



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

**AGLOMERAÇÃO DE POLPA DE ACEROLA E
PROTEÍNA ISOLADA DE SOJA EM PÓ
EM LEITO FLUIDIZADO CÔNICO E PULSADO**

Tese apresentada ao curso de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do Título de Doutor em Engenharia de Alimentos.

GUSTAVO CÉSAR DACANAL

Graduação em Engenharia de Alimentos (UNESP)
Mestrado em Engenharia de Alimentos (FEA/UNICAMP)

Prof.^a Dr.^a FLORENCIA CECÍLIA MENEGALLI

Orientadora

- CAMPINAS/ SP, 2009 -

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FEA – UNICAMP

D115a Dacanal, Gustavo César
Aglomeração de polpa de acerola e proteína isolada de soja em pó em leito fluidizado cônico e pulsado / Gustavo César Dacanal. -- Campinas: SP [s.n.], 2009.

Orientador: Florencia Cecilia Menegalli
Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas.Faculdade de Engenharia de Alimentos

1. Aglomeração. 2. Leito fluidizado. 3. Pulsação. 4. Acerola. 5. Proteína isolada de soja. I. Menegalli, Florencia Cecilia. II. Universidade Estadual de Campinas.Faculdade de Engenharia de Alimentos. III. Título.

(cars/fea)

Título em inglês: Agglomeration of acerola powder and soy protein isolate in a conical pulsed fluid bed

Palavras-chave em inglês (Keywords): Agglomeration, Fluid bed, Pulsation, Acerola, Soy protein isolate

Titulação: Doutor em Engenharia de Alimentos

Banca examinadora: Florencia Cecilia Menegalli
Jefferson Luiz Gomes Corrêa
Marcello Nitz da Costa
Paulo Jose do Amaral Sobral
Wanderley Pereira de Oliveira

Data de defesa: /03/2009

Programa de Pós Graduação: Programa em Engenharia de Alimentos

BANCA EXAMINADORA

Prof.^a. Dr.^a. Florencia Cecília Menegalli
FEA/UNICAMP (Orientadora)

Prof. Dr. Jefferson Luiz Gomes Corrêa
DCA/UFLA (membro)

Prof. Dr. Paulo José do Amaral Sobral
FZEA/USP (membro)

Prof. Dr. Marcello Nitz da Costa
Instituto Mauá de Tecnologia (membro)

Prof. Dr. Wanderley Pereira de Oliveira
FCFRP/USP (membro)

"O que sabemos é uma gota, o que ignoramos é um oceano."

Isaac Newton

AGRADECIMENTOS

À Deus, por todos os momentos que tenho vivido até agora, pelas fontes de inspiração, iluminação e perseverança.

Aos meus pais Paulo e Beatriz, por me conduzirem em minha trajetória de vida, por me deixarem sonhar e por me ensinarem como conquistar os sonhos. Às minhas irmãs Cristiane e Débora, e ao meu cunhado Saulo, pelo carinho e união que abraçam a nossa família. Ao meu tio Maurício pelas palavras de incentivo em continuar sempre.

À minha namorada Daniele, pelo apoio em minha carreira profissional e estar sempre presente tanto nos momentos de alegria, como nos de decisão. Enfim, por conviver em minha vida nas horas em que mais precisei.

Em especial, agradeço à Prof^a. Dr^a. Florencia Cecília Menegalli, por me guiar no caminho da pesquisa e por me apoiar em todos os momentos. Agradeço imensamente pela dedicação, paciência e pelos ensinamentos dados durante todos estes anos de agradável convívio.

À banca examinadora pela disponibilidade e pela contribuição com este trabalho.

A todos os professores, pela dedicação nas disciplinas e durante o estágio docente.

Ao pessoal do Laboratório de Engenharia de Processos (LEP) da FEA. À Joyce e dona Ana. Aos amigos do grupo de pesquisa, Hector, Délia, Nenis e Margarita, por dividirem os momentos de trabalho e deixarem o ambiente sempre mais alegre.

Ao pessoal do Laboratório de Engenharia de Bioprocessos da FEA, pela gentileza em ceder os equipamentos de microscopia.

Ao secretário da pós-graduação, Cosme, e a todos os funcionários da FEA e UNICAMP.

Aos amigos André, Daniel, Davi, Fernando, Leonel, Junior e Renata pelo convívio em diversos momentos.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, CNPq, pela bolsa.

Muito obrigado!

SUMÁRIO

SUMÁRIO.....	ix
ÍNDICE DE TABELAS	xv
ÍNDICE DE FIGURAS	xvii
NOMENCLATURA.....	xxiii
RESUMO	xxvi
ABSTRACT	xxvii
CAPÍTULO 1: Introdução geral.....	1
1.1 Objetivo geral	3
1.2 Descrição dos capítulos	3
1.3 Referências bibliográficas.....	5
CAPÍTULO 2: Revisão bibliográfica.....	7
2.1 Introdução	7
2.2 Mecanismos de ligação entre partículas na aglomeração por umificação	8
2.2.1 Dispersão de ligantes	9
2.2.2 Níveis de saturação dos grânulos.....	9
2.2.3 Nucleação.....	11
2.2.4 Crescimento dos grânulos	12
2.3 Aglomeração em leito fluidizado.....	13
2.4 Leito fluidizado pulsado	20
2.4.1.1 Sistemas de pulsação	21
2.4.1.2 Efeitos da pulsação na fluidodinâmica do leito.....	25
2.5 Propriedades físico-químicas e mecânicas dos grânulos	27
2.5.1 Instantaneização.....	27
2.5.2 Fluidez	28
2.5.3 Fragilidade	29
2.5.4 Dureza.....	29
2.5.5 Morfologia	30

2.6 Conclusões	31
2.7 Referências bibliográficas.....	31
CAPÍTULO 3: Descrição dos métodos e equipamentos	37
3.1 Introdução	37
3.2 Caracterização dos sólidos particulados	37
3.2.1 Teor de umidade	37
3.2.2 Solubilidade	38
3.2.3 Tempo de instantaneização	38
3.2.4 Análises de imagem e morfologia	41
3.2.5 Diâmetro médio e distribuição de tamanho de partículas	42
3.2.6 Densidade do leito e porosidade	42
3.2.7 Apresentação dos resultados	43
3.3 Cálculo da umidade relativa do ar no leito	44
3.4 Descrição do equipamento.....	45
3.4.1 Leito fluidizado.....	45
3.4.2 Sistema de pulsação do ar fluidizante.....	49
3.4.3 Sistema de atomização do solvente e solução ligante.....	50
3.4.4 Sistema de aquisição de dados.....	50
3.5 Operação do equipamento	51
3.5.1 Rendimento do processo	52
3.5.2 Desejabilidade.....	52
3.6 Conclusões	53
3.7 Referências bibliográficas.....	53
CAPÍTULO 4: Aglomeração de polpa de acerola em pó em leito fluidizado	
cônico	55
4.1 Introdução	55
4.2 MatEriais e métodos	56
4.2.1 Matéria-prima	56
4.2.2 Caracterização da matéria-prima e produto aglomerado	57
4.2.3 Cálculo da umidade relativa do ar no leito	57

4.2.4	Equipamentos.....	57
4.2.5	Descrição dos ensaios experimentais.....	57
4.3	resultados e discussões.....	60
4.3.1	Caracterização físico-química da polpa de acerola em pó.....	60
4.3.2	Efeito da umidade relativa no processo de aglomeração.....	62
4.3.3	Planejamento experimental e otimização de processo.....	64
4.3.4	Cinética de aglomeração da acerola em pó.....	75
4.3.5	Morfologia de partículas.....	81
4.4	Conclusões.....	86
4.5	Referências bibliográficas.....	87
CAPÍTULO 5: Aglomeração de proteína isolada de soja em leite fluidizado		
	pulsado.....	91
5.1	Introdução.....	91
5.2	Materiais e métodos.....	92
5.2.1	Matéria-prima.....	92
5.2.2	Caracterização da matéria-prima e produto aglomerado.....	92
5.2.3	Equipamentos.....	93
5.2.4	Descrição dos ensaios experimentais.....	93
5.2.4.1	Efeito da concentração e vazão de ligante durante a aglomeração em leite fluidizado pulsado para proteína isolada de soja.....	93
5.2.4.2	Planejamento experimental e otimização de processo.....	94
5.2.4.3	Determinação do ponto ótimo de processo.....	96
5.3	resultados e discussões.....	97
5.3.1	Caracterização físico-química da proteína isolada de soja.....	97
5.3.2	Efeito da concentração e vazão de ligante durante a Aglomeração em leite fluidizado pulsado.....	99
5.3.2.1	Avaliação do crescimento de partículas, teor de umidade do produto e rendimento do processo.....	99
5.3.2.2	Diâmetro médio de partículas e tempo de instantaneização.....	101
5.3.3	Planejamento experimental e otimização de processo.....	104

5.3.3.1	Modelos de regressão e avaliação da falta de ajuste	106
5.3.3.2	Superfícies de resposta e otimização do processo	112
5.3.3.3	Determinação do ponto ótimo de processo	128
5.3.4	Obtenção do perfil de temperatura no interior do leito fluidizado: Efeitos da pressão de atomização, vazão de líquido e altura do bico aspersor em sistemas sem produto e com atomização de água	131
5.3.5	Aquisição de dados durante a aglomeração de proteína isolada de soja.....	135
5.3.6	Morfologia de partículas	139
5.4	Conclusões	144
5.5	Referências Bibliográficas	145
CAPÍTULO 6: Aglomeração de alimentos em pó em leito fluidizado pulsado:		
	Efeito da frequência de pulsação.....	149
6.1	Introdução	149
6.2	Materiais e métodos	150
6.2.1	Matéria prima.....	150
6.2.1.1	Polpa de acerola em pó.....	150
6.2.1.2	Proteína isolada de soja	150
6.2.1.3	Maltodextrina	151
6.2.2	Caracterização da matéria prima e produto aglomerado.....	151
6.2.3	Equipamentos.....	151
6.2.4	Descrição dos ensaios experimentais.....	151
6.2.4.1	Fluidodinâmica em leito fluidizado pulsado	151
6.2.4.2	Aglomeração de acerola em pó em leito fluidizado pulsado.....	151
6.2.4.3	Aglomeração de proteína isolada de soja em leito fluidizado pulsado.....	152
6.3	Resultados e discussões	153
6.3.1	Fluidodinâmica em leito fluidizado pulsado.....	153
6.3.1.1	Estudo da fluidodinâmica da acerola em pó.....	153
6.3.1.2	Estudo da fluidodinâmica de proteína isolada de soja.....	155
6.3.1.3	Estudo da fluidodinâmica de maltodextrina	157
6.3.2	Aglomeração de polpa de acerola em pó em leito fluidizado pulsado	159
6.3.3	Aglomeração de proteína isolada de soja em leito fluidizado pulsado.....	162

6.4 Conclusões	165
6.5 Referências bibliográficas.....	165
CAPÍTULO 7: Conclusões finais	167
SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS.....	169
ANEXO A	171
ANEXO B	172

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1: Relação entre o índice de Hausner e o nível de fluidez.....	28
Tabela 2.2: Relação entre o índice de Carr e o nível de fluidez.....	29
Tabela 2.3: Caracterização dos tipos de superfície das partículas em relação a circularidade.	30
Tabela 4.1: Níveis estudados no planejamento experimental do processo de aglomeração de polpa de acerola em pó.	59
Tabela 4.2: Variáveis fixas utilizadas nos ensaios do planejamento composto central do processo de aglomeração para a polpa de acerola em pó.	59
Tabela 4.3: Variáveis fixas utilizadas nos ensaios de cinética de aglomeração para a polpa de acerola em pó.	60
Tabela 4.4: Propriedades físicas da polpa de acerola desidratada.....	61
Tabela 4.5: Composição centesimal da polpa de acerola desidratada.....	62
Tabela 4.6: Resultados do planejamento composto central e cálculos realizados pelo software EES (tempo de processo: 20 min; vazão de ligante: 0,6 ml/min; pressão relativa de atomização: 1 bar; altura do bico aspersor: 600 mm; massa de amostra: 0,25 kg).....	64
Tabela 4.7: Tabela de ANOVA obtida para o modelo de diâmetro médio de partículas (dp_m).	66
Tabela 4.8: Tabela de ANOVA obtida para o modelo de rendimento de processo (Yld).	67
Tabela 4.9: Tabela de ANOVA obtida para a umidade relativa do ar na saída do leito (rh_{out}).	67
Tabela 4.10: Parâmetros operacionais otimizados: valores preditos e resultados experimentais (tempo de processo: 20 min; vazão de ligante: 0,6 ml/min; pressão de atomização: 1 bar; altura do bico aspersor: 600 mm; massa de amostra: 0,25 kg).	75
Tabela 5.1: Níveis estudados para a avaliação do efeito da concentração e vazão de ligante para a proteína isolada de soja.	94
Tabela 5.2: Variáveis fixas utilizadas nos ensaios do planejamento composto central do processo de aglomeração para a proteína isolada de soja.....	94

Tabela 5.3: Níveis estudados no planejamento composto central o processo de aglomeração para a proteína isolada de soja	95
Tabela 5.4: Variáveis fixas utilizadas nos ensaios do planejamento composto central do processo de aglomeração para a proteína isolada de soja.....	96
Tabela 5.5: Variáveis fixas definidas como ponto ótimo do processo de aglomeração para a proteína isolada de soja.....	96
Tabela 5.6: Propriedades físicas da proteína isolada de soja (SUPRO® 730).....	98
Tabela 5.7: Análise da composição centesimal da proteína isolada de soja (SUPRO® 730).....	98
Tabela 5.8: Vazões de ligante atomizado utilizadas nas cinéticas de aglomeração com diferentes concentrações de ligante.	99
Tabela 5.9: Tempo de instantaneização obtido para a matéria-prima e produtos aglomerados.....	104
Tabela 5.10: Resultados do planejamento composto central (velocidade de fluidização: 0,57 m/s, temperatura de fluidização: 75 °C, tempo de processo: 40 min; altura do bico aspersor: 300 mm; massa de amostra: 0,15 kg, frequência de pulsação: 600 rpm).	105
Tabela 5.11: Tabela de ANOVA obtida para o modelo de diâmetro médio (dp_m).	106
Tabela 5.12: Tabela de ANOVA obtida para o modelo de rendimento do processo (Yld).	107
Tabela 5.13: Tabela de ANOVA obtida para o modelo de umidade do produto (Mst).	107
Tabela 5.14: Condições de processo onde ocorre maior desejabilidade de resposta para o processo de aglomeração de proteína isolada de soja.....	128
Tabela 5.15: Ponto ótimo do processo de aglomeração de proteína isolada de soja.....	129
Tabela 5.16: Resultados preditos e experimentais obtidos nas condições de ponto ótimo de processo.	130
Tabela 6.1: Variáveis fixas utilizadas no processo de aglomeração para a polpa de acerola em pó, para as frequência de pulsação de 0; 300; 600 e 900 rpm.....	152
Tabela 6.2: Variáveis fixas utilizadas no processo de aglomeração para a proteína isolada de soja, para as frequência de pulsação de 0, 300, 600 e 900 rpm.	153

