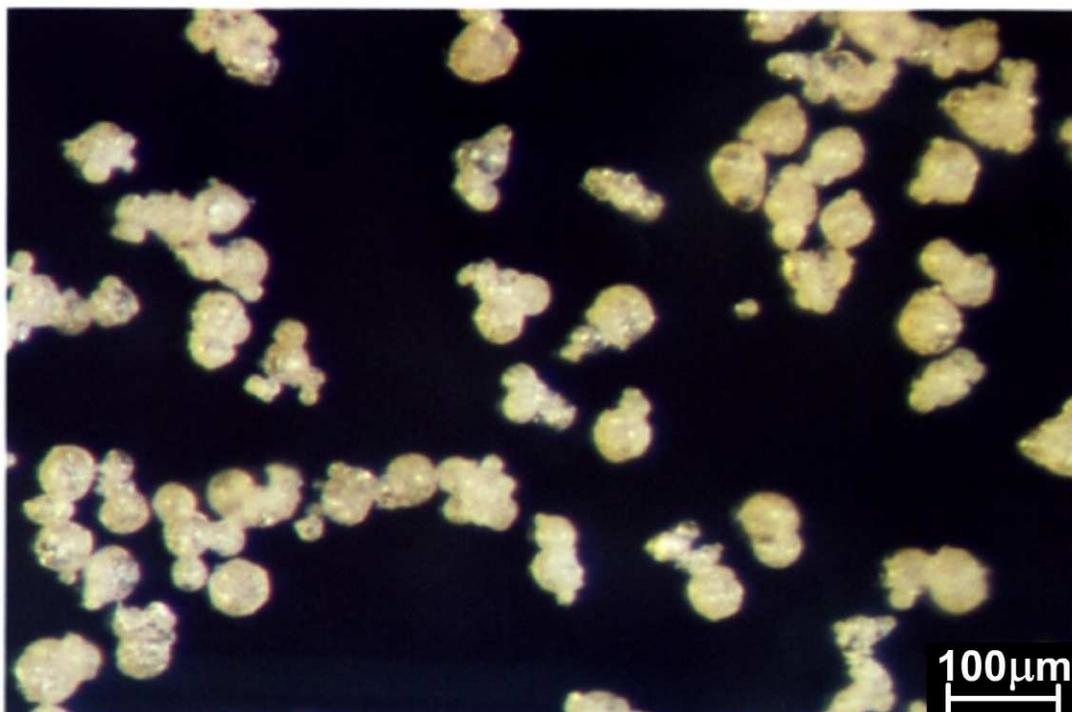


Figura 43: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 75 e 106 μm (a).

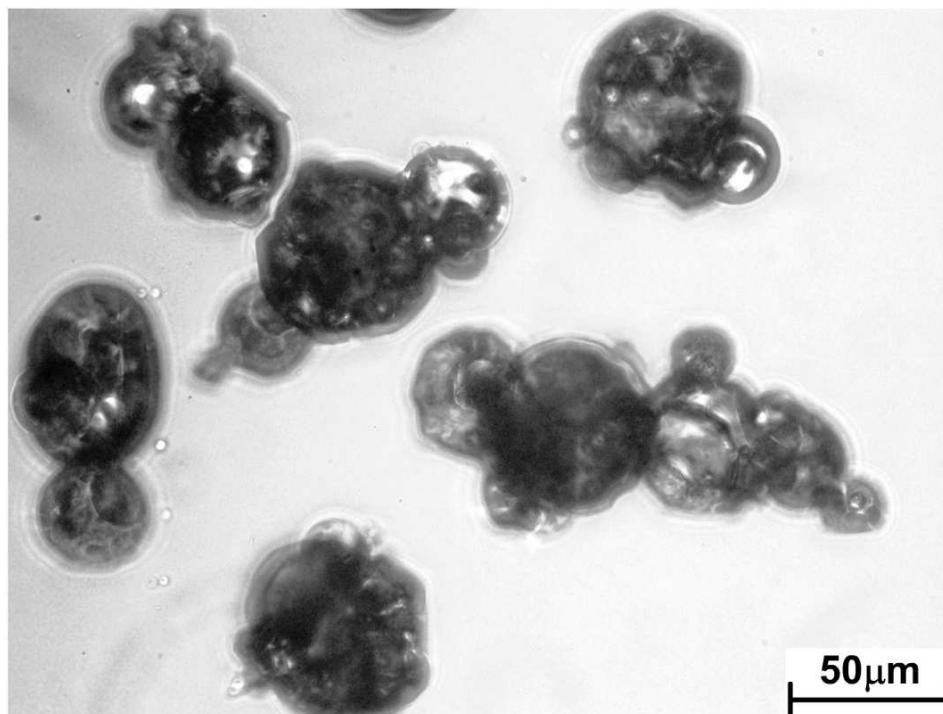


Figura 44: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 75 e 106 μm (b).

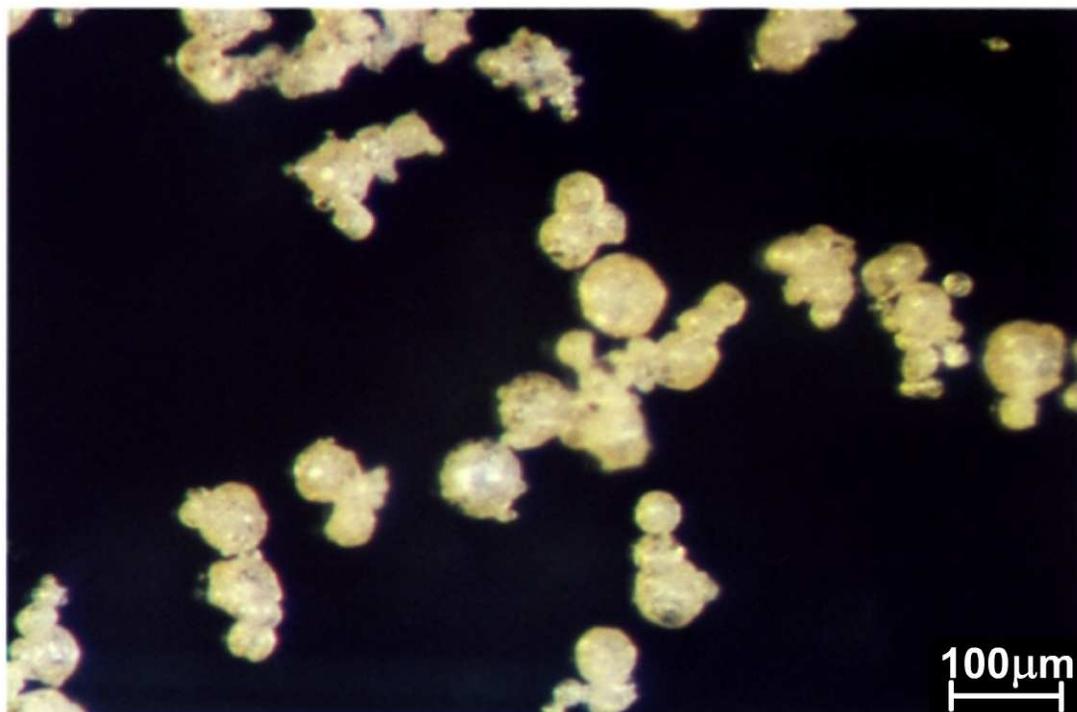


Figura 45: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 106 e 150 μm (a).

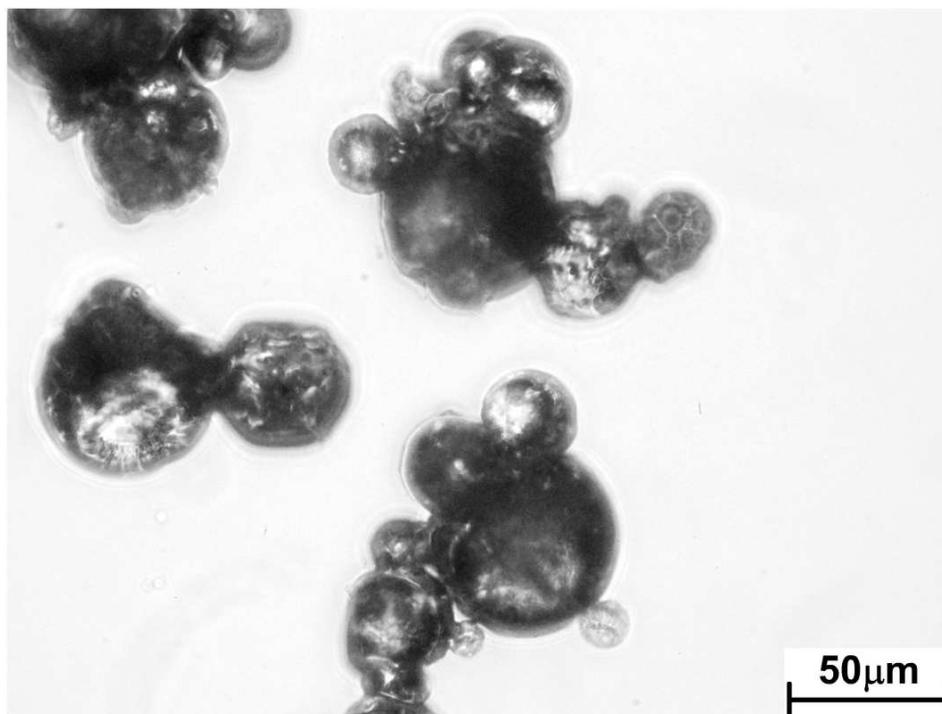


Figura 46: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 106 e 150 μm (b).