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1: Principais fenômenos presentes na granulação (IVESON et al., 2001a).....	8
Figura 2.2: Diferentes estados de saturação das pontes líquidas (IVESON et al., 2001a).	9
Figura 2.3: Representação de uma ponte líquida entre duas esferas de mesmo diâmetro (IVESON et al., 2001a).	10
Figura 2.4: Mapa de regime de nucleação (HAPGOOD et al., 2003).....	12
Figura 2.5: Mapa de regime de crescimento dos grânulos (IVESON et al., 2001b).	13
Figura 2.6: Zonas térmicas presentes no leito fluidizado cônico: 1. Zona de umedecimento, 2. Zona isotérmica, 3. Zona de aquecimento (JIMÉNEZ et al., 2006).	16
Figura 2.7: Análises morfológicas de grânulos de manitol produzidos por ligantes de HPC, às concentrações de 5, 10 e 15% (RAJNIK et al., 2007).	19
Figura 2.8: Secador leito fluidizado pulsado (PRACHAYAWARAKORN et al., 2005).....	22
Figura 2.9: Leito fluidizado pulsado com válvula solenóide (ZHANG e KOKSAL, 2006): (1) leito fluidizado, (2) filtro, (3) resistências termoelétricas, (4) placa distribuidora de ar, (5) câmara de equalização, (6) válvula solenóide, (7) surge tank, (8) medidores de vazão, (9) regulador de pressão, P1 a P6: medidores de pressão, T: termopares.	22
Figura 2.10: Leito fluidizado pulsado com múltiplas secções (GAWRZYNSKI et al., 1999).....	23
Figura 2.11: Leito fluidizado pulsado rotativo (REYES et al., 2007).....	24
Figura 2.12: Leito fluidizado pulsado de cilindro perfurado (REYES et al., 2006). Ventilador (A), válvula (B), sílica gel (C), aquecedor (D), sistema de pulsação (E), Câmara (F) e sistema de microondas (G).	25
Figura 2.13: Queda de pressão em função da velocidade do ar, em leito fluidizado pulsado em frequências de (a) 10Hz e (b) 5 Hz, para a fluidização de borra de papel (KUDRA et al., 2002).	26
Figura 2.14: Queda de pressão em função da velocidade do ar, em diferentes frequências de pulsação, para a fluidização de fatias de batata a umidade de 80% (b.s.) (REYES et al. 2007).	26

Figura 2.15: Amplitude do deslocamento das partículas em altas e pequenas frequências de pulsação (ZHANG e KOKSAL, 2006).....	27
Figura 3.1: Esquema do dispositivo utilizado para o teste de solubilidade.....	38
Figura 3.2: Fotografia do instantaneizador.....	40
Figura 3.3: Esquema do aparelho utilizado para determinar o tempo de instantaneização.....	40
Figura 3.4: Propriedades psicrométricas do ar fluidizante nas etapas de aquecimento (pontos 1 a 2) e umidificação (pontos 2 a 3).	44
Figura 3.5: Fotografias do leito fluidizado.	47
Figura 3.6: Esquema do processo de aglomeração em leito fluidizado (a) e dimensões do equipamento.	48
Figura 3.7: Esquema do leito fluidizado. A – Ventilador; B – Válvula gaveta; C – Resistência elétrica; D – Controlador de temperatura; E – Desvio do ar; F – Rotâmetro; G – Sensor temperatura; H – Placa distribuidora de ar; I – Válvula esfera (sistema de pulsação); J – Câmara de acrílico (leito); K – Bico aspersor; L – Ciclone.	48
Figura 3.8: Esquema do sistema de pulsação com válvula esfera.....	49
Figura 3.9: Fotografia do sistema de pulsação com válvula esfera.....	49
Figura 3.10: Esquema dos pontos de aquisição de temperatura no interior do leito fluidizado (a) e aquisição da queda de pressão no leito (b).....	51
Figura 4.1: Resultados experimentais e preditos pelo modelo, dos diferentes ensaios do planejamento, para o rendimento do processo.	69
Figura 4.2: Desvio relativo entre os resultados experimentais e preditos pelo modelo, para o rendimento do processo de aglomeração de acerola em pó.....	69
Figura 4.3: Resultados experimentais e preditos pelo modelo, dos diferentes ensaios do planejamento, para o diâmetro médio de partículas.	70
Figura 4.4: Desvio relativo entre os resultados experimentais e preditos pelo modelo, para o diâmetro médio de partículas do processo de aglomeração de acerola em pó.	70
Figura 4.5: Superfície de resposta para o modelo de rendimento do processo (Yld).	71
Figura 4.6: Superfície de resposta para o modelo de diâmetro médio de partículas (dp_m).	72
Figura 4.7: Superfície de resposta para a umidade relativa do ar na saída do leito (rh_{out}).	73

Figura 4.8: Aumento do diâmetro médio de partículas ao longo do tempo de aglomeração.....	76
Figura 4.9: Distribuição de tamanho de partículas em diferentes intervalos processo.	76
Figura 4.10: Evolução da fração mássica para cada diâmetro de partícula i ao longo do tempo de processo.	78
Figura 4.11: Evolução da fração de partículas finas e grossas durante a aglomeração.....	78
Figura 4.12: Conteúdo de umidade da acerola em pó durante o processo de aglomeração.	79
Figura 4.13: Solubilidade da acerola em pó durante o processo de aglomeração.....	79
Figura 4.14: Tempo de instantaneização para partículas de acerola em pó em função do diâmetro médio de partículas.....	81
Figura 4.15: Partículas de acerola em pó para a matéria-prima, obtidas pelo estereomicroscópio (a) e em modo binário (b).....	82
Figura 4.16: Partículas de acerola em pó para o produto aglomerado, obtidas pelo estereomicroscópio (a) e em modo binário (b).....	83
Figura 4.17: Fotografias da área de projeção 2D das partículas de acerola em pó, após o processo de aglomeração, em diferentes intervalos de tamanho.....	85
Figura 4.18: Fatores de forma para os diferentes tamanhos de partícula do produto aglomerado: (a) Circularidade, (b) Elongação, (c) Arredondamento e (d) Compacidade.	86
Figura 5.1: Cinética de aglomeração de proteína isolada de soja, utilizando diferentes concentrações e vazões de ligante.	100
Figura 5.2: Umidade final para os ensaios de aglomeração a diferentes concentrações e vazões de ligante.....	101
Figura 5.3: Fotografias (vista superior do dispositivo) obtidas durante o teste de tempo de instantaneização para proteína isolada de soja comercial e aglomerada.	103
Figura 5.4: Comparação entre os resultados do planejamento experimental e resultados preditos pelo modelo de diâmetro médio de partículas.	109
Figura 5.5: Desvio relativo obtido para o modelo de diâmetro médio de partículas.....	109
Figura 5.6: Comparação entre os resultados do planejamento experimental e resultados preditos pelo modelo de rendimento do processo.	110

Figura 5.7: Desvio relativo obtido para o modelo de diâmetro rendimento do processo.....	110
Figura 5.8: Comparação entre os resultados do planejamento experimental e resultados preditos pelo modelo de umidade final do produto.....	111
Figura 5.9: Desvio relativo obtido para o modelo de umidade final do produto.....	111
Figura 5.10: Superfícies de resposta (C_{lig} x P_{atom}) para o modelo de diâmetro médio de partículas, para Q_{lig} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$	115
Figura 5.11: Superfícies de resposta (C_{lig} x Q_{lig}) para o modelo de diâmetro médio de partículas, para P_{atom} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$	116
Figura 5.12: Superfícies de resposta (P_{atom} x Q_{lig}) para o modelo de diâmetro médio de partículas, para C_{lig} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$	117
Figura 5.13: Superfícies de resposta (C_{lig} x P_{atom}) para o modelo de rendimento do processo, para Q_{lig} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$	120
Figura 5.14: Superfícies de resposta (C_{lig} x Q_{lig}) para o modelo de rendimento do processo, para P_{atom} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$	121
Figura 5.15: Superfícies de resposta (P_{atom} x Q_{lig}) para o modelo de rendimento do processo, para C_{lig} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$	122
Figura 5.16: Superfícies de resposta (C_{lig} x P_{atom}) para o modelo de umidade do produto, para Q_{lig} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$	125
Figura 5.17: Superfícies de resposta (C_{lig} x Q_{lig}) para o modelo de umidade do produto, para P_{atom} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$	126
Figura 5.18: Superfícies de resposta (P_{atom} x Q_{lig}) para o modelo de umidade do produto, para C_{lig} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$	127
Figura 5.19: Distribuição de tamanho de partículas para a matéria-prima e produto aglomerado no ponto ótimo de processo.....	131

Figura 5.20: Distribuição do perfil de temperatura no interior do leito (sem produto) para as faixas de pressão de atomização de 0,5 bar (a), 1 bar (b) e 1,5 bar (c), mantendo-se fixas $Q_{lig} : 2,0 \text{ g/min}$; $H_{bico} : 300 \text{ mm}$; $V_f : 0,57 \text{ m/s}$ e $T_f : 75 \text{ }^\circ\text{C}$	133
Figura 5.21: Distribuição do perfil de temperatura no interior do leito (sem produto) para as faixas de vazão de atomização de 0,0 g/min (a), 0,5 g/min (b), 2 g/min (c) e 3,5 g/min (d), mantendo-se fixas $P_{atom} : 1,0 \text{ bar}$; $H_{bico} : 300 \text{ mm}$; $V_f : 0,57 \text{ m/s}$ e $T_f : 75 \text{ }^\circ\text{C}$	133
Figura 5.22: Distribuição do perfil de temperatura no interior do leito (sem produto) para a altura do bico aspersor em 300 mm (a) e 600 mm (b), mantendo-se fixas $P_{atom} : 1,0 \text{ bar}$; $Q_{lig} : 2,0 \text{ g/min}$; $V_f : 0,57 \text{ m/s}$ e $T_f : 75 \text{ }^\circ\text{C}$	134
Figura 5.23: Aquisição de dados para a temperatura no centro do leito, durante a aglomeração de proteína de soja, mantendo-se fixas $Q_{lig} : 2,7 \text{ g/min}$; $C_{lig} : 49\%$; $P_{atom} : 0,55 \text{ bar}$; $H_{bico} : 300 \text{ mm}$; $V_f : 0,57 \text{ m/s}$ e $T_f : 75 \text{ }^\circ\text{C}$	135
Figura 5.24: Aquisição de dados para a temperatura na parede do leito, durante a aglomeração de proteína de soja, mantendo-se fixas $Q_{lig} : 2,7 \text{ g/min}$; $C_{lig} : 49\%$; $P_{atom} : 0,55 \text{ bar}$; $H_{bico} : 300 \text{ mm}$; $V_f : 0,57 \text{ m/s}$ e $T_f : 75 \text{ }^\circ\text{C}$	136
Figura 5.25: Distribuição do perfil de temperatura no interior do leito (sem produto) para os sistemas sem produto e com 150 g de proteína isolada de soja, mantendo-se fixas $P_{atom} : 1,0 \text{ bar}$; $Q_{lig} : 2,0 \text{ g/min}$; $H_{bico} : 300 \text{ mm}$; $V_f : 0,57 \text{ m/s}$ e $T_f : 75 \text{ }^\circ\text{C}$	137
Figura 5.26: Aquisição de dados para a queda de pressão no leito, durante a aglomeração de proteína de soja, mantendo-se fixas $Q_{lig} : 2,7 \text{ g/min}$; $C_{lig} : 49\%$; $P_{atom} : 0,55 \text{ bar}$; $H_{bico} : 300 \text{ mm}$; $V_f : 0,57 \text{ m/s}$ e $T_f : 75 \text{ }^\circ\text{C}$	138
Figura 5.27: Partículas de proteína isolada de soja para a matéria-prima, obtidas pelo estereomicroscópio (a) e em modo binário (b).....	140
Figura 5.28: Partículas de proteína isolada de soja para o produto aglomerado, obtidas pelo estereomicroscópio (a) e em modo binário (b).....	141
Figura 5.29: Fotografias da área de projeção 2D das partículas de proteína isolada de soja, após o processo de aglomeração, em diferentes intervalos de tamanho.	143
Figura 5.30: Fatores de forma para os diferentes tamanhos de partícula do produto aglomerado: (a) Circularidade, (b) Elongação, (c) Arredondamento e (d) Compacidade.	144

Figura 6.1: Queda de pressão vs. velocidade do ar, durante a fluidização de 0,2 kg de acerola em pó.....	154
Figura 6.2: Evolução do pico de queda de pressão em diferentes frequências de pulsação para polpa de acerola em leito fixo e velocidade do ar a 0,08m/s.....	155
Figura 6.3: Queda de pressão vs. velocidade do ar, durante a fluidização de 0,15 kg de proteína de soja.....	156
Figura 6.4: Queda de pressão vs. velocidade do ar, durante a fluidização de 0,25 kg maltodextrina.....	158
Figura 6.5: Efeito da frequência de pulsação para a resposta de diâmetro médio partículas.....	160
Figura 6.6: Distribuição de tamanho de partículas: (a) distribuição de tamanho e (b) percentual cumulativo, para o produto aglomerado em diferentes frequências de pulsação e para a matéria prima (MP) polpa de acerola em pó.....	160
Figura 6.7: Efeito da frequência de pulsação para a resposta de umidade do produto.....	161
Figura 6.8: Efeito da frequência de pulsação para a resposta de rendimento do processo.....	161
Figura 6.9: Efeito da frequência de pulsação para a resposta de diâmetro médio partículas.....	163
Figura 6.10: Distribuição de tamanho de partículas: (a) distribuição de tamanho e (b) percentual cumulativo, para o produto aglomerado em diferentes frequências de pulsação e para a matéria prima (MP) proteína isolada de soja.	163
Figura 6.11: Efeito da frequência de pulsação para a resposta de umidade do produto.....	164
Figura 6.12: Efeito da frequência de pulsação para a resposta de rendimento do processo.....	164
Figura B.1: Diagrama de Geldart para a polpa de acerola em pó, em que ρ_s é a densidade da partícula (sólido), ρ_f a densidade do ar e dp_m o diâmetro médio de partículas.....	173
Figura B.2: Diagrama de Geldart para a proteína isolada de soja, em que ρ_s é a densidade da partícula (sólido), ρ_f a densidade do ar e dp_m o diâmetro médio de partículas.....	174

NOMENCLATURA

$2h$	Distância de separação entre as partículas
a	Raio das partículas
\dot{A}	Fluxo de partículas por uma determinada área
A_p	Área de projeção de uma partícula
C	Circularidade
C_{lig}	Concentração do líquido ligante
d_d	Diâmetro médio de gotícula
dp_{eq}	Diâmetro equivalente
dp_m	Diâmetro médio de partícula
f	Frequência de oscilação
F_{min}	Diâmetro mínimo da partícula
F_{max}	Diâmetro de Feret (máximo)
h	Entalpia
H_{bico}	Altura do bico aspersor
HR	Índice de Hausner
I_{Carr}	Índice de Carr
MP	Matéria prima (produto não-aglomerado)
Mst	Umidade do produto
m_f	Massa de produto coletada ao final do processo
m_i	Massa inicial de produto
m_{elut}	Massa de produto removida do leito por elutriação
m_{inc}	Massa de produto retida na parede do leito por incrustação
$m_{torrões}$	Massa de produto correspondente à fração de torrões
\dot{M}_i	Vazão mássica de ar

N	Número total de repetições
P	Perímetro da partícula
P_{atom}	Pressão de atomização
Q_{lig}, Q_T	Vazão de líquido ligante
$Q_{água}$	Vazão relativa de água na solução ligante
Q_{malto}	Vazão relativa de maltodextrina na solução ligante
rh_{out}	Umidade relativa do ar na saída do leito
R_{pore}	Raio do poro
s_{max}	Índice de saturação do grânulo
s	Desvio padrão
S	Grau de saturação dos poros
St_{def}	Número de deformação de Stokes
t	Tempo
t_i	Tempo de instantaneização
t_p	Tempo de penetração da gotícula
T_f	Temperatura do ar de fluidização
U	Velocidade superficial do ar
U_o	Velocidade superficial média do ar
U_s	Amplitude de oscilação da velocidade superficial do ar
U_c	Velocidade efetiva de colisão no granulador
V_f	Velocidade de fluidização
V_{mf}	Velocidade mínima de fluidização
\dot{V}	Vazão volumétrica
V_o	Volume total de líquido
V_L	Volume de líquido que constitui a ponte
X_w	Fração de umidade no ar

X_i	Variável codificada do planejamento experimental
x_i	Fração mássica
\bar{x}	Média dos resultados
Yld	Rendimento do processo
w	Razão entre a massa de líquido e a massa de sólido

SÍMBOLOS GREGOS

ε	Porosidade do leito, porosidade do grânulo
ε_t	Porosidade total
ε_{\min}	Porosidade mínima do grânulo
ΔP	Diferença de pressão
γ_{LV}	Tensão superficial do líquido
μ	Viscosidade do líquido
θ	Ângulo de contato
ρ_f	Densidade do ar
ρ_g	Densidade do grânulo
ρ_l, ρ_b	Densidade do leito
ρ_t	Densidade do leito compactado
ρ_{liq}	Densidade do líquido
ρ_s	Densidade do sólido
Y_g	Dynamic yield stress
Ψ_a	Fluxo adimensional de aspersão

RESUMO

O processo de aglomeração de alimentos é muito utilizado quando se deseja aumentar as propriedades de instantaneização de pós obtidos pela secagem em spray dryer. Os produtos obtidos pela secagem em spray são normalmente caracterizados como sendo finos, coesivos e por apresentar difícil fluidização. Deste modo, torna-se conveniente utilizar leitos fluidizados, vibrados ou pulsados, que resultem em um aumento da movimentação das partículas e homogeneidade do leito durante a fluidização, permitindo aglomerar produtos em pó oriundos da secagem em spray dryer. O objetivo deste trabalho foi estudar as mudanças nas propriedades físicas de polpa de acerola e de proteína isolada de soja em pó após o processo de aglomeração em leito fluidizado cônico, e verificar os efeitos do uso de diferentes frequências de pulsação do ar fluidizante durante o processo de aglomeração. A pulsação do ar foi realizada por meio da rotação de uma válvula esfera, instalada abaixo da placa distribuidora de ar. As condições ótimas de processo e os perfis de aumento de tamanho de partículas foram obtidos por meio de planejamentos experimentais e de ensaios de cinéticas de aglomeração. As variáveis de processo estudadas foram o tempo de processo, velocidade e temperatura do ar fluidizante, vazão de líquido ligante, pressão de atomização, altura do bico aspersor e massa de amostra. O produto aglomerado foi caracterizado pelos testes de diâmetro médio e distribuição de tamanho de partículas, tempo de instantaneização, solubilidade, morfologia e conteúdo de umidade. Durante a aglomeração, as partículas da matéria prima coalescem, formando grânulos grossos. A morfologia das partículas também é alterada com o aumento de tamanho. A forma das partículas finas são circulares e compactas, enquanto os aglomerados tendem a ser mais alongados e apresentam superfície irregular. Os produtos aglomerados apresentaram melhores propriedades de instantaneização, ou maior dispersabilidade em água, em relação à matéria-prima, proveniente da secagem em spray dryer.

Palavras-chave: Aglomeração, Leito fluidizado, Pulsação, Acerola, Proteína isolada de soja

ABSTRACT

Fluid bed agglomeration is commonly used to improve the instant properties of spray-dried food powders. However, the fluidization of spray-dried particles is characterized by cracks and channels. Vibration or pulsation systems are frequently attached in the fluid bed equipments in order to improve the bed homogeneity and to allow the particles fluidization using lower fluidizing air flow. The aim of this work was to study the physical property modifications of soy protein isolate powder and acerola powder produced by a wet-agglomeration process in a conical fluid bed, using fluidizing air pulsation for some runs. The equipment used was a batch-fluidized bed equipped with a rotating spherical valve installed below the air distribution plate that promotes the fluidizing air pulsation. Experimental designs and agglomeration kinetics were achieved in order to evaluate the optimal operational conditions and to study the particles growing behavior. The process variables studied were process time, fluidizing air temperature and velocity, atomized binder flow, atomization pressure, nozzle height and mass of sample. The product transformations were determined by an analysis of the particle diameter, size distribution, morphology and moisture content. During agglomeration, the raw particles coalesce, resulting in the formation of granules with increasing size, but morphological changes were also verified. The shape of the raw powder particles were circular and compact, while the agglomerated particles were elongated, wrinkled and showed tight solid bridges. The fluidization of spray-dried particles was enhanced with the pulsation system, resulting in higher fluid bed homogeneity and agglomerated products with narrow particle size distribution. The consolidation of small granules results in an improvement in the instant properties, increasing product wetting and dispersability in water.

Keywords: Agglomeration, Fluid bed, Pulsation, Acerola, Soy protein isolate

Capítulo 1

INTRODUÇÃO GERAL

O princípio da granulação, ou aglomeração de partículas, baseia-se na atomização de um líquido ligante sobre a superfície das partículas contidas no leito fluidizado. Quando as partículas são solúveis, a coalescência entre partículas ocorre devido ao umedecimento superficial das partículas e formação de uma película pegajosa na superfície, resultando na formação de pontes líquida entre elas. Quando as partículas são insolúveis deve-se empregar uma solução ligante para promover a formação de pontes líquidas e a coalescência entre partículas. O solvente e o líquido ligante presente nas partículas são, posteriormente, evaporados pelo ar fluidizante aquecido e as pontes líquidas transformadas em pontes sólidas, consolidando a estrutura aglomerada. A repetição das etapas de umedecimento, colisão e secagem das partículas ocorrem simultaneamente no granulador, resultando no aumento de tamanho de partículas durante o processamento. Quando a capacidade de secagem do aglomerador é insuficiente, a umidade do leito aumenta demasiadamente, devido à saturação do ar, podendo ocasionar sobre-umedecimento das partículas e o colapso do leito fluidizado. Por outro lado, quando a secagem é intensa, o solvente é rapidamente evaporado antes que ocorram as etapas de umedecimento e colisão entre partículas. Neste caso, quando uma solução ligante é atomizada sobre as superfícies das partículas, ocorre formação de uma camada sólida de recobrimento (*coating*). Durante o processo de aglomeração, as partículas também estão sujeitas à quebra e/ou abrasão, decorrentes da agitação durante a fluidização e colisão com as paredes internas do leito fluidizado (SMITH e NIENOW, 1983 e RHODES, 1998 *apud* JIMÉNEZ *et al.*, 2006).

O leito fluidizado é muito utilizado em processos de aglomeração 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 aglomeração em leito fluidizado normalmente apresenta elevada porosidade, boa resistência mecânica ao manuseio, baixa compactação, elevada fluidez e distribuição de tamanho de partículas com pequena amplitude (TURCHIULI *et al.*, 2005). O mecanismo de crescimento dos grânulos depende dos parâmetros de processo – como, por exemplo, a temperatura e velocidade do ar fluidizante; composição, concentração e vazão do líquido ligante; geometria e variáveis do sistema de aspersão; e propriedades intrínsecas das partículas - que determinam as taxas de transferência de calor e de massa do sistema.

Segundo MORT (2005), para que um processo industrial de granulação seja controlado e reprodutível, é necessário estabelecer alguns atributos físicos ao produto final, como: tamanho dos grânulos, distribuição de tamanho, densidade, fluidez, integridade física, compressibilidade e solubilidade. Em particular, na indústria de alimentos, o maior propósito da granulação é transformar os sólidos particulados, normalmente obtidos pela secagem em spray dryer, em aglomerados porosos, também conhecidos como produtos instantâneos, que possuem a capacidade de se reconstituir rapidamente quando misturados em água ou leite (SCHUBERT, 1987). Entretanto, os produtos obtidos pela secagem em spray são normalmente caracterizados como sendo finos (tamanho de partículas < 50 µm), coesivos e apresentam difícil fluidização, classificados pelo grupo C de Geldart (MASTERS, 1991) - como apresentado pelo diagrama de Geldart no ANEXO B. Deste modo, torna-se conveniente utilizar leitos fluidizados modificados - vibrados, pulsados ou com diferentes geometrias - que resultem em um aumento da movimentação das partículas e homogeneidade do leito durante a fluidização.

O processo de aglomeração por aspersão é industrialmente conhecido como sendo um processo complexo, baseado em conhecimentos empíricos, com dificuldades na predição e interpretação dos fenômenos observados. As indústrias frequentemente enfrentam uma série de problemas durante processamento, como grandes volumes de reciclo de produto na linha de produção e falha no controle de processo que, normalmente, são decorrentes do ineficaz dimensionamento da escala de laboratório para a escala piloto

de produção. Entretanto, nos últimos anos, os princípios fundamentais dos mecanismos que governam o processo de granulação e propriedades dos produtos têm tido grandes avanços. Conhecendo-se determinadas propriedades do produto e parâmetros operacionais é possível fazer previsões sobre a dinâmica de granulação. O maior desafio, então, é aplicar estes modelos teóricos em práticas industriais (IVESON *et al.*, 2001).

1.1 OBJETIVO GERAL

Baseando-se em uma primeira experiência em que foi estudado o processo de aglomeração de polpa de acerola em pó em leito fluidizado (DACANAL, 2005), este trabalho buscou investigar os mecanismos de aglomeração para sistemas contendo partículas hidrofílicas (polpa de acerola em pó) e partículas parcialmente hidrofóbicas (proteína isolada de soja), utilizando-se solvente (água destilada) e soluções de maltodextrina como líquidos ligantes. Em um primeiro momento, foram realizados diversos ensaios experimentais a fim de determinar os parâmetros ótimos de processo para a produção de grânulos com elevada capacidade de absorção e dispersão em água. Posteriormente, utilizando-se técnicas de microscopia e análises por imagem, foi estudada a morfologia das partículas aglomeradas e da matéria prima inicial. Durante o período de pesquisa, também foram realizadas adaptações e modificações no equipamento, que levaram ao estudo da fluidodinâmica de alimentos em pó em leito fluidizado pulsado. Assim, o objetivo desta tese foi determinar dos parâmetros de processo para a produção de polpa de acerola e proteína isolada de soja instantaneizados e avaliar as alterações físico-químicas e morfológicas desses produtos ao longo do processo de aglomeração.

1.2 DESCRIÇÃO DOS CAPÍTULOS

CAPÍTULO 1: Introdução. Nesse capítulo são apresentadas as justificativas que motivaram a realização deste estudo, bem como a apresentação dos capítulos contidos neste trabalho.

CAPÍTULO 2: Revisão Bibliográfica. Nesse capítulo apresenta-se uma revisão bibliográfica sintética dos mecanismos de aglomeração entre partículas e propriedades físicas e mecânicas dos sólidos. Também são apresentados alguns trabalhos de aglomeração

em leito fluidizado e aplicações do uso de sistemas de pulsação do ar em leitos fluidizados.

CAPÍTULO 3: Descrição dos métodos e equipamentos. Nesse capítulo, apresenta-se uma descrição dos métodos e equipamentos utilizados para a realização da parte experimental desta tese. Os materiais e descrição das variáveis de processo estão apresentados separadamente nos capítulos 4, 5 e 6.

CAPÍTULO 4: Aglomeração de polpa de acerola em pó em leito fluidizado cônico. Nesse capítulo, apresentam-se os resultados obtidos referentes ao processo de aglomeração de polpa de acerola em pó em leito fluidizado cônico (sem uso de pulsação do ar), utilizando-se aspersão de água como líquido ligante. Também foram realizadas análises morfológicas, para a matéria-prima e produto aglomerado, a fim de investigar os mecanismos de coalescência entre partículas durante a aglomeração.

CAPÍTULO 5: Aglomeração de proteína isolada de soja em leito fluidizado pulsado. Nesse capítulo, apresentam-se os resultados obtidos referentes ao processo de aglomeração de proteína isolada de soja em leito fluidizado pulsado, utilizando-se soluções aquosas de maltodextrina como líquido ligante. Também foram obtidos os perfis de temperatura no interior do leito por meio de um sistema de aquisição de dados para diversas condições de processo. Além disso, realizaram-se análises morfológicas, para a matéria-prima e produto aglomerado, a fim de investigar os mecanismos de aglomeração entre partículas durante a aglomeração.

CAPÍTULO 6: Aglomeração de alimentos em pó em leito fluidizado pulsado: Efeito da frequência de pulsação. Nesse capítulo, apresentam-se o comportamento fluidodinâmico de sólidos particulados em leito fluidizado cônico, utilizando-se diferentes frequências de pulsação. Os perfis de queda de pressão, variando-se a velocidade de fluidização, foram obtidos nas frequências de pulsação de 0, 300, 600 e 900 rpm. Ainda neste capítulo, apresentam-se os resultados obtidos para os ensaios de aglomeração de polpa de acerola em pó e proteína isolada de soja, para as frequências de pulsação de 0, 300, 600 e 900 rpm. Outros resultados como, rendimento do processo e umidade final do produto, obtidos após o processo de aglomeração, também foram avaliados.

CAPÍTULO 7: Conclusões finais. Nesse capítulo, apresenta-se uma discussão dos principais fenômenos observados durante a realização desta tese. Também são apresentadas algumas sugestões para futuros trabalhos, consideradas importantes para a continuidade desta pesquisa.

1.3 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

DACANAL G. C., Estudo da granulação de suco de acerola desidratado em leito fluidizado, **Dissertação de Mestrado**, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, SP, Brasil, D115e, 2005.

IVESON S.M., LITSTER J.D., HAPGOOD K., 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, 2001.

JIMÉNEZ T., TURCHIULI C., DUMOULIN E., Particles agglomeration in a conical fluidized bed in relation with air temperature profiles, **Chemical Engineering Science**, v.61, p. 5954-5961, 2006.

MASTERS K., **Spray drying handbook (5th ed.)**. Essex, UK: Longman Scientific & Technical, 1991.

MORT P.R., Scale-up of binder agglomeration processes, **Powder Technology**, v. 150, n. 2, p. 86-103, 2005.

SCHUBERT H. Food Particle Technology. Part I: Properties of Particles and Particulate Food Systems.,**Journal of Food Engineering**, v. 6, p. 1-32, 1987.

TURCHIULI C., ELOUALIA Z., MANSOURI N., DUMOULIN E., Fluidised bed agglomeration: Agglomerates shape and end-use properties, **Powder Technology**, v. 157, p. 168-175, 2005.

Capítulo 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 INTRODUÇÃO

A aglomeração entre partículas ocorre devido ao aumento da força de adesão entre elas. A partir do trabalho pioneiro de RUMPF (1958), diversas pesquisas contribuíram para o melhor entendimento dos mecanismos de ligação, que, de modo geral, podem ser classificados pela presença, ou não, de substâncias ligantes (SCHUBERT, 1981; SCHUBERT, 1987; ENNIS, 1996; IVESON *et al.*, 2001a; IVESON *et al.*, 2001b; WILLET *et al.*, 2001; LITSTER, 2003 e PIETSCH, 2003). A intensidade destas forças de adesão normalmente está relacionada aos parâmetros de processo, como: temperatura, umidade, tensão de compressão, velocidade de colisão e tempo de contato entre as partículas (LITSTER, 2003 e MORT, 2005). De acordo com PALZER (2009), a maioria dos trabalhos científicos utiliza partículas inertes, como esferas de vidro, grãos de areia ou de carbonato de cálcio, a fim de investigarem os mecanismos de ligação entre partículas. Entretanto, no caso de alimentos em pó, a composição do produto também é importante para se compreender como ocorrem as modificações estruturais das partículas ao longo da aglomeração. Em diversas pesquisas foi constatado que a aglomeração de partículas permite a produção de alimentos em pó instantaneizados (SCHUBERT, 1993; HOGEKAMP e SCHUBERT, 2003; HLA e HOGEKAMP, 1999 e JINAPONG *et al.*, 2008). Porém, até o presente momento, ainda há poucos trabalhos que levam ao maior entendimento das relações entre as alterações morfológicas dos aglomerados e a dinâmica de dissolução das partículas (TURCHIULI *et al.*, 2005).