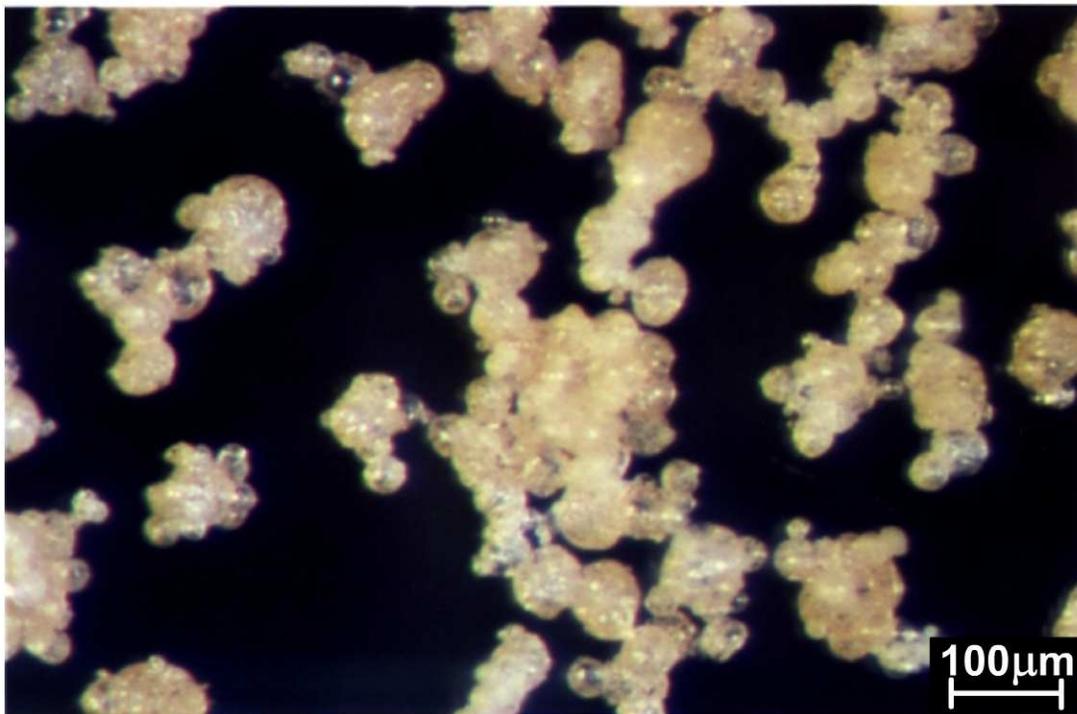


Figura 47: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 150 e 212 μm.

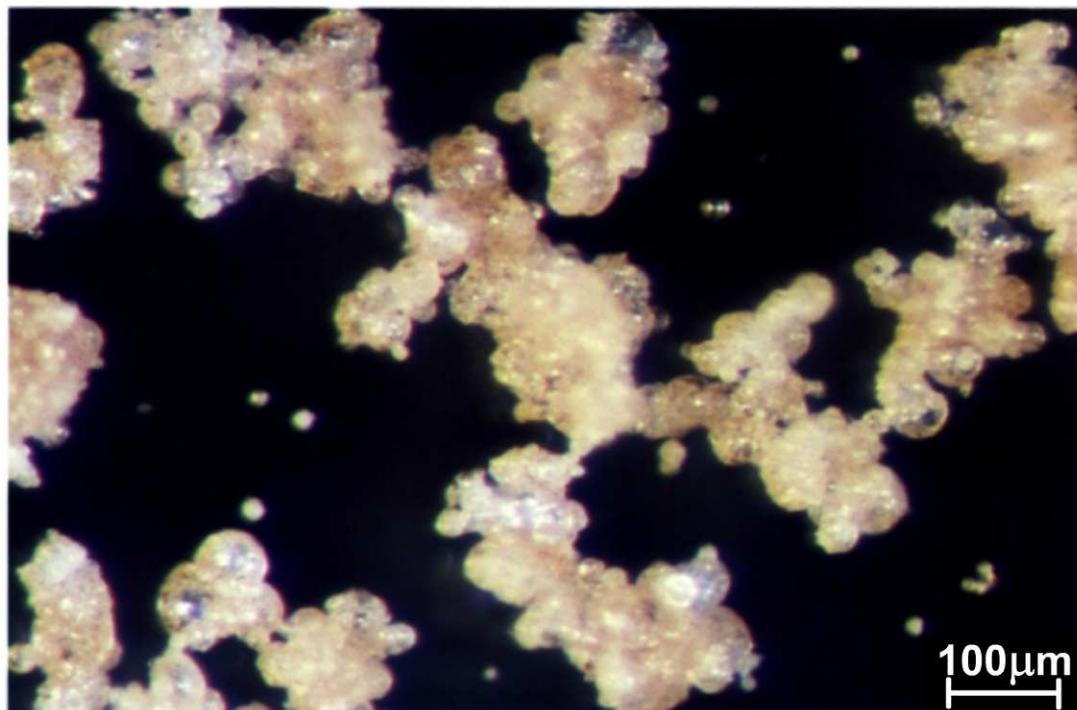


Figura 48: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 212 e 300 μm.

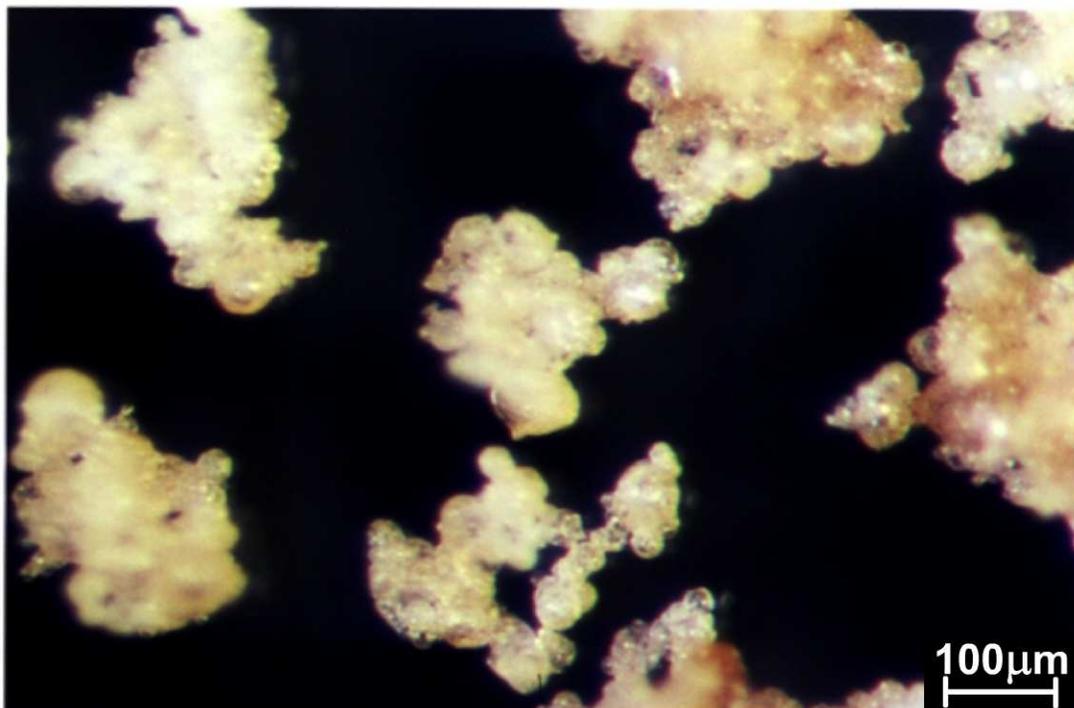


Figura 49: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 300 e 425μm.

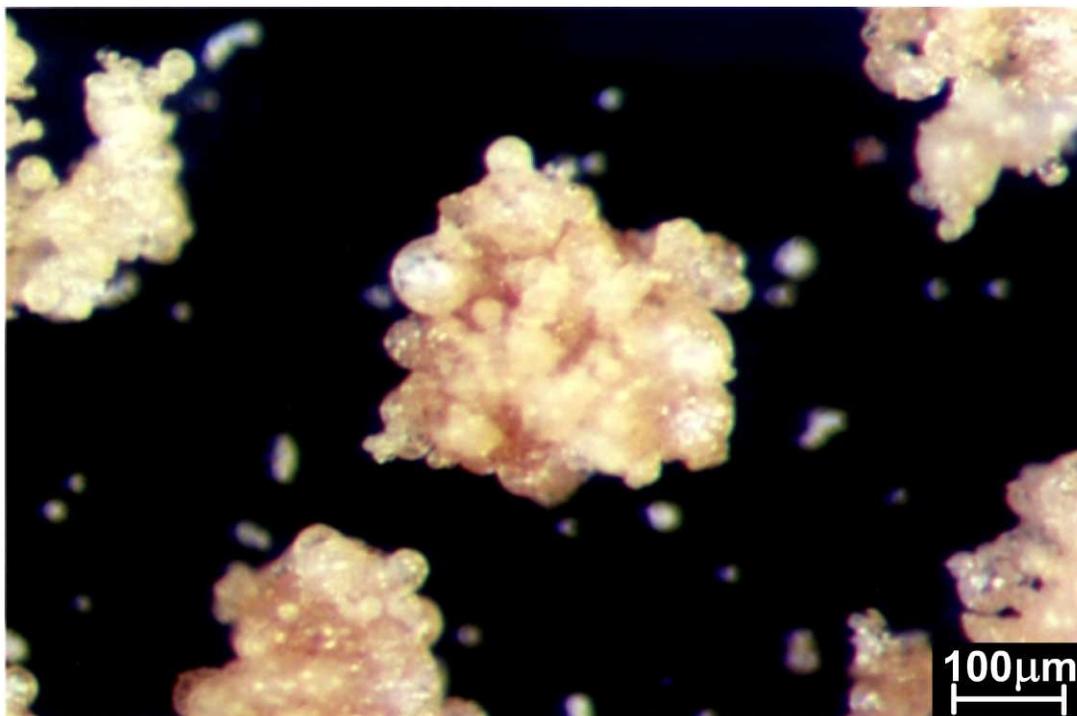


Figura 50: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 425 e 600μm.