Neste capítulo, apresenta-se uma revisão bibliográfica sintética dos mecanismos de aglomeração entre partículas e propriedades físicas e mecânicas dos sólidos. Também são apresentados alguns trabalhos de aglomeração em leito fluidizado, e aplicações do uso de sistemas de pulsação do ar em leitos fluidizados.

2.2 MECANISMOS DE LIGAÇÃO ENTRE PARTÍCULAS NA AGLOMERAÇÃO POR UMIFICAÇÃO

Uma das concepções mais recentes de definição do processo de granulação foi relatada por IVESON *et al.* (2001a), em termos de três tipos de fenômenos: nucleação, crescimento e quebra (Figura 2.1).

MORT (2005) sugeriu que a granulação pode ser descrita em termos das principais etapas de transformação (distribuição de ligantes, nucleação, crescimento, consolidação e quebra) e seleção das principais características do produto (homogeneidade dos componentes, tamanho do grânulo, distribuição de tamanho e densidade do grânulo). As transformações descrevem as diferentes etapas que a matéria-prima percorre até atingir as características finais do produto.

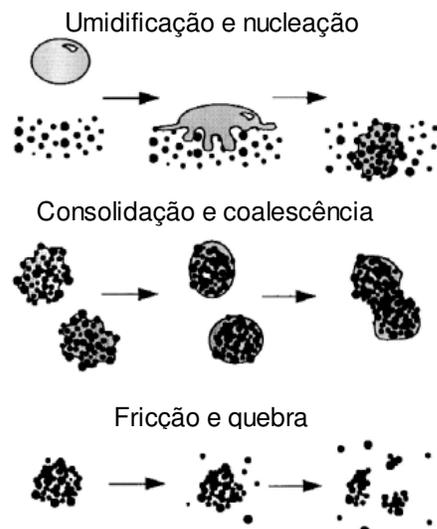


Figura 2.1: Principais fenômenos presentes na granulação (IVESON *et al.*, 2001a)

2.2.1 Dispersão de ligantes

De acordo com MORT (2005), a dispersão do ligante no processo de aglomeração em leito fluidizado depende da área de projeção do spray em relação à massa de produto presente no leito, assim como a intensidade de agitação das partículas durante a fluidização. Pode-se obter uma dispersão adequada, quando se pulveriza o ligante em uma ampla área de projeção, utilizando-se uma fluidização agressiva, ou seja, com elevada intensidade de agitação.

2.2.2 Níveis de saturação dos grânulos

A aglomeração de partículas por meio de ligações líquidas pode ser realizada a diferentes níveis de saturação de líquido. A Figura 2.2 mostra os principais estados de saturação de líquido que podem acarretar na formação de um grânulo.

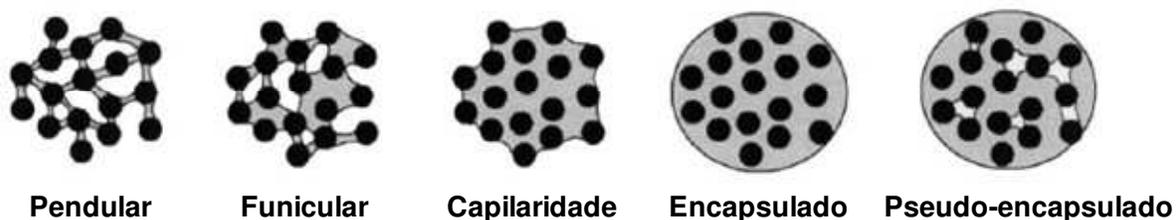


Figura 2.2: Diferentes estados de saturação das pontes líquidas (IVESON *et al.*, 2001a).

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, em que 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. O estado de pseudo-encapsulamento ocorre quando a partícula encapsulada possui alguns poros vazios, que não foram preenchidos pelo líquido.

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 2.3.

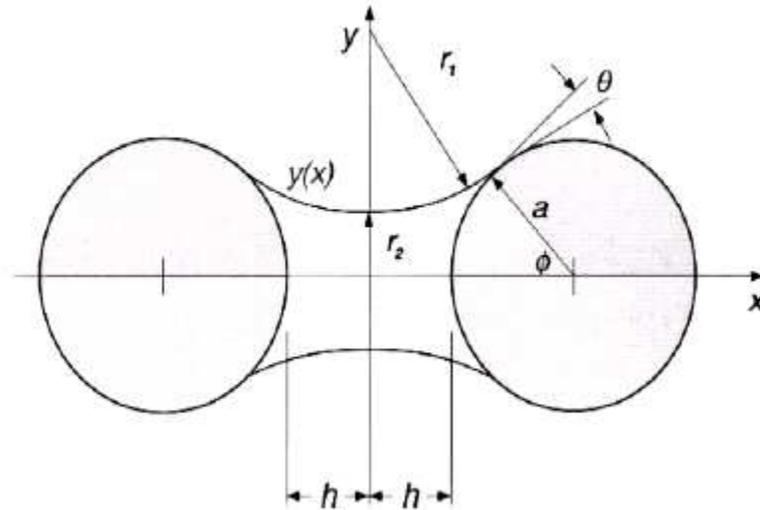


Figura 2.3: Representação de uma ponte líquida entre duas esferas de mesmo diâmetro (IVESON *et al.*, 2001a).

A intensidade dessas forças pode ser calculada pela Equação 2.1 para as condições em que $V_L / a^3 < 0,001$ (WILLET *et al.*, 2001).

$$\frac{F}{2\pi a \gamma_{LV}} = \frac{\cos \theta}{1 + 2,1 \left(\frac{h^2 a}{V_L} \right)^{\frac{1}{2}} + 10 \left(\frac{h^2 a}{V_L} \right)} \quad [2.1]$$

Em que 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.

2.2.3 Nucleação

O estágio de nucleação é a etapa inicial do processo de aglomeração em que ocorre a formação de pequenos aglomerados.

HAPGOOD *et al.* (2003) desenvolveram um mapa de regime (Figura 2.4) que descreve os mecanismos que controlam a formação de núcleos em termos do tempo de penetração das gotículas (t_p) e o fluxo adimensional de aspersão (Ψ_a). O fluxo adimensional de aspersão Ψ_a pode ser calculado pela Equação 2.2.

$$\Psi_a = \frac{3\dot{V}}{2\dot{A}d_d} \quad [2.2]$$

Em que, \dot{V} (m^3/s) representa a vazão de líquido, d_d o diâmetro médio e \dot{A} (m^2/s) a área de projeção das gotículas sobre a superfície do leito.

Para uma determinada formulação, o tempo de penetração das gotículas (Equação 2.3) pode ser estimado baseando-se em algumas propriedades específicas do produto (HAPGOOD *et al.*, 2002).

$$t_p = 1,35 \frac{V_o^{2/3}}{\varepsilon^2 R_{pore}} \frac{\mu}{\gamma_{LV} \cos \theta_d} \quad [2.3]$$

Em que, V_o é o volume total de líquido, ε é a porosidade do grânulo, γ_{LV} é a tensão superficial do líquido, μ é a viscosidade do líquido, θ_d é o ângulo de contato entre o sólido e o líquido e R_{pore} é o raio do poro.

Quando um processo é realizado mantendo-se o Ψ_a e t_p nos níveis inferiores, menores que 0,1 (Figura 2.4), o volume de gotículas na superfície das partículas será pequeno, formando núcleos, rapidamente, assim que o líquido penetrar no leito. Nesta situação, pode-se considerar que cada gotícula dará origem a um núcleo, possibilitando fazer um controle da distribuição de tamanho dos núcleos pela distribuição de tamanho das gotículas. Quando Ψ_a e t_p possuem valores intermediários, as gotículas tendem a permanecer por um período mais prolongado sobre a superfície das partículas, devido ao excesso de líquido injetado. Nesta etapa, as gotículas se colidem uma com a outra, e a relação entre a distribuição de tamanho dos núcleos e o tamanho das gotículas passa a ser

imprecisa. Para $\Psi_a > 1$, a superfície das partículas mantém-se recoberta pelo líquido, e, nestas condições, não há possibilidade de fazer qualquer correlação entre o tamanho dos núcleos e o tamanho das gotículas.

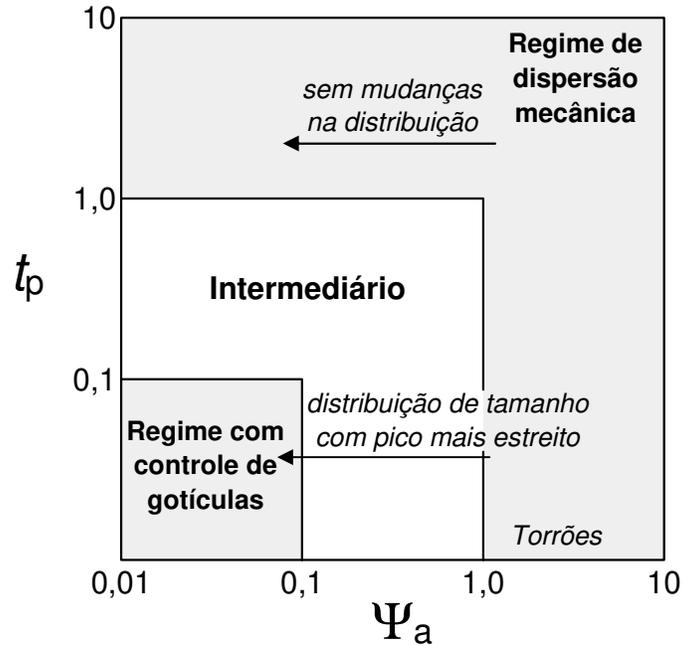


Figura 2.4: Mapa de regime de nucleação (HAPGOOD *et al.*, 2003).

2.2.4 Crescimento dos grânulos

IVESON *et al.* (2001b) descreveram que o tipo de crescimento dos grânulos é função do índice de saturação dos poros e do nível de deformação proveniente do impacto entre as partículas. Esses autores fizeram um mapeamento do regime de crescimento, apresentado pela Figura 2.5, utilizando o índice máximo de saturação dos poros (s_{\max}) e o número de deformação (St_{def}), que são descritos pelas equações 2.4 e 2.5.

$$s_{\max} = \frac{w \rho_s (1 - \varepsilon_{\min})}{\rho_{liq} \varepsilon_{\min}} \quad [2.4]$$

Em que 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.

$$St_{def} = \frac{\rho_g U_c^2}{2Y_g} \quad [2.5]$$

Em que ρ_g é a densidade do grânulo, U_c é a velocidade efetiva de colisão das partículas no granulador e Y_g é a tensão de cisalhamento (*dynamic yield stress*) da estrutura do grânulo.

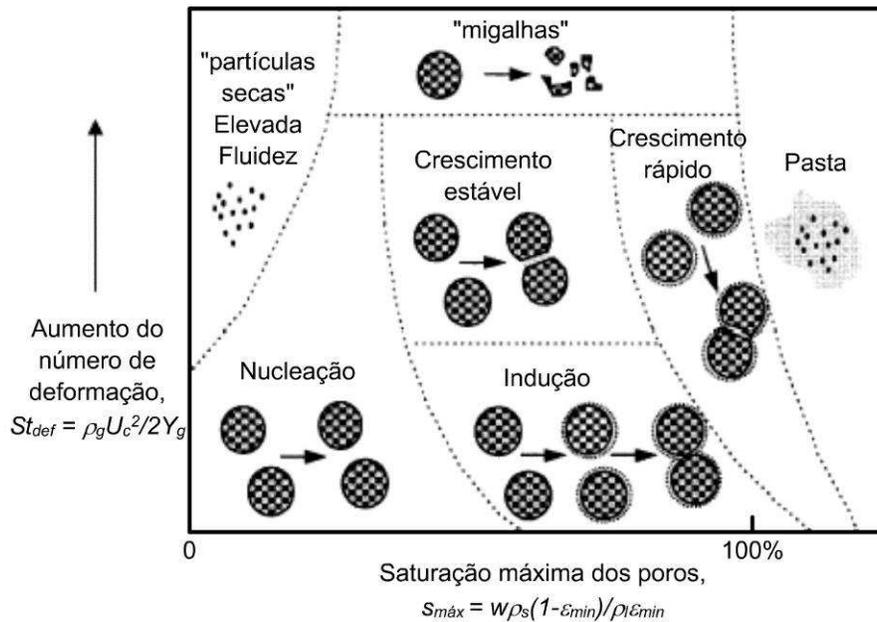


Figura 2.5: Mapa de regime de crescimento dos grânulos (IVESON *et al.*, 2001b).

O regime de nucleação ocorre quando se utilizam pequenos índices de saturação. Nesse 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.

2.3 AGLOMERAÇÃO EM LEITO FLUIDIZADO

A adesão entre partículas durante a aglomeração em leito fluidizado é normalmente realizada por pontes ligantes, que podem ser formadas pela adição de uma solução ligante

ou pelo umedecimento superficial das partículas, utilizando-se aspersão de água. Em ambos os casos, a eficiência do processo depende dos parâmetros operacionais (LITSTER, 2003 e MORT, 2005) e das propriedades do sólido particulado (PALZER, 2009). Por exemplo, de acordo com PONT *et al.* (2001), o aumento da força de adesão da solução na superfície sólida depende, principalmente, do ângulo de contato entre o líquido e a superfície sólida da partícula, tensão superficial do líquido, tamanho das partículas e volume de líquido que constitui a ponte de ligação. Esses autores realizaram uma série de experimentos que tiveram por finalidade investigar os efeitos das propriedades físico-químicas, tais como a viscosidade e a molhabilidade de líquidos ligantes em superfícies de partículas sólidas ao longo do tempo de processo. Para cada batelada, foi utilizado 2 kg de partículas sólidas, fixando-se a temperatura do ar fluidizante em 50 °C, a vazão de ligante em 160 g/h e a vazão de ar no atomizador em 0,64 m³/h. O uso de soluções de Carboxi-Metil-Celulose (CMC) como ligante em diferentes concentrações levou ao estudo da influência da viscosidade da solução na aglomeração. O efeito da tensão superficial foi investigado pela adição de diferentes concentrações de um surfactante à solução ligante. O efeito do ângulo de contato foi também estudado pelo uso de partículas não-hidrofóbicas, parcialmente hidrofóbicas e partículas totalmente hidrofóbicas. Desta forma, esses autores também verificaram que os parâmetros interfaciais entre partícula e líquido ligante (tensão superficial e ângulo de contato) tiveram maior efeito na granulação que a viscosidade da solução ligante. Para os sistemas que utilizaram partículas hidrofóbicas, a solução ligante foi seca e elutriada antes das etapas de coalescência e formação do grânulo.