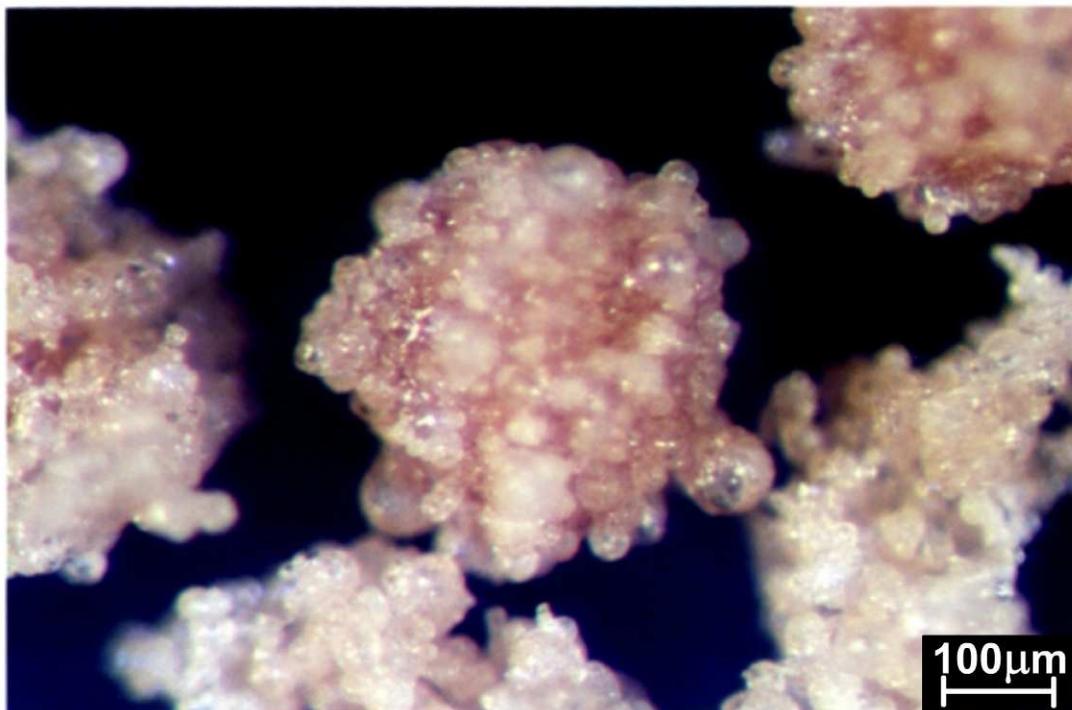


Figura 51: Partículas de suco de acerola desidratado com diâmetro entre 600 e 850μm.

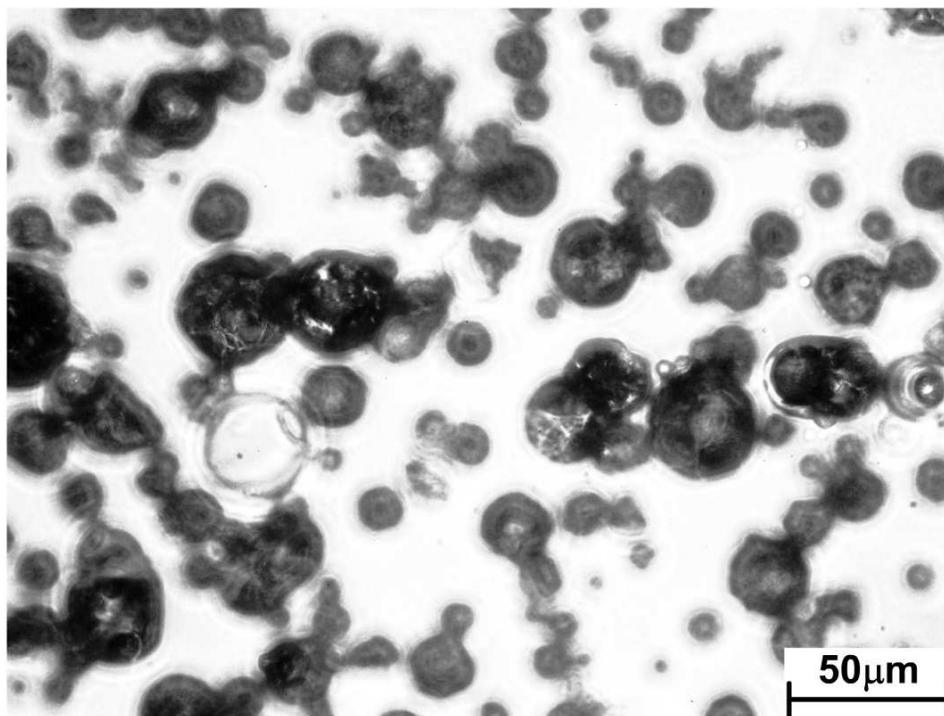


Figura 52: Micrografia do suco de acerola desidratado por *spray dryer* (Matéria prima).

4.5.3 Conteúdo de umidade

A Figura 53 mostra que, ao final das cinéticas I e II, o percentual de umidade do produto granulado aumenta cerca de 80% em relação à umidade da matéria prima (2,2%). Tanto na Cinética I como na Cinética II, as curvas que representam a variação do conteúdo de umidade possuem uma tendência muito semelhante à da variação do DMP (Figura 31), o que indica que o crescimento de partícula está diretamente relacionado com o acréscimo de umidade.

Através da Figura 54 observa-se claramente como ocorre esta variação do tamanho de partículas com o aumento do conteúdo de umidade dos sólidos. O DMP varia proporcionalmente com o conteúdo de umidade dos sólidos e, deste modo, pode-se afirmar que o tempo de granulação influencia indiretamente o crescimento de partículas, controlando o conteúdo de umidade dos sólidos.

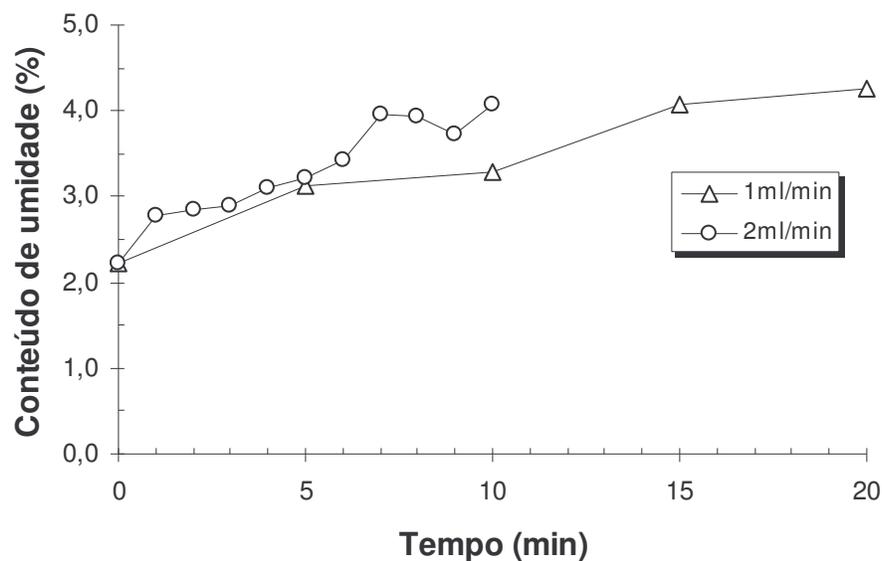


Figura 53: Conteúdo de umidade (b.s.) ao longo do tempo de aglomeração.

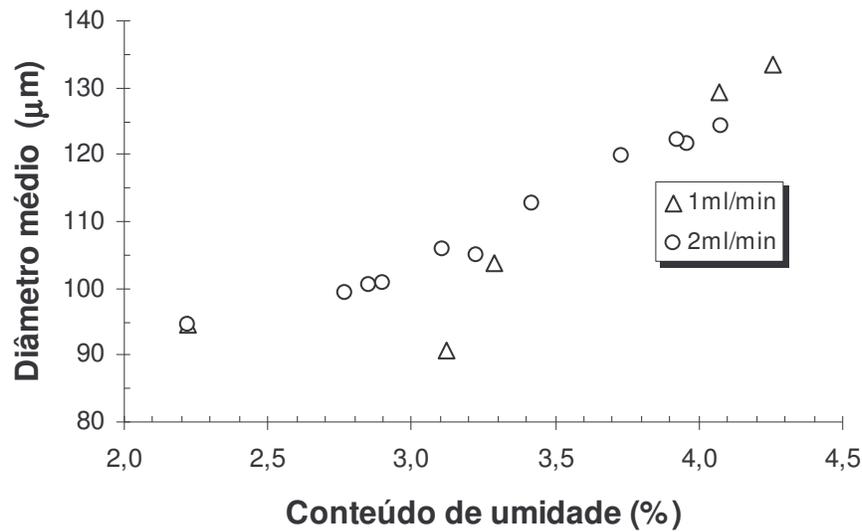


Figura 54: Diâmetro médio de partícula por conteúdo de umidade.

4.5.4 Tempo de instantaneização

A Figura 55 mostra que o tempo de instantaneização do produto granulado chega a ser 5 vezes menor que o tempo de instantaneização da matéria prima (14,3s).

Também é possível observar que o tempo de instantaneização decresce conforme ocorre o crescimento de partícula. Na Cinética I, por exemplo, o aumento das propriedades instantaneização ocorre até os 7 primeiros minutos de processo, a partir deste ponto, quando o DMP tende a se manter constante, o tempo de instantaneização praticamente não se altera e se estabiliza em torno de 4,5 segundos. Portanto, pode-se afirmar que o processo de granulação acarreta num aumento das propriedades de instantaneização do suco de acerola desidratado.

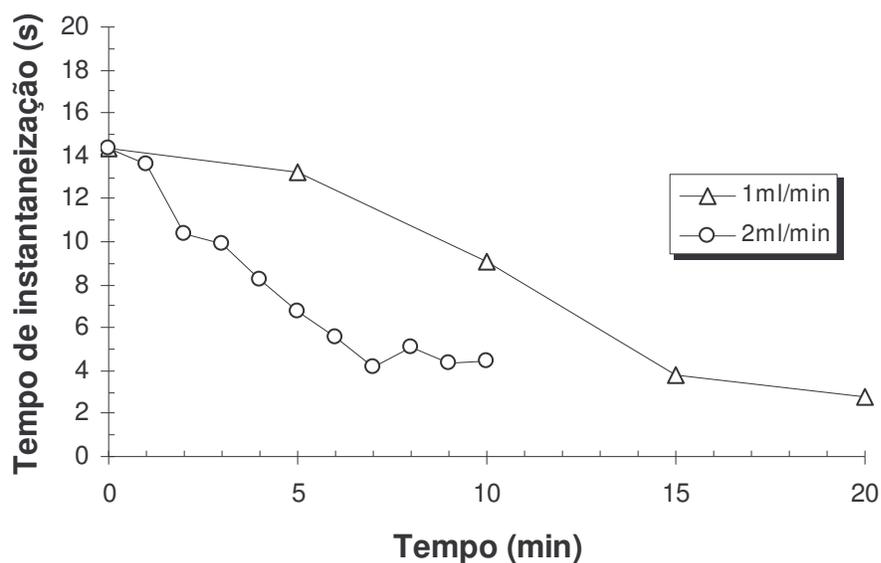


Figura 55: Tempo de instantaneização ao longo do tempo de aglomeração.

4.5.5 Solubilidade

Como mostra a Figura 56, a fração de material não-solubilizado do produto granulado pôde ser reduzida em até 10 vezes a fração de material não-solubilizado da matéria prima (4,08%).

De acordo com SCHUBERT (1993), o aumento da solubilidade é uma das características atribuídas ao aumento das propriedades de instantaneização. Esta relação pode ser observada comparando-se a tendência entre as curvas de solubilidade e as curvas de tempo de instantaneização das cinéticas I e II. Os pequenos desvios de tendência, que ocorrem principalmente nos pontos iniciais das cinéticas, são provavelmente inerentes aos erros obtidos no teste de solubilidade (Tabelas 27 e 29 - Anexo).

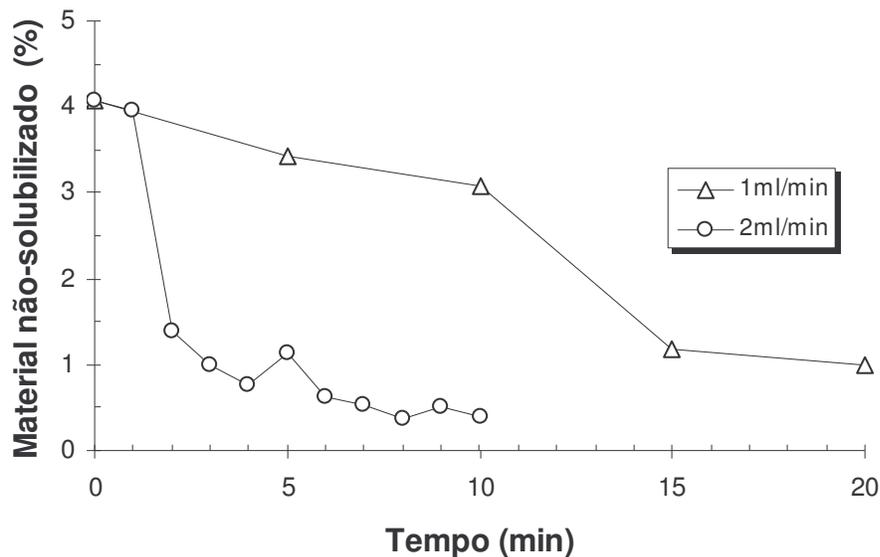


Figura 56: Fração de produto não-solubilizado ao longo do tempo de aglomeração.

4.5.6 Porosidade do leito

A Figura 57 mostra a variação da porosidade do leito no decorrer das cinéticas I e II. Em ambos os casos a porosidade do leito chega a um máximo de 60%, que representa um aumento de cerca de 20% em relação à porosidade da matéria prima (48,68%).

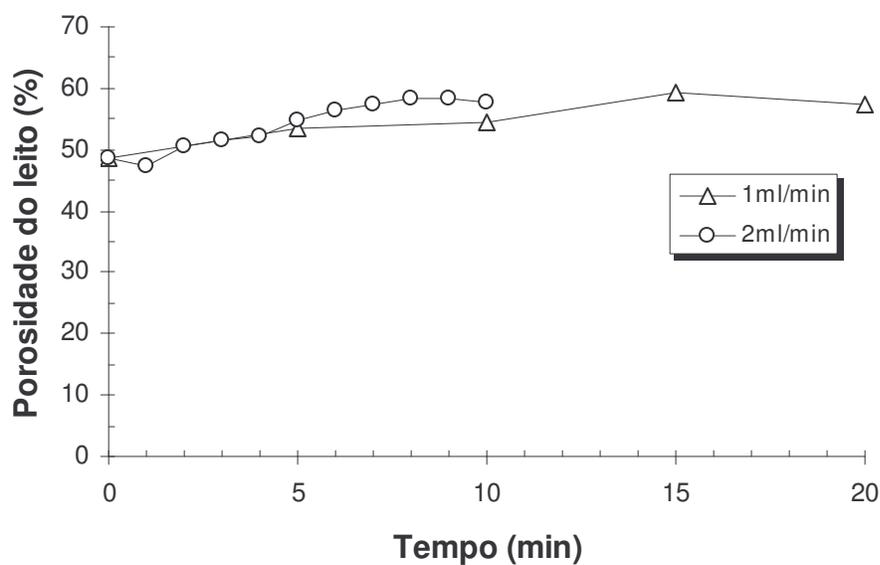


Figura 57: Porosidade total do leito ao longo do tempo de aglomeração.

4.5.7 Incrustação de produto

Durante a realização dos ensaios de cinética, foi observado que, na Cinética I, o decréscimo do rendimento foi ocasionado principalmente pela incrustação de material na parede do leito, enquanto que, na Cinética II, a perda de produto foi atribuída basicamente ao fenômeno de elutriação, não apresentando incrustação de produto na parede do leito. Entretanto, em ambas as situações, o rendimento ao final do processo, calculado conforme a Equação 21, foi de apenas 35%.

$$\text{Rendimento (\%)} = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \quad (21)$$

Onde m_1 e m_2 são as respectivas massa de amostra inserida e retirada do leito.

Através da Figura 58 observa-se que, devido à perda de material por incrustação, o rendimento do processo na Cinética I decresce mais acentuadamente que na Cinética II. Nota-se também que, em 10 minutos de processo, o rendimento da Cinética II (76%) foi bastante superior ao da Cinética I (32%), podendo-se afirmar que a diferença entre ambos (44%) representa a quantidade de produto incrustado ao final da Cinética I.

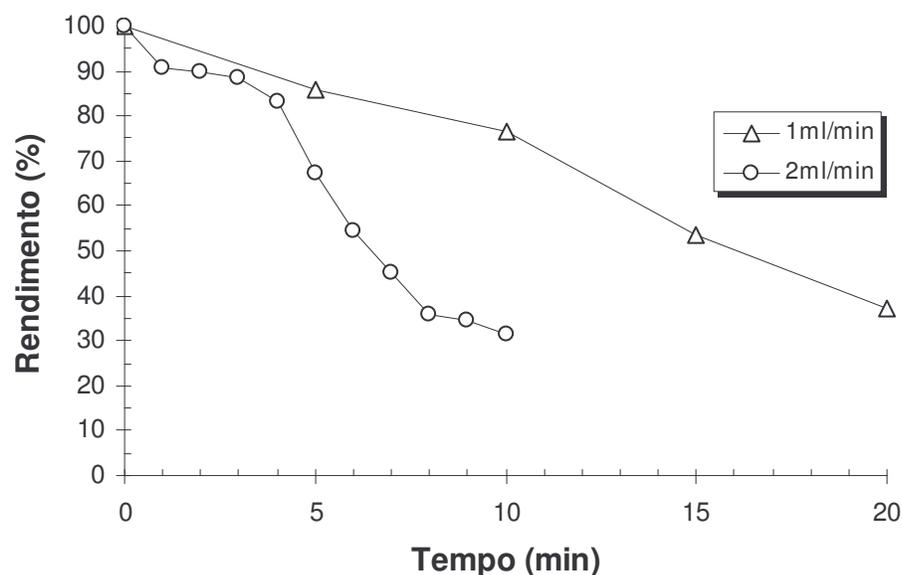


Figura 58: Percentual de perda de produto por incrustação ao longo do tempo de granulação.