Um processo de aglomeração em leito fluidizado é considerado controlado quando há um equilíbrio entre o umedecimento e a secagem das partículas, tanto para os processos que utilizam aspersão de água como no caso da atomização de ligantes. Desta forma, diversos estudos destacaram que as variáveis: vazão de ligante, temperatura do ar fluidizante, vazão/velocidade de fluidização e umidade relativa no interior do leito produzem grande influência na eficiência do processo e nas características do produto final. Por exemplo, HEMATI *et al.* (2003) estudaram os principais efeitos das variáveis de processo durante a granulação e recobrimento de partículas de sílica em leito fluidizado. Os resultados obtidos mostraram que o aumento da umidade relativa do ar no leito, que

depende da vazão de ar e da vazão de líquido atomizado, favorece o processo de aglomeração principalmente para valores superiores a 40%. O decréscimo do tamanho das gotículas atomizadas, devido ao aumento da vazão de ar no bico aspersor, permitiu um recobrimento homogêneo da superfície dos sólidos. Esses autores também observaram que para partículas com tamanho inicial superior a 300 μm , a taxa de aglomeração é atenuada e o mecanismo de recobrimento de partículas passa a ser priorizado. Quando se utilizou partículas mais finas, a aglomeração de partículas passou a constituir a principal dinâmica do sistema. A aspersão do líquido ligante sobre partículas porosas foi caracterizada por um período inicial de não-crescimento, decorrente da deposição do ligante no interior dos poros. Após este período, as partículas voltaram a crescer do mesmo modo que quando se utilizou partículas não-porosas.

A relação entre as variáveis de secagem e o aumento de tamanho de partículas também foram identificadas por YU *et al.* (1999), que 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 ocorresse 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, a velocidade de fluidização, a temperatura do ar fluidizante, e, por outro lado, quando se aumenta a vazão de líquido atomizado. Para o carboximetilcelulose, o aumento de tamanho dos grânulos ocorreria principalmente por aglomeração e as principais variáveis que influenciaram no processo foram as vazões de líquido e de ar atomizado.

Um maior detalhamento da influência das zonas de secagem e umedecimento foi realizado por JIMÉNEZ *et al.* (2006), em que esses autores fizeram um estudo da distribuição de temperatura no interior de um leito fluidizado cônico, durante processos de aglomeração por aspersão. Os autores identificaram a existência de três zonas térmicas no leito fluidizado, como mostra a Figura 2.7: (i) A *zona de umedecimento*, localizada na região próxima ao bico aspersor, apresenta baixa temperatura e elevada umidade. Nessa região ocorre umedecimento das partículas pelo líquido atomizado e evaporação do solvente, que resultam na formação de gradiente de temperatura entre o centro e as paredes

do leito. (ii) A *zona isotérmica* localiza-se próximo às paredes do leito e ao redor da zona de umedecimento. Nesta região há um equilíbrio entre as taxas de transferência de calor e de massa e a temperatura é homogênea. (iii) A *zona de aquecimento* está situada na região acima da placa distribuidora de ar. Nesta região a temperatura do ar decresce drasticamente devido à energia absorvida pelas partículas frias, provenientes das zonas de umedecimento e isotérmicas. Os autores também verificaram que o tamanho e distribuição dessas zonas varia de acordo com os parâmetros operacionais, afetando a eficiência da aglomeração. Por exemplo, o aumento da vazão de líquido atomizado resulta no aumento da zona de umedecimento (HEINRICH *et al.*, 2003). O aumento da velocidade de fluidização resulta no decréscimo da zona de umedecimento, devido ao aumento da capacidade de evaporação de líquido fornecida pelo sistema. O uso de partículas mais porosas favorece a transferência de calor, devido à elevada superfície específica das partículas, e resulta em menores zonas de umedecimento (SALEH, 1998 e SMITH e NIENOW, 1982 *apud* JIMÉNEZ *et al.* 2006)

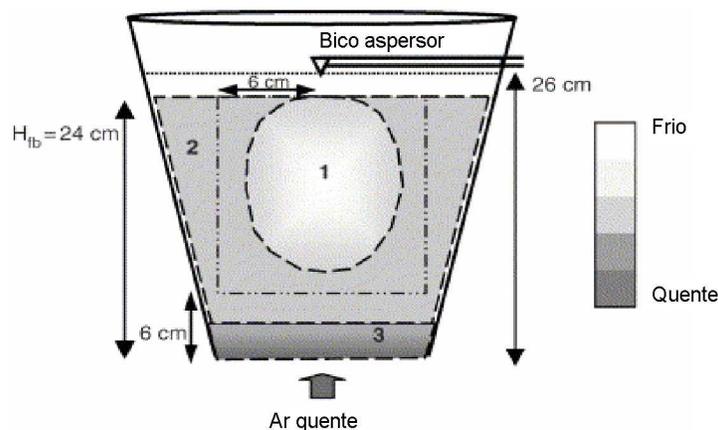


Figura 2.6: Zonas térmicas presentes no leito fluidizado cônico: 1. Zona de umedecimento, 2. Zona isotérmica, 3. Zona de aquecimento (JIMÉNEZ *et al.*, 2006).

O efeito da umidade relativa do ar na aglomeração também foi destacado por DACANAL (2005). Esse autor estudou o processo de granulação de suco de acerola em pó em leito fluidizado. Esse autor constatou que a umidade no interior do leito fluidizado foi 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 foi 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 inicial de até 75 μm . O processo de adesão entre partículas e formação de aglomerados foi decorrente do aumento do conteúdo de umidade do produto. Desse modo, as condições de processo que acarretaram num acréscimo da umidade do leite, favoreceram o aumento de tamanho de partícula até um determinado ponto, quando, a partir de então, o aumento excessivo da umidade do leite ocasionou a saturação das partículas, formação de torrões e conseqüente colapso da fluidização. O aumento do diâmetro médio de partículas promoveu um aumento das propriedades de instantaneização do produto, reduzindo o tempo de instantaneização e o aumento da solubilidade do produto. Os fenômenos de formação de torrões e incrustação de produto ocorreram nas condições em que a zona de aspersão foi maximizada: velocidade do ar de fluidização e posição do bico aspersor, em relação à base do leite, nos níveis de processo mais baixos (0,25 m/s e 50 cm, respectivamente). As condições que favoreceram o aumento do rendimento, minimizando os índices de formação de torrões e incrustação, desaceleraram o processo de formação de grânulos. Resultados semelhantes também foram encontrados por KANG e SHIN (2004), que realizaram um estudo da otimização da granulação de leite em pó em leite fluidizado, utilizando a metodologia de superfície de resposta. Esses autores verificaram que o rendimento do processo é largamente afetado com a variação da vazão de líquido atomizado, e que o decréscimo da pressão de atomização acarreta na formação de grânulos com maior densidade. As condições ótimas de operação do leite fluidizado foram: temperatura do ar de fluidização de 60 °C, vazão de líquido atomizado de 16 ml/min e pressão de atomização de 2,1 bar. Nestas condições o rendimento do processo foi de 94%.

As condições de processo também devem ser ajustadas para que o produto final apresente tamanho uniforme e perfil de distribuição de tamanho de partículas com pequena amplitude. Desta forma, é possível eliminar as etapas de moagem e o reprocessamento dos finos, uma vez que o volume de produto gerado a partir da classificação de tamanho por peneiragem torna-se pequeno. De acordo com SCHAAFSMA *et al.* (1999), na aglomeração em leite fluidizado, a distribuição de tamanho de partículas pode ser controlada pelo

tamanho das gotículas do ligante. Os autores desenvolveram um bico aspersor capaz de produzir gotículas de tamanho uniforme e, por meio deste sistema, verificaram que a vazão de líquido e a intensidade de agitação (velocidade de fluidização) do leito interferem diretamente na distribuição de tamanho de partículas do produto final.

De modo geral, é conhecido na literatura que a aglomeração de alimentos em pó produz grânulos grossos com melhores propriedades de instantaneização (SCHUBERT, 1993; HOGEKAMP e SCHUBERT, 2003; HLA e HOGEKAMP, 1999), e os processos de aglomeração em leito fluidizado têm se mostrado adequados para produzir grânulos com estas características. Por exemplo, JINAPONG *et al.* (2008) produziram leite de soja em pó instantaneizado, em leito fluidizado, com tamanho de partículas ao redor de 260 μm . Esses autores observaram que as partículas aglomeradas possuem rápida penetração na superfície da água e maior fluidez em relação ao pó obtido por spray dryer, com tamanho médio próximo a 14,5 μm . A instantaneização por aglomeração também ocorre quando as partículas hidrofóbicas: KIMURA e TERAUCHI (1999) descreveram um método para produção de grânulos de cacau. Nesse método, a granulação do cacau em pó em um leito fluidizado foi realizada por meio da pulverização de um líquido ligante preparado pelo aquecimento do cacau em pó, ou extrato de cacau, com ou sem água, obtendo-se grânulos com teor de umidade entre 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. Já no trabalho de FUCHS *et al.* (2006) foi realizada a encapsulação de óleo vegetal por meio de maltodextrina e goma acácia em *spray dryer*. As partículas obtidas durante a secagem em spray (50 μm) foram posteriormente submetidas a um processo de aglomeração em leito fluidizado, utilizando água como líquido ligante. O produto final aglomerado, com tamanho médio de partícula próximo a 150 μm , apresentou melhor fluidez e dispersão/ emulsão em água que o obtido diretamente pela secagem em spray.

Alguns autores afirmaram que o aprimoramento da qualidade do produto pode ser atribuído às modificações estruturais, em nível de partícula, como o aumento da porosidade dos grânulos. Por exemplo, GAO *et al.* (2002) estudaram a granulação de um medicamento em pó com diminuto tamanho de partícula em leito fluidizado utilizando um planejamento

experimental fracionário 2^{4-1} . As variáveis de processo estudadas foram: temperatura e vazão do ar fluidizante, vazão de líquido ligante e pressão do ar no bico aspersor. A vazão de líquido e pressão do ar no bico aspersor foram as variáveis que apresentaram efeitos mais significativos. As principais particularidades do produto inicial eram a baixa densidade e difícil dissolução em água. Após a aglomeração, o pó apresentou maior porosidade e melhor dispersão em água que quando comparados com o material fino e o produto obtido pela aglomeração em agitadores mecânicos. Nesta mesma linha de pesquisa, RAJNIAK *et al.* (2007) estudaram o efeito das propriedades físico-químicas de soluções aquosas de hidroxipropil-celulose (HPC), a concentrações de 5, 10 e 15%, durante a cinética de aglomeração de partículas de manitol em leito fluidizado. Os autores constataram que o aumento da concentração do ligante resultou na produção de grânulos mais porosos, fenômeno atribuído ao rápido crescimento de partículas durante o processo. A Figura 2.6 mostra as partículas de manitol, fotografadas por microscopia eletrônica, e respectivas secções transversais, obtidas por tomografias de raios X, para as concentrações de HPC de 5, 10 e 15%.

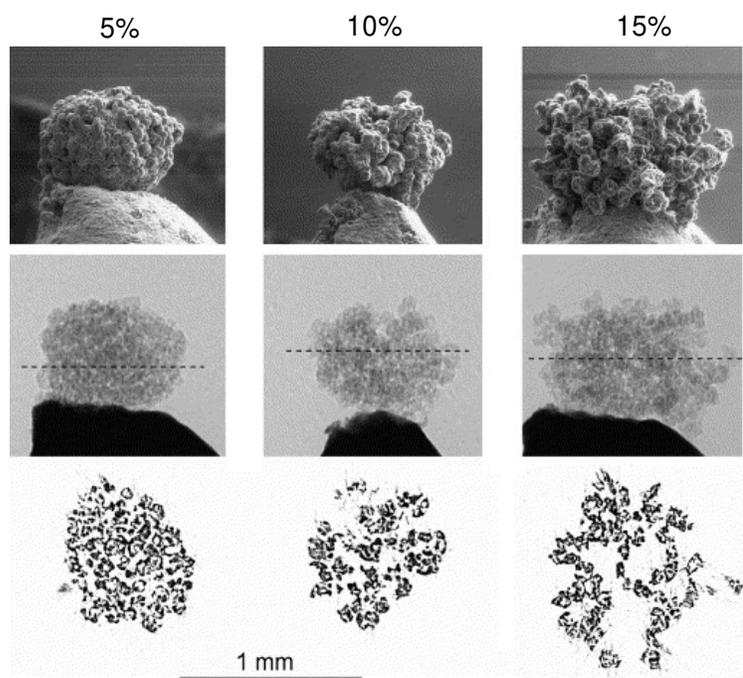


Figura 2.7: Análises morfológicas de grânulos de manitol produzidos por ligantes de HPC, às concentrações de 5, 10 e 15% (RAJNIAK *et al.*, 2007).

De modo geral, os grânulos obtidos por aglomeração em leito fluidizado apresentam elevada porosidade que possibilita a rápida penetração de líquido no seu interior, via capilaridade, resultando no decréscimo do tempo de instantaneização do produto (HLA e HOGKAMP, 1999; KNIGHT, 2001; SCHUBERT, 1993).

2.4 LEITO FLUIDIZADO PULSADO

A fluidização pulsada é um modo particular de operação do leito fluidizado em que a vazão de ar oscila periodicamente com o tempo. Este tipo de operação pode ser realizado por meio de válvulas ou dispositivos que controlam a vazão do ar fluidizante. Dentre os benefícios da fluidização pulsada, destacam-se a redução da vazão de ar e redução da formação de canais preferenciais, resultando no aumento do contato superficial entre as partículas e o ar fluidizante (MASSIMILLA *et al.*, 1966 e WONG e BAIRD, 1971, *apud* WANG e RHODES, 2005).

O conceito original de pulsação do ar consiste na variação periódica da vazão de ar entre uma fase ativa, na qual a vazão mantém-se constante, e uma fase inativa, na qual a vazão de ar é nula. O comportamento da fluidização pulsante pode ser associado a três tipos de pulsação: fluidização intermitente (baixa frequência); fluidização pistonada (frequência intermediária); e fluidização normal (alta frequência de pulsação). Segundo WONG e BAIRD, 1971, *apud* WANG e RHODES, 2005, o efeito da pulsação é mais pronunciado quando a frequência da pulsação do ar é próxima da frequência natural de oscilação do leito fluidizado.

COPPENS e VAN OMMEN (2003) apresentaram que a velocidade superficial do ar (U) na fluidização pulsada pode ser descrita pela Equação 2.6.

$$U(t) = U_o + U_s \text{sen}(2\pi ft) \quad [2.6]$$

Em que t é o tempo, f a frequência de oscilação, U_o a velocidade superficial média do ar e U_s a amplitude de oscilação da velocidade do ar.

POIRIER *et al.* (2000) afirmaram que o uso de leitos fluidizados pulsados possui uma série de vantagens em relação aos leitos convencionais, podendo-se destacar:

- Fácil fluidização de partículas irregulares ou leitos contendo partículas de distintos tamanhos;
- Início da fluidização das partículas utilizando vazão de ar cerca de 30 a 50% menor que na fluidização convencional;
- Minimização da formação de canais preferenciais;
- Fluidização de partículas frágeis;
- Menor perda de carga durante o escoamento do ar através do leito de partículas.

Entretanto, a modificação de um leito fluidizado convencional requer a instalação de sistemas mecânicos e acessórios adicionais que aumentam os custos operacionais e de investimento (REYES, *et al.*, 2007), como são os casos dos sistemas de pulsação.

Em alguns trabalhos foi constatado que o uso de sistema pulsante proporcionou o início da fluidização em menores vazões de ar, reduzindo o consumo de ar utilizado nos processos (KUDRA e MUJUMDAR, 2002; GAWRZYNSKI *et al.*, 1999; PRACHAYAWARAKORN *et al.*, 2005).

2.4.1.1 Sistemas de pulsação

A pulsação do ar fluidizante pode ser feita pelo uso de válvulas e dispositivos instalados no duto de ar, realocação do gás em diferentes seções do leito e utilização de acessórios que propiciam alterações na distribuição de ar.

KUDRA e MUJUMDAR (2002) citaram que a pulsação pode ser realizada por meio de uma válvula borboleta que gira a uma determinada velocidade angular. Neste caso, a frequência de pulsação está associada à velocidade de rotação da válvula.

PRACHAYAWARAKORN *et al.* (2005) projetaram um sistema de pulsação semelhante ao funcionamento da válvula borboleta, utilizando duas placas de metal que giram no interior do duto de ar (Figura 2.8b). A implantação do sistema de pulsação resultou em uma diminuição do consumo de energia durante a secagem de arroz, sendo necessário o uso de menores vazões de ar para fluidizar os grãos.

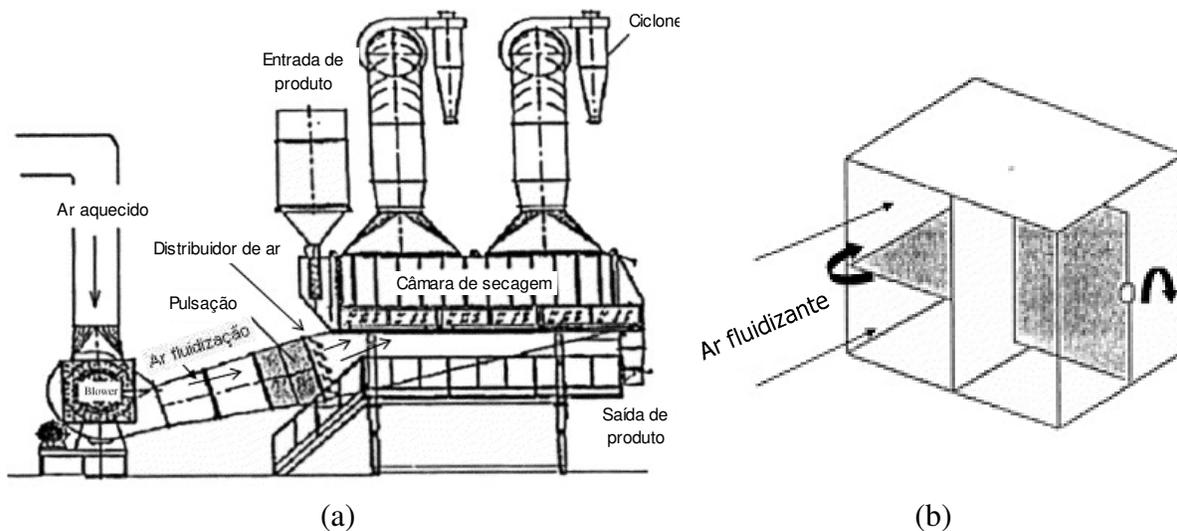


Figura 2.8: Secador leito fluidizado pulsado (PRACHAYAWARAKORN *et al.*, 2005).

O sistema de pulsação desenvolvido por ZHANG e KOKSAL (2006) foi projetado utilizando uma válvula solenóide (Figura 2.9). Neste caso, a frequência de pulsação foi obtida por meio da frequência de energização da válvula, que se abre quando acionada eletronicamente.

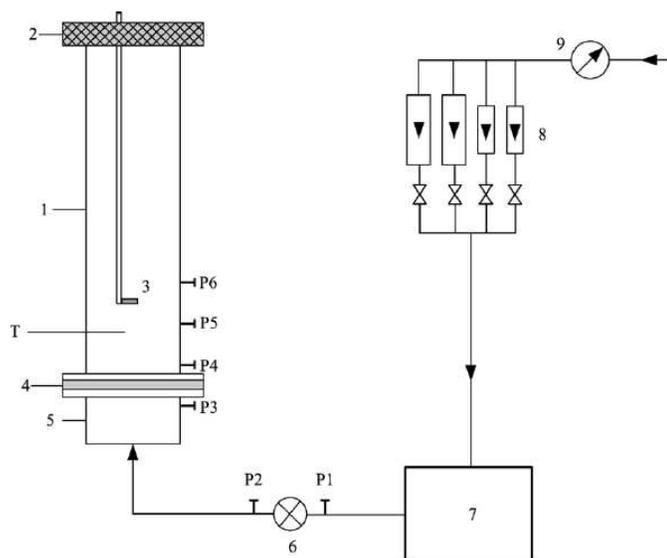


Figura 2.9: Leito fluidizado pulsado com válvula solenóide (ZHANG e KOKSAL, 2006): (1) leito fluidizado, (2) filtro, (3) resistências termoeletricas, (4) placa distribuidora de ar, (5) câmara de equalização, (6) válvula solenóide, (7) surge tank, (8) medidores de vazão, (9) regulador de pressão, P1 a P6: medidores de pressão, T: termopares.

Nos trabalhos de GAWRZYNSKI *et al.* (1999); GAWRZYNSKI e GLASER (1996); e NITZ e TARANTO (2007) o sistema de pulsação foi projetado utilizando uma válvula, com ângulo de abertura de 90°, que distribui o gás em diferentes seções da placa distribuidora de ar (Figura 2.10). Durante a secagem de grãos de feijão, NITZ e TARANTO (2007) verificaram que a velocidade mínima de fluidização é menor em leito convencional que com o uso do sistema de pulsação. Entretanto, para uma determinada velocidade do ar, a queda de pressão no leito pulsado é menor que no leito convencional, implicando em um menor consumo de energia durante o bombeamento do ar.

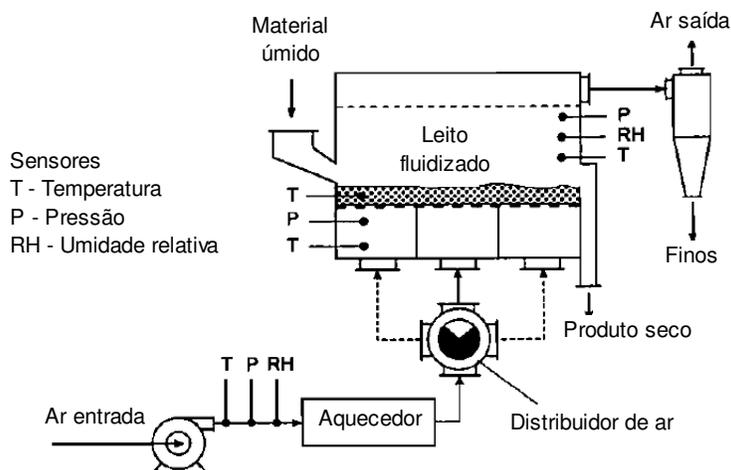


Figura 2.10: Leito fluidizado pulsado com múltiplas seções (GAWRZYNSKI *et al.*, 1999)

O funcionamento do leito fluidizado pulsado desenvolvido por REYES *et al.* (2007) foi baseado na rotação de um disco perfurado, localizado abaixo da placa distribuidora de ar de um leito circular, que propicia a distribuição do ar pela abertura do disco durante a rotação (Figura 2.11). A velocidade de rotação do disco determina a frequência de pulsação do leito.

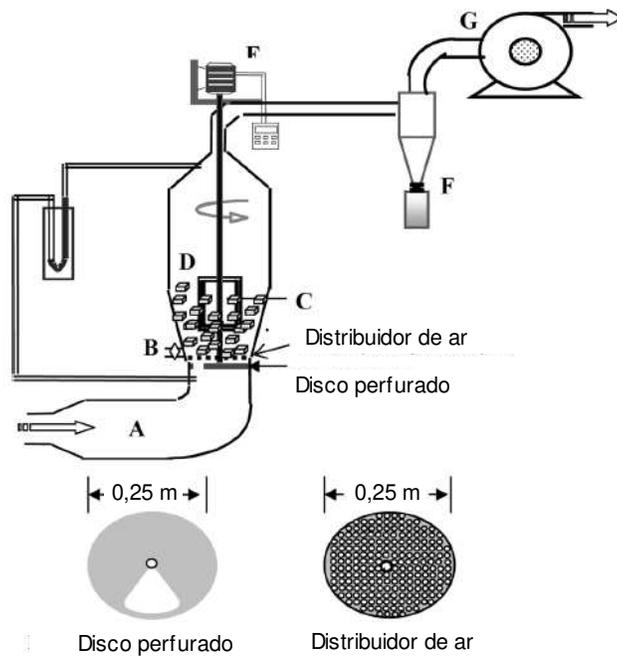


Figura 2.11: Leito fluidizado pulsado rotativo (REYES *et al.*, 2007).

REYES *et al.* (2006) projetaram um sistema de pulsação utilizando um cilindro perfurado que gira horizontalmente e proporciona a pulsação do ar fluidizante (Figura 2.12). Os autores constataram que a taxa de secagem de sementes de nabo foi maior utilizando o sistema pulsado, que quando comparada com a secagem em leito fluidizado convencional, evidenciando uma melhor agitação das partículas durante a fluidização pulsante.

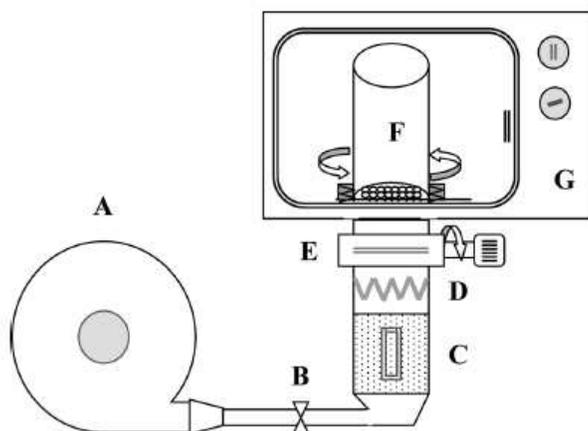


Figura 2.12: Leito fluidizado pulsado de cilindro perfurado (REYES *et al.*, 2006). Ventilador (A), válvula (B), sílica gel (C), aquecedor (D), sistema de pulsação (E), Câmara (F) e sistema de microondas (G).

2.4.1.2 Efeitos da pulsação na fluidodinâmica do leito

KUDRA *et al.* (2002) constataram que a queda de pressão no leito, durante a fluidização de borra de papel, é menor quando se utiliza menor frequência de pulsação. Na Figura 2.13, observa-se que, para um mesmo volume de sólidos (H_{st}), a queda de pressão no leito decresce quando a frequência de pulsação diminui de 10 Hz para 5 Hz. Esse mesmo fenômeno foi observado no estudo de REYES *et al.* (2007), para a fluidização de fatias de batata (Figura 2.14).

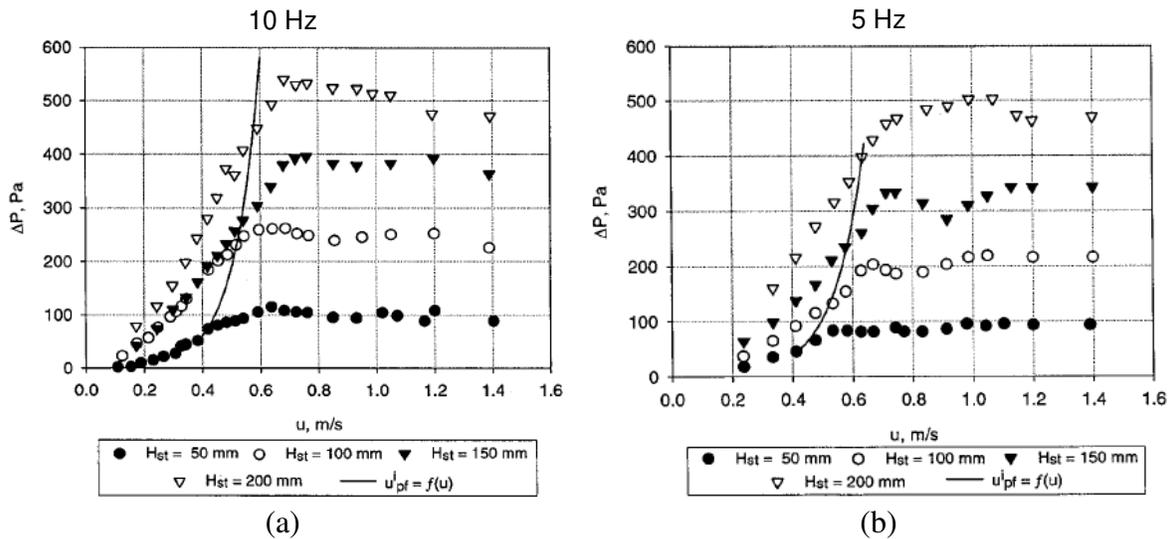


Figura 2.13: Queda de pressão em função da velocidade do ar, em leito fluidizado pulsado em frequências de (a) 10Hz e (b) 5 Hz, para a fluidização de borra de papel (KUDRA *et al.*, 2002).

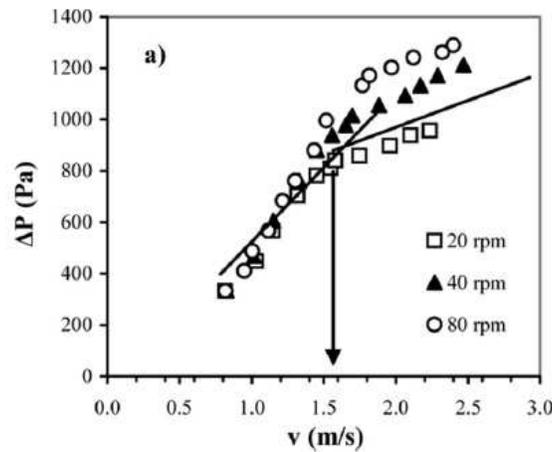


Figura 2.14: Queda de pressão em função da velocidade do ar, em diferentes frequências de pulsação, para a fluidização de fatias de batata a umidade de 80% (b.s.) (REYES *et al.*, 2007).

ZHANG e KOKSAL (2006) verificaram que a altura do leito, durante a fluidização de partículas de vidro, oscila quando se altera a frequência de pulsação (Figura 2.15). Em baixas frequências de pulsação, a amplitude do deslocamento das partículas, ou altura do leito, é maior que quando se utiliza maiores frequências. Segundo os autores, este

fenômeno ocorre porque, em baixas frequências de pulsação, o período em que a válvula permanece fechada é maior, e uma grande quantidade de gás se acumula no duto de entrada. Assim, quando a válvula torna a se abrir, uma grande quantidade de gás é introduzida no leito, deslocando as partículas a uma maior amplitude e, conseqüentemente, aumentando a altura do leito fluidizado.

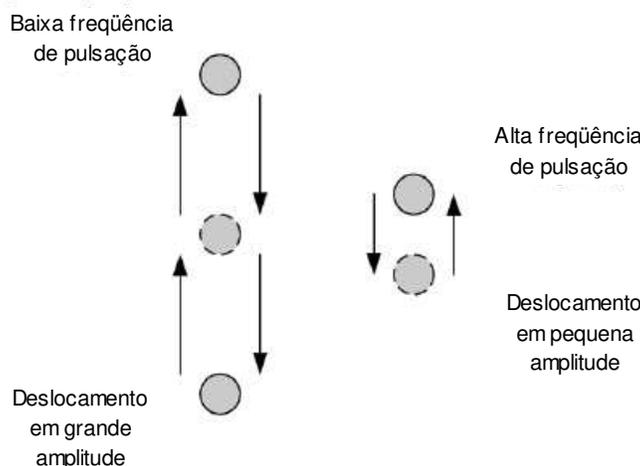


Figura 2.15: Amplitude do deslocamento das partículas em altas e pequenas frequências de pulsação (ZHANG e KOKSAL, 2006).