4.5.8 Outras observações importantes

Durante o processo de granulação constatou-se que as características de fluidização se modificam. Conforme há um aumento do DMP, ocasionado pelo crescimento de partículas, o leito torna-se mais denso e menos coesivo, acarretando num aumento da velocidade de circulação das partículas no interior da câmara.

Também foi observado que a incrustação de produto ocorre principalmente nas regiões localizadas acima da posição do bico aspersor (topo do leito), ou seja, nas regiões onde o ar torna-se mais frio e a umidade relativa do ar no interior do leito é máxima.

5 CONCLUSÕES

- A umidade no interior do leito fluidizado é governada pelas variáveis: vazão do ar de fluidização, vazão de líquido atomizado e temperatura do ar fluidizante, ou seja, o aumento da umidade do leito é proporcional ao decréscimo da vazão e temperatura do ar de fluidização e aumento da vazão de líquido.
- O crescimento de partículas, ou formação de grânulos, ocorre devido à aglomeração de partículas unitárias com tamanho de até 75 μ m.
- O processo de adesão entre partículas e formação de aglomerados é decorrente do aumento do conteúdo de umidade do produto. Deste modo, as condições de processo que acarretam num acréscimo da umidade do leito, favorecem o aumento de tamanho de partícula até um determinado ponto, quando, a partir de então, o aumento excessivo da umidade do leito ocasiona a saturação das partículas, formação de torrões e conseqüente colapso da fluidização.
- O aumento do diâmetro médio de partículas promove um aumento das propriedades de instantaneização do produto, reduzindo o tempo de instantaneização e a fração de material não-solubilizado.
- A formação de grânulos também acarreta num pequeno aumento da porosidade do leito.
- Os fenômenos de formação de torrões e incrustação de produto ocorrem nas condições em que a zona de aspersão é maximizada: velocidade do ar de fluidização e posição do bico aspersor nos níveis de processo mais baixos (0,25m/s e 50cm, respectivamente).
- As condições que favorecem o aumento do rendimento, minimizando os índices de formação de torrões e incrustação, tendem a desacelerar o processo de granulação.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Estudo da perda de Vitamina C durante o processo de granulação de suco de acerola desidratado.
- Construção de um sistema de captação de elutriados e reciclo de finos durante a granulação em leito fluidizado.
- Influência da temperatura e vazão de líquido atomizado no processo de granulação.
- Uso de diferentes diluições de suco desidratado como líquido ligante.
- Verificação e validação dos mapas de regime de nucleação e crescimento de partículas utilizando-se granulação em leito fluidizado.
- Modelagem do crescimento de tamanho de partículas utilizando-se faixas estreitas de distribuição de tamanho de partículas.
- Avaliação do ponto ótimo de processo, que contenha as melhores propriedades de instantaneização e maior rendimento do processo.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ANDRADE, J. S.; GALEAZI, M. A. M.; ARAGÃO, C. G. e CHAVES-FLORES, W. B. Valor nutricional co camu-camu [*Myrciaria dúbia* (H. B. K.) Mc. Vaugh] cultivado em terra firme na Amazônia Central. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v.13, n.3, p.307-311, 1991.
- ANSEJO, C.F. e MOSCOBO, C.G. Ascorbic acid content and other characteristics of West Indian cherry. **Food Research**, v.15, n.1, p.103-106, 1950.
- AOAC **Official method 920.151**. Association of Official Analytical Chemists, 1995.
- ARAÚJO, P. S. R. e MINAMI, K. **Acerola**. Campinas: Fundação Cargill, 1994. 81p.
- DENESUK, M.; SMITH, G. L.; ZELINSKI, B. J. J.; KREIDL, N. J. e UHLMANN, D. R. Capillary penetration of liquid droplets into porous materials. **Journal of Colloid Interface Science**, v.158, p.114-120, Feb 19, 1993.
- FONSECA, H.; NOGUEIRA, J. N. e MARCONDES, A. M. S. Teor de ácido ascórbico e beta-caroteno em frutas e hortaliças brasileiras. **Archivos Latinoamericanos de Nutricion**, v.19, n.1, p.9-16, 1969.
- HAERKOENEN, H.; KOSHINEN, M.; LINKO, P.; SIIKA AHO, M.; POUTANEN, K. Granulation of enzyme powders in a fluidized bed spray granulator. **Lebensmittel-Wissenschaft-und-Technologie**, v.26, n.3, p.235-241, 1993, *apud* Food Science and Technology Abstracts (FSTA, 1990-2005/01).
- HAPGOOD, K. e LITSTER, J. D. Nucleation regime map for wet granulation. **AICHE J.**, *publicação em andamento*.
- HOGKAMP, S. e SCHUBERT, H. Rehydration of food powders. **Food Science and Technology International**, v.9, n.3, p.223-235, JUN, 2003. Sage Publications Ltd.
- HYUN AH KANG; MYUNG GON SHIN, Optimization of fluidized bed granulating conditions for powdered milk by response surface methodology. **Journal of the Korean Society of Food Science and Nutrition**, v.33, n.1, p.225-228, 2004, *apud* Food Science and Technology Abstracts (FSTA, 1990-2005/01).
- IVESON, S. M. e LITSTER, J. D. A grow regime map for liquid bound granules. **AICHE J.**, v.44, p.1510-1518, 1998.

- IVESON, S. M.; LITSTER, J. D.; HAPGOOD, K. e ENNIS, B. J. Nucleation, growth and breakage phenomena in agitated wet granulation processes: a review. **Powder Technology**, v.117, n.1-2, p.3-39, JUN 4, 2001a. Elsevier Science Sa.
- IVESON, S. M.; WAUSTERS, P. A. L.; FORREST, S.; LITSTER, J. D.; MEESTERS, G. M. H. e SCARLETT, B. A grow regime map for liquid bound granules: Further developments and experimental validation. **Powder Technology**, v.117, p.83-87, 2001b.
- JENSEN, J. D. Advances in Agglomerating, Instantizing, and Spray Drying. **Food Technology**, v.29, n.6, p.60-&, 1975.
- KIMURA, Y.; TERAUCHI, M., Process for producing granular cocoa. **Patent, US6007857**, 1999, *apud* Food Science and Technology Abstracts (FSTA, 1990-2005/01).
- KNIGHT, P. C. Structuring agglomerated products for improved performance. **Powder Technology**, v.119, n.1, p.14-25, Sep 3, 2001.
- KUNII, D. e LEVENSPIEL, O. **Fluidization Engineering**. 2.ed. Butterworth-Heinemann, 1991. 491p.
- LEME JR., J.; FONSECA, H. e NOGUEIRA, J. N. Variação do teor de ácido ascórbico e beta-caroteno em cereja das Antilhas (*Malpighia punicifolia* L.) liofilizada. **Archivos Latinoamericanos de Nutricion**, v.23, n.2, p.207-215, 1973.
- LITSTER, J. D. Scaleup of wet granulation processes: science not art. **Powder Technology**, v.130, n.1-3, p.35-40, Feb 19, 2003.
- LITSTER, J. D.; HAPGOOD, K.; MICHAELS, J. N.; SIMS, A.; ROBERTS, M.; KAMENENI, S. K. e HSU, T. Liquid distributions in wet granulation: dimensionless spray flux. **Powder Technology**, v.114, p.29-32, 2001.
- PIETSCH, W. An interdisciplinary approach to size enlargement by agglomeration. **Powder Technology**, v.130, n.1-3, p.8-13, Feb 19, 2003.
- ROMERO PEÑA, L. M. Estudo da instantaneização de misturas contendo cacau em pó por aglomeração com jato de vapor, **Tese de Doutorado**, R664e, Faculdade de Engenharia Química, UNICAMP, Campinas, SP, 2003.

- RUMPF, H. The strenght of granules and agglomerates. **Agglomeration, Interscience**. Nova York: 1958. p.379-410.
- SCHUBERT, H. Instantization of Powdered Foods. **International Chemical Engineering**, v.33, n.1, p.28-45, 1993.
- SCHUBERT, H. Food Particle Technology. Part I: Properties of Particles and Particulate Food Systems. **Journal of Food Engineering**, v.6, p.1-32, 1987.
- SCHUBERT, H. Principles of Agglomeration. **International Chemical Engineering**, v.21, n.3, p.363-377, 1981.
- SHYAN CHIIN WEI, A primary study on the granulation of milk powder with a granulating plate. **Food Science - Taiwan**, v.22, n.5, p.566-573, 1995, *apud* Food Science and Technology Abstracts (FSTA, 1990-2005/01).
- SOARES, E. C.; OLIVEIRA, G. S. F.; MAIA, G. A.; MONTEIRO, J. C. S.; SILVA, A. e FILHO, M. S. S. Desidratação da polpa de acerola (*Malpighia emarginata* D.C.) pelo processo “FOAM-MAT”. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.21, n.2, p.164-170, MAI, 2001.
- VENDRAMINI, A. L. e TRUGO, L. C. Chemical composition of acerola fruit (*Malpighia puniceifolia* L.) at three stages of maturity. **Food Chemistry**, v.71, n.1, p.195-198, MAI, 2000.
- YU, C. Y.; XU, Y. K.; WANG, X. Z., Study of fluidized-bed spray granulation. **Drying Technology**, v.17, n.9, p.1893-1904, 1999.
- WILLET, C. D.; ADAMS, M. J.; JOHNSON, S. A.; SEVILLE, J. P. K. Capillary bridges between two spherical bodies, **Langmuir**, v.16, p. 9396-9405, 2001.