2.5 PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E MECÂNICAS DOS GRÂNULOS

2.5.1 Instantaneização

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

- Embebição: Que corresponde à penetração do líquido para o interior da estrutura porosa devido à capilaridade. A facilidade com 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 a estas quatro etapas são usualmente denominadas de propriedades de instantaneização. Ao se adicionar uma camada de pó sobre um líquido, todas as etapas devem ser completadas em poucos segundos, caso o produto possua boas propriedades de instantaneização (HOGEKAMP e SCHUBERT, 2003). As propriedades instantâneas também podem ser aumentadas adicionando-se agentes dispersantes, como emulsificantes e tensoativos. Entretanto, para produtos alimentícios, a maioria destas substâncias é de uso proibido ou restrito.

2.5.2 Fluidiez

O nível de fluidez de um material particulado depende e das combinações das condições ambientes (temperatura e umidade) e das propriedades físicas e morfológicas do produto (TURCHIULI *et al.*, 2005).

A fluidez, ou facilidade em que um determinado material particulado escoar, pode ser estimada por simples correlações. Os índices de Hausner (HR) (Eq. 2.7) e de Carr (I_{Carr}) (Eq. 2.8) são calculados utilizando-se relações entre os termos de densidade do leito (ρ_b) e densidade do leito compactado (ρ_t), como mostram as Tabelas 2.1 e 2.2.

$$HR = \frac{\rho_t}{\rho_b} \quad [2.7]$$

$$I_{Carr} = \frac{(\rho_t - \rho_b)}{\rho_t} \quad [2.8]$$

Tabela 2.1: Relação entre o índice de Hausner e o nível de fluidez.

HR	Nível de fluidez
HR < 1,2	Escoa livremente
1,2 < HR < 1,4	Intermediário
HR > 1,4	Coesivo

Tabela 2.2: Relação entre o índice de Carr e o nível de fluidez.

I_{Carr} (%)	Nível de fluidez
<15	Escoa livremente
15-20	Bom escoamento
20-35	Moderado
35-45	Coesivo
>45	Muito coesivo

2.5.3 Fragilidade

Durante a movimentação ou o manuseio de pós ou aglomerados, as partículas contidas no leito estão submetidas à ação de tensões de cisalhamento e choques promovidos pela colisão entre partículas. No manuseio de grânulos frágeis, a fricção resulta na quebra estrutural das partículas, formando finos e modificando as características do produto. Nestes casos faz-se necessário remover as partículas de pequeno tamanho a fim de re-obter as propriedades desejáveis do produto, quando aglomerado (TURCHIULI *et al.*, 2005).

A fragilidade é caracterizada pela capacidade das partículas se romperem quando submetidas à fricção. Embora existam diversos mecanismos para quantificar a fragilidade de um material particulado, não há um teste padrão para se determinar o índice de fragilidade. Alguns dos testes utilizados são baseados no percentual de redução de tamanho de partículas obtido durante um determinado período de agitação.

2.5.4 Dureza

O método mais simples para se determinar a dureza de grânulos é submetê-los a testes de compressão (BIKA *et al.*, 2001). A dureza é calculada pela relação entre a força necessária à ruptura dos grânulos e a área de secção transversal da amostra. Entretanto, durante a compressão de grânulos frágeis, as pontes ligantes normalmente se quebram em tensões muito inferiores à verdadeira tensão de ruptura do grânulo, dificultando a determinação da dureza da partícula. Neste caso é necessário utilizar testes que aplicam tensões normais e de cisalhamento, simultaneamente, e então avaliar os resultados com o auxílio de análises microscópicas.

2.5.5 Morfologia

As imagens obtidas por microscopia podem ser analisadas numericamente utilizando-se programas computacionais que, por meio de cálculos, fazem a descrição bidimensional (2D) da superfície das partículas (TURCHIULI *et al.*, 2005).

A superfície 2D de uma partícula irregular pode ser avaliada quando se adota como referência um disco perfeito. Deste modo, os desvios em relação à norma podem indicar que a partícula apresenta uma silhueta mais alongada ou um maior grau de rugosidade, por exemplo. Deve-se ressaltar, que o tamanho das partículas ou a posição da partícula na imagem não devem influenciar o mecanismo de descrição das superfícies 2D. Portanto, as amostragens devem ser realizadas por um método padronizado e as análises de imagem devem utilizar um número total de partículas estatisticamente representativo (SOUZA, 2007).

O diâmetro equivalente dp_{eq} de uma partícula, por exemplo, pode ser determinado pela área projeção S da silhueta de uma partícula (TURCHIULI *et al.*, 2005):

$$dp_{eq} = 2(A_p/\pi)^{1/2} \quad [2.9]$$

A circularidade C pode ser determinada associando-se o perímetro P da silhueta à área de projeção A_p (TURCHIULI *et al.*, 2005):

$$C = \frac{4\pi A_p}{P^2} \quad [2.10]$$

A circularidade caracteriza tanto a alongação quanto a irregularidade (rugosidade) da partícula. As partículas mais alongadas ou irregulares possuem menores valores de C (Tabela 2.3).

Tabela 2.3: Caracterização dos tipos de superfície das partículas em relação a circularidade.

Circularidade	Característica
$0,8 < C < 1$	Circular
$0,5 < C < 0,8$	Alongada
$C < 0,5$	Angular

2.6 CONCLUSÕES

As pesquisas publicadas desde RUMPF (1958) até ENNIS (1996) englobam as teorias fundamentais do processo de aglomeração e ligação entre partículas, além da elaboração de processos e desenvolvimento de equipamentos. No período contido entre os trabalhos de IVESON *et al.* (2001a) e MORT (2005), observa-se um aumento do número de publicações científicas, relacionados à elaboração de modelos matemáticos e reformulação dos mecanismos de ligação entre partículas, que permitiram o melhor entendimento da dinâmica do processo de aglomeração por meio de ensaios de simulação computacional. A partir de então, desde TURCHIULI *et al.* (2005), as pesquisas em aglomeração destacam grande interesse no entendimento das alterações na morfologia com o aumento de tamanho de partículas. As contribuições científicas sobre o uso da pulsação do ar fluidizante concentram-se nos temas de secagem e alterações na fluidodinâmica de sólidos particulados e, até o presente momento, não há indícios na literatura de aplicações destes sistemas em processos de aglomeração.

2.7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BIKA D.G., GENTZLER M., MICHAELS J.N., Mechanical properties of agglomerates, **Powder Technology**, v. 117, n. 1-2, p. 98-112, 2001
- COPPENS M.O., VAN OMMEN J.R., Structuring chaotic fluidized beds, **Chemical Engineering Journal**, v. 96, p. 117, 2003.
- DACANAL G. C., Estudo da granulação de suco de acerola desidratado em leito fluidizado, **Dissertação de Mestrado**, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, SP, Brasil, D115e, 2005.
- ENNIS B.J., Agglomeration and size enlargement Session summary paper, **Powder Technology**, v. 88, p. 203-225, 1996.

- FUCHS M., TURCHIULI C., BOHIN M., CUVELIER M.E., ORDONNAUD C., PEYRAT-MAILLARD M.N., DUMOULIN E., Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidised bed agglomeration, **Journal of Food Engineering**, v. 75, p. 27-35, 2006.
- GAO J.Z.H., JAIN A., MOTHERAM R., GRAY D.B., HUSSAIN M.A., Fluid bed granulation of a poorly water soluble, low density, micronized drug: comparison with high shear granulation, **International Journal of Pharmaceutics**, v .237, p. 1-14, 2002.
- GAWRZYNSKI Z., GLASER R., Drying in a pulsed-fluid bed with relocated gas stream, **Drying Technology**, v. 14 (5), p. 1121–1172, 1996.
- GAWRZYNSKI Z., GLASER R., KUDRA T., Drying of powdery materials in a pulsed fluid bed dryer, **Drying Technology**, v. 17 (7,8), p. 1523-1532, 1999.
- HAPGOOD K. P., LITSTER J. D., SIMON R. B., HOWES T., Drop Penetration into Porous Powder Beds, **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 253, n.2, p.353-366, 2002.
- HAPGOOD K.P., LITSTER J.D., SMITH R., Nucleation regime map for liquid bound granules, **AIChE Journal**, v. 49, n. 2, p. 350-361, 2003.
- HEINRICH S., BLUMSCHEIN J., HENNEBERG M., IHLOW M., MÖRL L., Study of dynamic multi-dimensional temperature and concentration distributions in liquid-sprayed fluidized beds, **Chemical Engineering Science**, v. 58, pp. 5135-5160, 2003.
- HEMATI M., CHERIF R., SALEH K., PONT V., Fluidized bed coating and granulation: Influence of process-related variables and physicochemical properties on the growth kinetics, **Powder Technology**, v. 130, n. 1-3, p.18-34, 2003.

- HLA P.K., HOGEKAMP S., Wetting behaviour of instantized cocoa beverage powders. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 34, p. 335-342, 1999.
- HOGEKAMP S., SCHUBERT H., Rehydration of food powders, **Food Science and Technology International**, v. 9, n. 3, p. 223-235, 2003.
- IVESON S.M., LITSTER J.D., HAPGOOD K., 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, 2001a.
- IVESON S.M., WAUTERS P.A.L., FORREST S., LITSTER J.D., MEESTERS G.M.H., SCARLETT B., Growth regime map for liquid-bound granules: Further development and experimental validation, **Powder Technology**, v. 117, n. 1-2, p. 83-97, 2001b.
- JIMÉNEZ T., TURCHIULI C., DUMOULIN E., Particles agglomeration in a conical fluidized bed in relation with air temperature profiles, **Chemical Engineering Science**, v. 61, p. 5954-5961, 2006.
- JINAPONG N., SUPHANTHARIKA M., JAMNONG P., Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration, **Journal of Food Engineering**, v. 84, p. 194-205, 2008.
- KANG H.AH, SHIN M.G., 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).
- 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, p. 14-25, 2001.

- KUDRA T., GAWRZYNSKI Z., GLASER R., STANISLAWSKI J. e POIRIER M.,
Drying of pulp and paper sludge in a pulsed fluid bed dryer, **Drying Technology**, v.
20:4, p. 917 – 933, 2002.
- KUDRA T., MUJUMDAR A., **Advanced Drying Technologies**, Marcel Dekker: New
York, p. 459, 2002.
- LITSTER J.D., Scaleup of wet granulation processes: science not art, **Powder Technology**,
v. 130, n. 1-3, p. 35-40, 2003.
- MORT P.R., Scale-up of binder agglomeration processes, **Powder Technology**, v. 150, n.
2, p. 86-103, 2005.
- NITZ M., TARANTO O.P., Drying of beans in a pulsed fluid bed dryer: Drying kinetics,
fluid-dynamic study and comparisons with conventional fluidization, **Journal of
Food Engineering**, v. 80, p. 249–256, 2007.
- PALZER S., Influence of material properties on the agglomeration of water-soluble
amorphous particles, **Powder Technology**, *article in press*, 2008.
- PIETSCH W., An interdisciplinary approach to size enlargement by agglomeration.
Powder Technology, v. 130, n. 1-3, p. 8-13, 2003.
- PONT V., SALEH K., STEINMETZ D., HÉMATI M., Influence of the physicochemical
properties on the growth of solid particles by granulation in fluidized bed, **Powder
Technology**, v. 120, n. 1-2, p. 97-104, 2001.
- POIRIER M., KUDRA T., PLATON R., Drying of vegetables in a pulsed fluid-bed dryer.
Newsletter No 3, 2000, Disponível em: [http://www.caddet.org/public/uploads
/pdfs/newsletter/003_04.pdf](http://www.caddet.org/public/uploads/pdfs/newsletter/003_04.pdf)
- PRACHAYAWARAKORN S., TIA W., POOPAIBOON K., SOPINRONNARIT S.,
Comparison of performances of pulsed and conventional fluidized bed dryers,
Journal of Stored Products Research, v. 41 (5), p. 479–497, 2005.

- RAJNIAK P., MANCINELLIA C., CHERNA R.T., STEPANEK F., FARBERA L., HILL B.T., Experimental study of wet granulation in fluidized bed: Impact of the binder properties on the granule morphology, **International Journal of Pharmaceutics**, v. 334, p. 92-102, 2007.
- REYES A., CAMPOS C., VEGA R., Drying of turnip seeds with microwaves in fixed and pulsed fluidized beds, **Drying Technology**, v. 24, p. 1469–1480, 2006.
- REYES A., MOYANO P., PAZ J., Drying of Potato Slices in a Pulsed Fluidized Bed, **Drying Technology**, v. 25, p. 581–590, 2007.
- RUMPF H., The strength of granules and agglomerates, **Agglomeration, Interscience**. Nova York, p. 379-410, 1958.
- SCHAAFSMA S.H., KOSSEN N.W. F., Effects and Control of Humidity and Particle Mixing in Fluid-Bed Granulation, **Particle Technology and Fluidization, AIChE Journal**, v. 45, p. 1202-1210, 1999.
- SCHUBERT H., Principles of Agglomeration. **International Chemical Engineering**, v. 21, n. 3, p. 363-377, 1981.
- 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., Instantization of Powdered Foods, **International Chemical Engineering**, v. 33, n. 1, p. 28-45, 1993.
- SOUZA D.O.C., Granulação de alimentos: caracterização morfológica das partículas e modelagem matemática do processo, **Dissertação de Mestrado**, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, SP, Brasil, So89g, 2007.

- TURCHIULI C., ELOUALIA Z., MANSOURI N., DUMOULIN E., Fluidised bed agglomeration: Agglomerates shape and end-use properties, **Powder Technology**, v. 157, p. 168-175, 2005.
- 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.
- WANG X.S., RHODES M.J., Using pulsed flow to overcome defluidization, **Chemical Engineering Science**, v. 60, p. 5177-5181, 2005.
- 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.
- ZHANG D., KOKSAL M., Heat transfer in a pulsed bubbling fluidized bed, **Powder Technology**, v. 168, p. 21–31, 2006.

Capítulo 3

DESCRIÇÃO DOS MÉTODOS E EQUIPAMENTOS

3.1 INTRODUÇÃO

Os métodos e equipamentos utilizados para a realização dos experimentos contidos nesta tese estão descritos neste capítulo. Os ensaios de aglomeração foram realizados utilizando-se um leito fluidizado, operado em batelada. A fim de avaliar as transformações físico-químicas e morfológicas durante a aglomeração, os produtos aglomerados foram comparados com a matéria-prima inicial por meio dos testes de diâmetro médio e distribuição de tamanho de partículas, tempo de instantaneização, solubilidade, morfologia e conteúdo de umidade. Os materiais e as condições operacionais de cada estudo estão apresentados separadamente nos capítulos 4, 5 e 6.

3.2 CARACTERIZAÇÃO DOS SÓLIDOS PARTICULADOS

Para a caracterização das partículas sólidas que constituem a matéria-prima e o produto aglomerado, foi realizada a coleta de material em diferentes regiões na superfície do pó, de maneira a evitar variações em função da amostragem. Em cada análise foram realizadas no mínimo três repetições, conforme a reprodutibilidade do método utilizado.

3.2.1 Teor de umidade

O teor de umidade das amostras foi determinado utilizando-se a metodologia da norma AOAC Official Method 920.151 (1995). As amostras de pó, com peso entre 3 e 4 g,

foram colocadas em pesa-filtros e secas em estufa a vácuo, a 60 °C e sob pressão ≤ 100 mmHg (13,3 kPa), até o peso tornar-se constante.