8 ANEXOS

8.1 CALIBRAÇÃO DO EQUIPAMENTO E ACESSÓRIOS

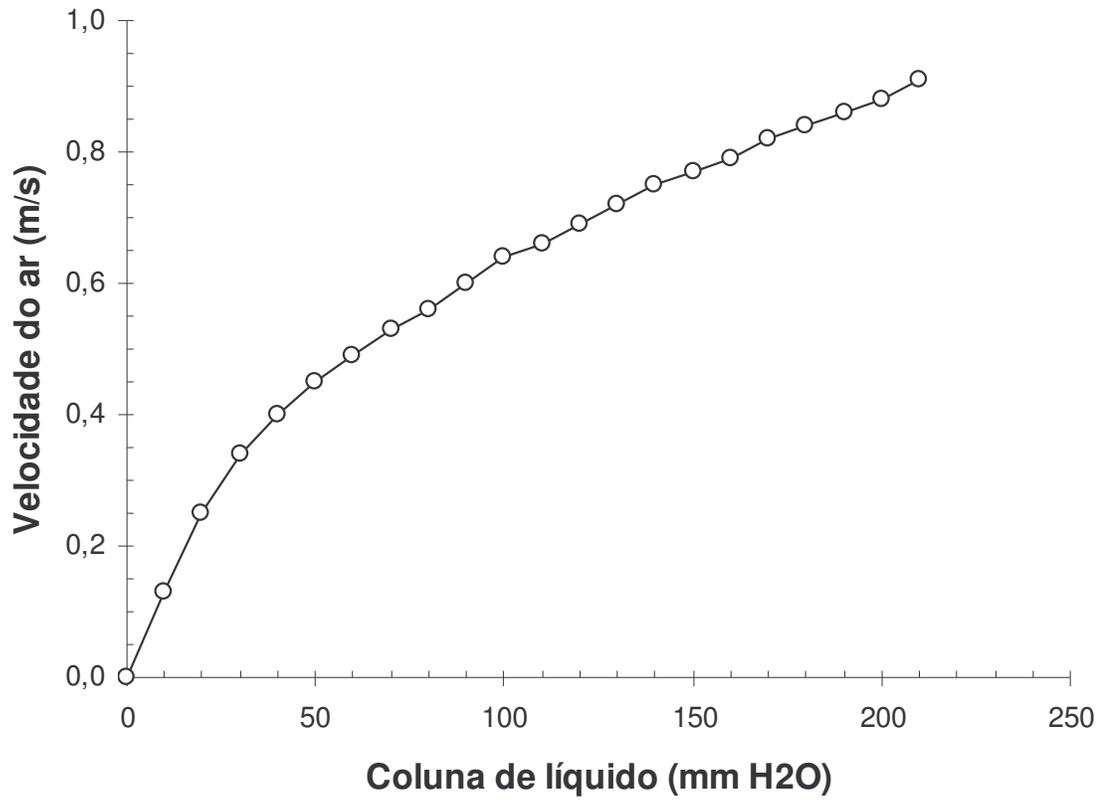


Figura 59: Curva de calibração da placa orifício.

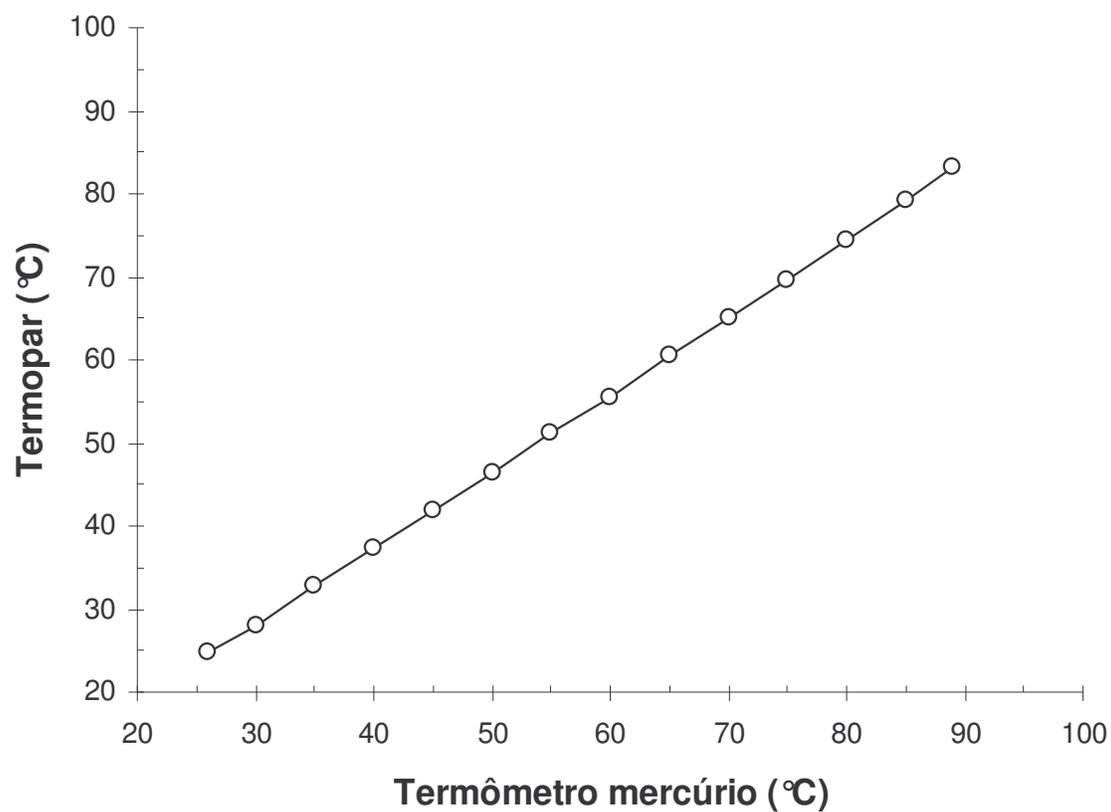


Figura 60: Curva de calibração dos sensores de temperatura.

8.2 RESULTADOS REFERENTES AOS CÁLCULOS DAS PROPRIEDADES PSICROMÉTRICAS DO AR

Tabela 19: Propriedades psicrométricas do ar nos pontos 1, 2 e 3 e fração de líquido condensado (ponto 4) para a temperatura e velocidade do ar de fluidização iguais a 75°C e 0,25m/s e vazão de líquido atomizado igual a 2ml/min.

| | W | t | rh | v | H | td | tw | Vtot | m | ma | mw |
|----------|--------|----|------|--------------------|--------|------|------|-------|--------|--------|--------|
| | kg/kg | °C | % | m ³ /kg | kJ/kg | °C | °C | l/s | kg/min | kg/min | kg/min |
| 1 | 0,0120 | 27 | 50 | 0,934 | 57,57 | 15,7 | 19,3 | 0,948 | 0,0617 | 0,0610 | 0,0007 |
| 2 | 0,0120 | 75 | 4,67 | 1,083 | 107,00 | 15,7 | 30,4 | 1,100 | 0,0617 | 0,0610 | 0,0007 |
| 3 | 0,0329 | 32 | 100 | 0,981 | 116,40 | 32 | 32 | 0,996 | 0,0630 | 0,0610 | 0,0020 |
| 4 | 0,0415 | 32 | 124 | 0,993 | 138,30 | 35,9 | 35,3 | 1,009 | 0,0635 | 0,0610 | 0,0025 |

Tabela 20: Propriedades psicrométricas do ar nos pontos 1, 2 e 3 para a temperatura e velocidade do ar de fluidização iguais a 75°C e 0,45m/s e vazão de líquido atomizado igual a 2ml/min.

| | W | t | rh | v | H | td | tw | Vtot | m | ma | mw |
|----------|--------|----|------|--------------------|--------|------|------|-------|--------|--------|--------|
| | kg/kg | °C | % | m ³ /kg | kJ/kg | °C | °C | l/s | kg/min | kg/min | kg/min |
| 1 | 0,0120 | 27 | 50 | 0,934 | 57,57 | 15,7 | 19,3 | 1,724 | 0,1121 | 0,1108 | 0,0013 |
| 2 | 0,0120 | 75 | 4,67 | 1,083 | 107,00 | 15,7 | 30,4 | 2,000 | 0,1121 | 0,1108 | 0,0013 |
| 3 | 0,0278 | 35 | 72 | 0,982 | 106,40 | 29,2 | 30,3 | 1,814 | 0,1139 | 0,1108 | 0,0031 |

Tabela 21: Propriedades psicrométricas do ar nos pontos 1, 2 e 3 e fração de líquido condensado (ponto 4) para a temperatura e velocidade do ar de fluidização iguais a 90°C e 0,25m/s e vazão de líquido atomizado igual a 2ml/min.

| | W | t | rh | v | H | td | tw | Vtot | m | ma | mw |
|----------|--------|----|------|--------------------|--------|------|------|-------|--------|--------|--------|
| | kg/kg | °C | % | m ³ /kg | kJ/kg | °C | °C | l/s | kg/min | kg/min | kg/min |
| 1 | 0,0120 | 27 | 50 | 0,934 | 57,57 | 15,7 | 19,3 | 0,909 | 0,0591 | 0,0584 | 0,0007 |
| 2 | 0,0120 | 90 | 2,57 | 1,130 | 122,60 | 15,7 | 33 | 1,100 | 0,0591 | 0,0584 | 0,0007 |
| 3 | 0,0371 | 34 | 100 | 0,993 | 129,10 | 34 | 34 | 0,967 | 0,0606 | 0,0584 | 0,0022 |
| 4 | 0,0428 | 34 | 114 | 1,002 | 143,80 | 36,5 | 36,1 | 0,976 | 0,0609 | 0,0584 | 0,0025 |

Tabela 22: Propriedades psicrométricas do ar nos pontos 1, 2 e 3 para a temperatura e velocidade do ar de fluidização iguais a 90°C e 0,45m/s e vazão de líquido atomizado igual a 2ml/min.

| | W kg/kg | t °C | rh % | v m ³ /kg | H kJ/kg | td °C | tw °C | Vtot l/s | m kg/min | ma kg/min | mw kg/min |
|----------|-------------------|----------------|----------------|--------------------------------|-------------------|-----------------|-----------------|--------------------|--------------------|---------------------|---------------------|
| 1 | 0,0120 | 27 | 50 | 0,934 | 57,57 | 15,7 | 19,3 | 1,653 | 0,1075 | 0,1062 | 0,0013 |
| 2 | 0,0120 | 90 | 2,57 | 1,130 | 122,60 | 15,7 | 33 | 2,000 | 0,1075 | 0,1062 | 0,0013 |
| 3 | 0,0285 | 38 | 62,6 | 0,993 | 111,40 | 29,6 | 31,2 | 1,758 | 0,1093 | 0,1062 | 0,0030 |

Tabela 23: Propriedades psicrométricas do ar nos pontos 1, 2 e 3 para a temperatura e velocidade do ar de fluidização iguais a 82,5°C e 0,35m/s e vazão de líquido atomizado igual a 2ml/min.

| | W kg/kg | t °C | rh % | v m ³ /kg | H kJ/kg | td °C | tw °C | Vtot l/s | m kg/min | ma kg/min | mw kg/min |
|----------|-------------------|----------------|----------------|--------------------------------|-------------------|-----------------|-----------------|--------------------|--------------------|---------------------|---------------------|
| 1 | 0,0120 | 27 | 50 | 0,934 | 57,57 | 15,7 | 19,3 | 1,308 | 0,0851 | 0,0841 | 0,0010 |
| 2 | 0,0120 | 82,5 | 3,44 | 1,106 | 114,80 | 15,7 | 31,7 | 1,550 | 0,0851 | 0,0841 | 0,0010 |
| 3 | 0,0331 | 33,5 | 92,4 | 0,986 | 118,40 | 32,1 | 32,3 | 1,381 | 0,0869 | 0,0841 | 0,0028 |

Tabela 24: Propriedades psicrométricas do ar nos pontos 1, 2 e 3 para a temperatura e velocidade do ar de fluidização iguais a 75°C e 0,45m/s e vazão de líquido atomizado igual a 1ml/min.

| | W kg/kg | t °C | rh % | v m ³ /kg | H kJ/kg | td °C | tw °C | Vtot l/s | m kg/min | ma kg/min | mw kg/min |
|----------|-------------------|----------------|----------------|--------------------------------|-------------------|-----------------|-----------------|--------------------|--------------------|---------------------|---------------------|
| 1 | 0,0182 | 30 | 63,2 | 0,952 | 76,49 | 22,2 | 24,2 | 1,741 | 0,1117 | 0,1097 | 0,0020 |
| 2 | 0,0182 | 75 | 7,01 | 1,093 | 123,30 | 22,2 | 33,1 | 2,000 | 0,1117 | 0,1097 | 0,0020 |
| 3 | 0,0252 | 38,5 | 54,2 | 0,9896 | 103,4 | 27,5 | 29,8 | 1,810 | 0,1125 | 0,1097 | 0,0028 |

8.3 RESULTADOS DAS ANÁLISES REALIZADAS NOS ENSAIOS DE PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL, CINÉTICA I E CINÉTICA II

Tabela 25: Resultados das análises de umidade, tempo de instantaneização, solubilidade e porosidade para os ensaios do planejamento experimental.

| Ensaio | Umidade (%) | | Tempo Inst. (s) | | Solubilidade (%) | | Porosidade (%) | |
|--------|-------------|---------------|-----------------|---------------|------------------|---------------|----------------|---------------|
| | Média | Desvio Padrão | Média | Desvio Padrão | Média | Desvio Padrão | Média | Desvio Padrão |
| 0 | 4,16 | 0,11 | 5,92 | 0,31 | 1,24 | 1,00 | 54,26 | 1,55 |
| 1 | 3,95 | 0,16 | 6,80 | 0,41 | 1,76 | 1,84 | 51,72 | 3,58 |
| 2 | 3,88 | 0,11 | 6,86 | 0,66 | 0,97 | 0,68 | 50,49 | 2,85 |
| 3 | 3,64 | 0,03 | 8,00 | 0,62 | 3,00 | 1,69 | 50,86 | 1,41 |
| 4 | 3,72 | 0,04 | 6,05 | 0,23 | 0,63 | 0,30 | 54,69 | 1,65 |
| 5 | 3,46 | 0,04 | 5,60 | 0,07 | 1,25 | 0,04 | 54,49 | 1,61 |
| 6 | 3,70 | 0,08 | 5,89 | 0,35 | 0,58 | 0,11 | 56,31 | 3,39 |
| 7 | 3,40 | 0,14 | 7,93 | 0,65 | 3,42 | 3,45 | 52,70 | 0,76 |
| 8 | 4,03 | 0,17 | 5,67 | 0,74 | 0,74 | 0,02 | 57,38 | 2,39 |
| 9 | 3,86 | 0,03 | 6,28 | 0,48 | 0,85 | 0,41 | 55,32 | 1,30 |
| 10 | 3,71 | 0,10 | 6,09 | 1,02 | 1,02 | 0,76 | 56,32 | 2,53 |
| 11 | 3,68 | 0,06 | 6,26 | 0,42 | 0,82 | 0,52 | 56,09 | 2,53 |
| 12 | 4,16 | 0,11 | 5,92 | 0,31 | 1,24 | 1,00 | 54,26 | 1,55 |

Tabela 26: Resultados das análises de diâmetro médio de partícula, densidade do leite e densidade do sólido para os ensaios do planejamento experimental.

| Ensaio | Diâmetro médio de partícula (μm) | Densidade do leite (g/cm^3) | | Densidade do sólido (g/cm^3) | |
|--------|---|---|--------|--|--------|
| | | Média | Desvio | Média | Desvio |
| 0 | 123,65 | 0,514 | 0,009 | 1,123 | 0,024 |
| 1 | 125,10 | 0,544 | 0,020 | 1,128 | 0,029 |
| 2 | 120,43 | 0,553 | 0,016 | 1,118 | 0,038 |
| 3 | 114,22 | 0,550 | 0,008 | 1,120 | 0,004 |
| 4 | 133,23 | 0,516 | 0,009 | 1,140 | 0,035 |
| 5 | 117,59 | 0,509 | 0,009 | 1,119 | 0,007 |
| 6 | 106,11 | 0,492 | 0,019 | 1,126 | 0,021 |
| 7 | 108,26 | 0,536 | 0,004 | 1,134 | 0,005 |
| 8 | 117,07 | 0,478 | 0,013 | 1,121 | 0,005 |
| 9 | 113,84 | 0,499 | 0,007 | 1,117 | 0,018 |
| 10 | 114,00 | 0,490 | 0,014 | 1,121 | 0,008 |
| 11 | 113,93 | 0,501 | 0,014 | 1,142 | 0,041 |
| 12 | 123,65 | 0,514 | 0,009 | 1,123 | 0,024 |

Tabela 27: Resultados das análises de umidade, tempo de instantaneização, solubilidade e porosidade para os ensaios da Cinética I.

| Tempo (min) | Umidade (%) | | Tempo Inst. (s) | | Solubilidade (%) | | Porosidade (%) | |
|-------------|-------------|---------------|-----------------|---------------|------------------|---------------|----------------|---------------|
| | Média | Desvio Padrão | Média | Desvio Padrão | Média | Desvio Padrão | Média | Desvio Padrão |
| 0 | 2,22 | 0,05 | 14,32 | 1,07 | 4,08 | 2,85 | 48,68 | 1,86 |
| 1 | 2,77 | 0,04 | 13,63 | 1,02 | 3,96 | 2,94 | 47,46 | 3,50 |
| 2 | 2,85 | 0,04 | 10,34 | 1,27 | 1,38 | 0,54 | 50,64 | 2,19 |
| 3 | 2,90 | 0,03 | 9,89 | 1,30 | 0,99 | 0,16 | 51,51 | 3,27 |
| 4 | 3,11 | 0,03 | 8,27 | 0,27 | 0,76 | 0,12 | 52,02 | 1,67 |
| 5 | 3,22 | 0,03 | 6,72 | 0,95 | 1,14 | 0,29 | 54,87 | 1,33 |
| 6 | 3,42 | 0,03 | 5,54 | 0,91 | 0,63 | 0,05 | 56,40 | 1,09 |
| 7 | 3,96 | 0,04 | 4,14 | 0,44 | 0,54 | 0,13 | 57,23 | 3,51 |
| 8 | 3,93 | 0,02 | 5,08 | 0,53 | 0,37 | 0,16 | 58,48 | 1,33 |
| 9 | 3,73 | 0,01 | 4,31 | 0,75 | 0,51 | 0,39 | 58,18 | 0,33 |
| 10 | 4,08 | 0,06 | 4,43 | 0,23 | 0,40 | 0,07 | 57,74 | 2,47 |

Tabela 28: Resultados das análises de densidade do leito, diâmetro médio de partícula e rendimento do processo para os ensaios da Cinética I.

| Tempo (min) | Densidade do leito (g/cm ³) | | Diâmetro médio de partícula (µm) | Rendimento (%) |
|-------------|---|--------|----------------------------------|----------------|
| | Média | Desvio | | |
| 0 | 0,578 | 0,010 | 94,54 | 100,00 |
| 1 | 0,591 | 0,020 | 99,36 | 90,60 |
| 2 | 0,556 | 0,012 | 100,45 | 89,80 |
| 3 | 0,546 | 0,018 | 100,83 | 88,28 |
| 4 | 0,540 | 0,009 | 105,96 | 83,00 |
| 5 | 0,508 | 0,007 | 104,86 | 67,16 |
| 6 | 0,491 | 0,006 | 112,79 | 54,40 |
| 7 | 0,481 | 0,020 | 121,45 | 44,92 |
| 8 | 0,467 | 0,007 | 122,27 | 35,83 |
| 9 | 0,471 | 0,002 | 119,88 | 34,58 |
| 10 | 0,476 | 0,014 | 124,40 | 31,62 |

Tabela 29: Resultados das análises de umidade, tempo de instantaneização, solubilidade e porosidade para os ensaios da Cinética II.

| Tempo (min) | Umidade (%) | | Tempo Inst. (s) | | Solubilidade (%) | | Porosidade (%) | |
|-------------|-------------|---------------|-----------------|---------------|------------------|---------------|----------------|---------------|
| | Média | Desvio Padrão | Média | Desvio Padrão | Média | Desvio Padrão | Média | Desvio Padrão |
| 0 | 2,22 | 0,05 | 14,32 | 1,07 | 4,08 | 2,85 | 48,68 | 1,86 |
| 5 | 3,12 | 0,07 | 13,29 | 0,21 | 3,43 | 0,55 | 53,42 | 0,97 |
| 10 | 3,29 | 0,07 | 9,09 | 0,34 | 3,07 | 1,34 | 54,48 | 3,07 |
| 15 | 4,07 | 0,12 | 3,82 | 0,26 | 1,18 | 0,76 | 59,39 | 1,19 |
| 20 | 4,26 | 0,03 | 2,78 | 0,25 | 1,00 | 0,24 | 57,25 | 1,91 |

Tabela 30: Resultados das análises de densidade do leite, diâmetro médio de partícula e rendimento do processo para os ensaios da Cinética II.

| Tempo (min) | Densidade do leite (g/cm ³) | | Diâmetro médio de partícula (µm) | Rendimento (%) |
|-------------|---|--------|----------------------------------|----------------|
| | Média | Desvio | | |
| 0 | 0,578 | 0,010 | 94,54 | 100,00 |
| 5 | 0,524 | 0,005 | 90,64 | 86,01 |
| 10 | 0,512 | 0,017 | 103,73 | 76,38 |
| 15 | 0,457 | 0,007 | 129,36 | 53,45 |
| 20 | 0,481 | 0,011 | 133,59 | 37,24 |

8.4 RESULTADOS REFERENTES ÀS ANÁLISES DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS OBTIDAS NOS ENSAIOS DE PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL, CINÉTICA I E CINÉTICA II

Tabela 31: Fração mássica (%) e diâmetro médio de partículas (μm) referentes aos ensaios do Planejamento Fatorial Fracionário (ensaios 1 a 6).

| dpi (μm) | Número do ensaio | | | | | |
|--------------------------|------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | 01 | 02 | 03 | 04 | 05 | 06 |
| 19,0 | 0,02% | 0,01% | 0,03% | 0,04% | 0,03% | 0,00% |
| 45,5 | 0,61% | 0,61% | 0,60% | 1,12% | 0,31% | 0,95% |
| 64,0 | 6,69% | 5,75% | 6,96% | 12,64% | 2,05% | 6,33% |
| 90,5 | 28,22% | 26,77% | 29,59% | 28,77% | 21,33% | 27,12% |
| 128,0 | 26,76% | 28,79% | 28,64% | 24,34% | 32,73% | 34,89% |
| 181,0 | 22,48% | 24,52% | 22,66% | 19,91% | 35,17% | 25,91% |
| 256,0 | 6,91% | 6,18% | 4,14% | 4,41% | 3,81% | 2,89% |
| 362,5 | 4,16% | 3,44% | 3,06% | 2,55% | 1,99% | 0,76% |
| 512,5 | 2,04% | 1,64% | 1,89% | 2,46% | 1,04% | 0,52% |
| 725,0 | 0,97% | 0,95% | 0,77% | 1,51% | 0,61% | 0,04% |
| 1015,0 | 1,16% | 1,34% | 1,66% | 2,26% | 0,92% | 0,58% |

Tabela 32: Fração mássica (%) e diâmetro médio de partículas (μm) referentes aos ensaios do Planejamento Fatorial Fracionário (ensaios 7 a 12).

| dpi (μm) | Número do ensaio | | | | | |
|--------------------------|------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | 07 | 08 | 09 | 10 | 11 | 12 |
| 19,0 | 0,02% | 0,02% | 0,02% | 0,01% | 0,02% | 0,00% |
| 45,5 | 1,04% | 1,42% | 0,15% | 0,13% | 0,22% | 0,14% |
| 64,0 | 15,46% | 9,62% | 7,64% | 9,49% | 8,56% | 6,43% |
| 90,5 | 30,38% | 35,41% | 33,98% | 34,84% | 33,47% | 38,39% |
| 128,0 | 26,22% | 30,67% | 26,13% | 25,98% | 27,96% | 26,94% |
| 181,0 | 21,79% | 17,68% | 21,40% | 20,10% | 23,86% | 22,14% |
| 256,0 | 2,86% | 1,64% | 6,14% | 4,95% | 3,05% | 2,91% |
| 362,5 | 1,01% | 0,91% | 1,74% | 1,68% | 0,99% | 0,92% |
| 512,5 | 0,57% | 1,00% | 0,86% | 0,94% | 0,81% | 0,98% |
| 725,0 | 0,42% | 0,98% | 0,51% | 0,60% | 0,42% | 0,54% |
| 1015,0 | 0,23% | 0,66% | 1,44% | 1,29% | 0,64% | 0,60% |

Tabela 33: Fração mássica (%) e diâmetro médio de partículas (μm) referentes aos ensaios da Cinética I (tempo de 1 a 6 minutos).

| dpi (μm) | Tempo de granulação (min) | | | | | |
|--------------------------|---------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 19,0 | 0,02% | 0,05% | 0,02% | 0,00% | 0,03% | 0,04% |
| 45,5 | 5,90% | 2,55% | 1,26% | 0,67% | 0,26% | 4,21% |
| 64,0 | 14,48% | 19,30% | 18,71% | 19,77% | 16,41% | 10,02% |
| 90,5 | 39,66% | 34,25% | 36,31% | 32,00% | 30,70% | 32,63% |
| 128,0 | 22,67% | 22,35% | 23,10% | 28,04% | 27,29% | 25,53% |
| 181,0 | 13,41% | 12,73% | 14,09% | 15,13% | 21,01% | 23,41% |
| 256,0 | 1,53% | 3,11% | 1,55% | 1,23% | 1,49% | 2,44% |
| 362,5 | 1,10% | 1,64% | 1,29% | 1,54% | 1,22% | 0,84% |
| 512,5 | 0,91% | 1,54% | 1,61% | 0,83% | 0,69% | 0,34% |
| 725,0 | 0,21% | 1,33% | 1,07% | 0,46% | 0,64% | 0,24% |
| 1015,0 | 0,12% | 1,15% | 1,01% | 0,33% | 0,27% | 0,29% |

Tabela 34: Fração mássica (%) e diâmetro médio de partículas (μm) referentes aos ensaios da Cinética I (tempo de 6 a 10 minutos).

| dpi (μm) | Tempo de granulação (min) | | | | |
|--------------------------|---------------------------|--------|--------|--------|--------|
| | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 19,0 | 0,03% | 0,02% | 0,02% | 0,04% | 0,02% |
| 45,5 | 1,43% | 0,45% | 0,85% | 2,51% | 1,96% |
| 64,0 | 12,43% | 9,03% | 9,96% | 7,45% | 7,20% |
| 90,5 | 26,77% | 26,28% | 23,02% | 25,02% | 21,89% |
| 128,0 | 25,06% | 26,28% | 23,25% | 24,12% | 25,01% |
| 181,0 | 25,39% | 26,16% | 31,81% | 29,42% | 31,12% |
| 256,0 | 5,04% | 4,33% | 4,34% | 5,05% | 6,30% |
| 362,5 | 1,82% | 2,92% | 3,01% | 3,05% | 3,19% |
| 512,5 | 0,81% | 1,11% | 1,43% | 1,22% | 1,30% |
| 725,0 | 0,29% | 1,27% | 1,11% | 1,07% | 0,66% |
| 1015,0 | 0,93% | 2,15% | 1,21% | 1,04% | 1,36% |

Tabela 35: Fração mássica (%) e diâmetro médio de partículas (μm) referentes aos ensaios da Cinética II (tempo de 0 a 20 minutos).

| dpi (μm) | Tempo de granulação (min) | | | | |
|--------------------------|---------------------------|--------|--------|--------|--------|
| | 0 | 5 | 10 | 15 | 20 |
| 19,0 | 0,02% | 0,05% | 0,07% | 0,01% | 0,01% |
| 45,5 | 5,90% | 4,64% | 2,39% | 0,05% | 0,16% |
| 64,0 | 14,48% | 21,16% | 11,32% | 1,18% | 8,92% |
| 90,5 | 39,66% | 37,66% | 36,97% | 31,49% | 17,74% |
| 128,0 | 22,67% | 24,09% | 25,75% | 27,52% | 23,33% |
| 181,0 | 13,41% | 10,89% | 20,54% | 28,71% | 32,58% |
| 256,0 | 1,53% | 0,39% | 1,14% | 4,85% | 7,46% |
| 362,5 | 1,10% | 0,30% | 0,63% | 2,73% | 3,52% |
| 512,5 | 0,91% | 0,51% | 0,50% | 1,17% | 1,42% |
| 725,0 | 0,21% | 0,27% | 0,33% | 1,00% | 1,23% |
| 1015,0 | 0,12% | 0,05% | 0,37% | 1,29% | 3,65% |