3.2.2 Solubilidade

Baseando-se no método padrão para medir a dissolução de alimentos em pó na indústria alimentícia (NIRO, 2005), desenvolveu-se um teste de solubilidade para a determinação da cinética de dissolução de alimentos em pó, quando adicionados sobre a superfície da água. O teste de solubilidade baseia-se na determinação da porcentagem de material não-solubilizado em 1 minuto de agitação. A Figura 3.1 mostra o esquema do dispositivo utilizado no teste de solubilidade. Adicionou-se cerca de 5 g de amostra em um recipiente contendo 500 ml de água a 27 °C em agitação, mantendo a altura do vórtice em 30 mm. Finalizado o período de 1 minuto de agitação, filtrou-se a solução em papel de filtro e determinou-se o percentual de material não-solubilizado retido no filtro, após a secagem em estufa.

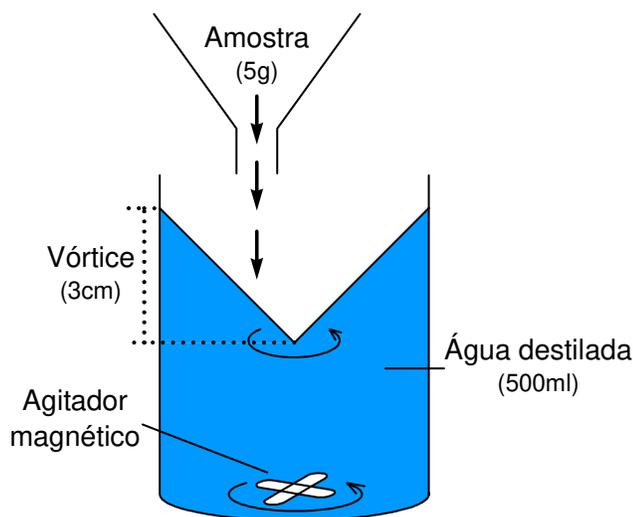


Figura 3.1: Esquema do dispositivo utilizado para o teste de solubilidade.

3.2.3 Tempo de instantaneização

O tempo de instantaneização (t_i) é o tempo necessário para a submersão de todas as partículas após serem colocadas sobre a superfície de um líquido. As figuras 3.2 e 3.3 mostram o dispositivo construído com base no esquema apresentado por HOGKAMP e

SCHUBERT (2003). O aparelho consiste de um recipiente de 80 cm³ para o líquido e um compartimento para a amostra de pó, localizado 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.

A determinação do tempo de instantaneização foi realizada por meio dos seguintes passos: (i) Preenche-se o recipiente reservado para o líquido com cerca de 80 ml de água destilada, a uma temperatura entre 27 e 29 °C, e tampa-se o reservatório com a lâmina presa ao sistema elástico. (ii) Então, pesa-se 3g de amostra e a distribui sobre a superfície da lâmina. (iii) Todo o conjunto é então colocado, por alguns segundos, sobre uma superfície vibratória para uniformizar a camada de partículas sobre a lâmina. (iv) 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 ou pela função filmagem de uma câmera digital. (v) O teste finaliza quando ocorre a imersão completa da camada de partículas, ou formação de uma camada estável de sobrenadante. As análises qualitativas de comparação dos tempos de instantaneização entre as amostras foram realizadas a partir das fotografias obtidas nos intervalos de 0; 1; 2; 5; 10; 60 e 300 segundos, utilizando-se a função filmagem de uma câmera digital (Kodak EasyShare DX4530) e posterior processamento dos vídeos utilizando o software Windows Movie Maker (v5.1, Microsoft).

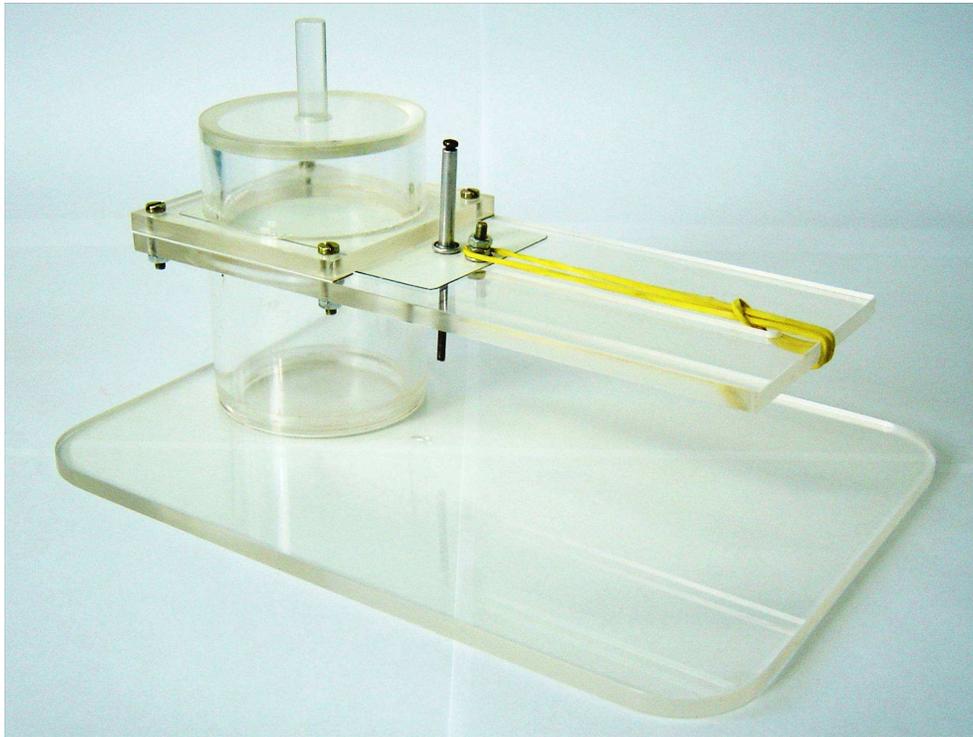


Figura 3.2: Fotografia do instantaneizador

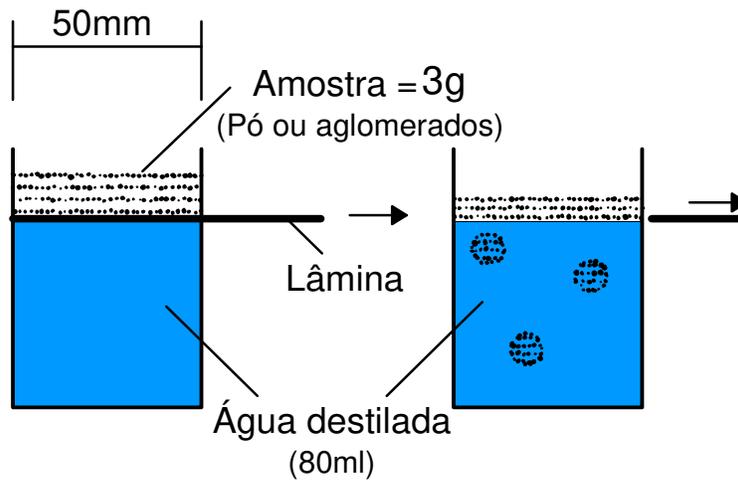


Figura 3.3: Esquema do aparelho utilizado para determinar o tempo de instantaneização.

3.2.4 Análises de imagem e morfologia

A morfologia das partículas foi obtida por meio de análises de imagem por microscopia. As partículas dos produtos analisados foram distribuídas sobre uma lâmina de vidro e observadas por um estereomicroscópio (Citoval 2, Zeiss, Germany), o qual é equipado com uma câmera digital (Kodak EasyShare DX4530). As partículas foram então fotografadas em formato colorido (RGB), com tamanho de 2580 x 1932 pixels. O foco das imagens foi ajustado manualmente a fim de fornecer uma boa definição da silhueta das partículas. Para se obter uma amostragem estatisticamente significativa, utilizou-se um número mínimo de 500 partículas (SOUZA, 2007). As imagens capturadas foram tratadas, analisadas e os parâmetros de forma 2D, que descrevem a silhueta das partículas, foram determinados pelo software IMAGEJ v.1.40 (National Institutes of Health, USA). Primeiramente, as imagens coloridas foram convertidas em modo escala de cinza (8-bit), realizando-se os ajustes de brilho e contraste, quando necessário. Após esta etapa, a silhueta das partículas foi realçada utilizando-se os seguintes filtros de imagem:

- *Threshold*: os níveis de escala de cinza foram transformados em modo binário (preto e branco);
- Eliminação das partículas em contato com a borda da imagem;
- *Dilate*: o contorno das partículas foi expandido em 1 pixel;
- *Close*: os espaços vazios (buracos) ou imperfeições presentes na superfície das partículas foram fechados;
- *Holes filling*: Preenchimento dos espaços vazios no interior das partículas;
- *Erode*: as superfícies das partículas reduzem em 1 pixel, voltando ao tamanho original;
- Exclusão manual das partículas defeituosas e imperfeições, quando necessário.

O software IMAGEJ faz a medida da área de projeção 2D (A_p), perímetro (P) e mínimo (F_{\min}) e máximo diâmetros de Feret (F_{\max}) das partículas. Utilizando-se estas medidas, fez-se o cálculo dos parâmetros de forma mais frequentemente usados, descritos pelas equações 3.1 a 3.4 (RUSS, 1994).

$$\text{Circularidade} = \frac{4\pi A_p}{P^2} \quad [3.1]$$

$$\text{Arredondamento} = \frac{4A_p}{\pi F_{\max}^2} \quad [3.2]$$

$$\text{Elongação} = \frac{F_{\max}}{F_{\min}} \quad [3.3]$$

$$\text{Compacidade} = \frac{\sqrt{(4/\pi)A_p}}{F_{\max}} \quad [3.4]$$

3.2.5 Diâmetro médio e distribuição de tamanho de partículas

O diâmetro médio e distribuição de tamanho das partículas foram determinados por meio do diâmetro equivalente (Eq. 3.5), que é referente à área de projeção 2D das partículas. Os diâmetros equivalentes foram classificados em diferentes intervalos de tamanho, seguindo a norma ISO 565 (1990). Então, obteve-se a distribuição de tamanho utilizando-se os intervalos de tamanho entre 10 e 1180 μm . As partículas com tamanho menor que 5 μm foram desconsideradas, a fim de eliminar possíveis erros gerados pelos filtros de imagem. O diâmetro médio de partículas (dp_m) foi calculado baseando-se na fração (x_i) do diâmetro de partícula (dp_{eqi}) classificado no intervalo “i”, como descrito pela equação 3.6.

$$dp_{eq} = 2\sqrt{A_p / \pi} \quad [3.5]$$

$$dp_m = \sum x_i dp_{eqi} \quad [3.6]$$

3.2.6 Densidade do leito e porosidade

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

A densidade do leito (ρ_l), ou densidade aparente, foi determinada por um

analisador de textura (modelo: TATXT2i, Stable Micro Systems, Surrey/ Inglaterra). Em cada análise, cerca de 20 g de amostra foi acondicionada em um recipiente cilíndrico de 40 mm 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 (MOHSENIN, 1970), utilizando tolueno como líquido inerte. Cerca de 5 g de amostra foram adicionadas em um balão volumétrico de 25 ml, e o volume preenchido com tolueno. Para garantir a eliminação de possíveis bolhas de ar presentes no interior e fora das partículas, utilizou-se agitação manual de pequena intensidade. A densidade do sólido ou densidade real foi obtida pela razão entre a massa e o volume de amostra.

Finalmente, a porosidade total (ε_t) foi determinada utilizando-se a Equação 3.7.

$$\varepsilon_t = 1 - \frac{\rho_l}{\rho_s} \quad [3.7]$$

3.2.7 Apresentação 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 3.8, foi utilizado para definir os intervalos de variação em torno da média dos resultados obtidos.

$$s = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2} \quad [3.8]$$

x_i = i-ésimo valor

N = Número total de repetições

\bar{x} = Média dos resultados

3.3 CÁLCULO DA UMIDADE RELATIVA DO AR NO LEITO

O ar utilizado na fluidização das partículas passa por duas etapas de condicionamento: aquecimento e umidificação (Figura 3.4). Antes de entrar no leito, o ar ambiente (Figura 3.4, ponto 1) é primeiramente aquecido por um conjunto de resistências elétricas até atingir a temperatura de fluidização desejável. Neste ponto (Figura 3.4, ponto 2), a temperatura e umidade relativa do ar decrescem, porém a umidade absoluta do ar permanece constante.

Posteriormente, no interior do leito fluidizado, o ar fluidizante é umidificado devido à aspersão do líquido ligante. Após a etapa de umidificação, a temperatura do ar decresce e as umidades absoluta e relativa do ar aumentam (Figura 3.4, ponto 3). Nesse ponto, o ar úmido escoar para fora do leito fluidizado. A fração de água presente no ar aumenta, devido à injeção de líquido por aspersão, enquanto a vazão de ar seco mantém-se constante, o que resulta no aumento das umidades relativa e absoluta do ar umidificado na saída do leito.

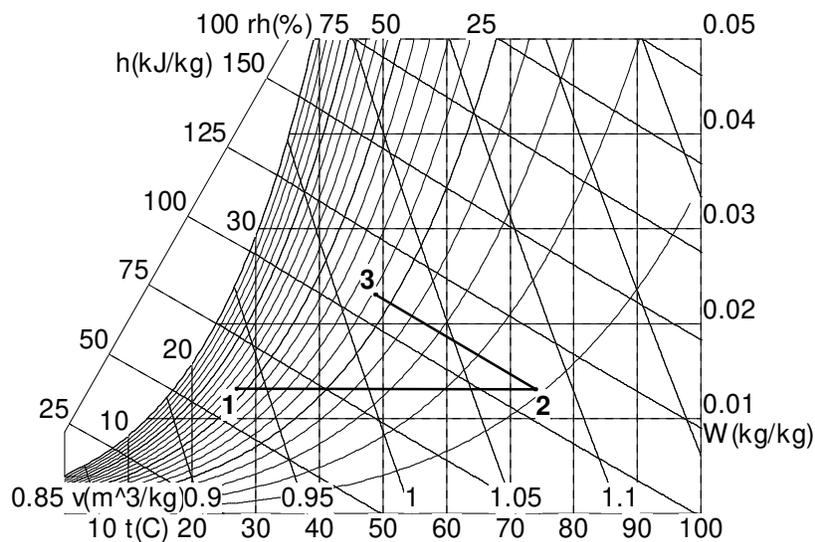


Figura 3.4: Propriedades psicrométricas do ar fluidizante nas etapas de aquecimento (pontos 1 a 2) e umidificação (pontos 2 a 3).

As propriedades psicrométricas do ar fluidizante foram determinadas utilizando-se balanços de massa para o líquido ligante e balanços de energia para processo de aglomeração em bateladas. A vazão de ar atomizada é pequena quando comparada com a

vazão de ar fluidizante e foi desconsiderada dos cálculos. As equações 3.9 e 3.10 mostram o balanço de massa, para a fração de umidade, e balanço de energia na entrada e saída do aglomerador, para o (A) ar aquecido na entrada do leito, (B) vazão de líquido ligante atomizada e (C) ar úmido na saída do leito.

$$\dot{M}_A X_{wA} + \dot{M}_B = \dot{M}_C X_{wC} \quad [3.9]$$

$$\dot{M}_A h_A + \dot{M}_B h_B = \dot{M}_C h_C \quad [3.10]$$

Em que \dot{M}_i é a vazão mássica de ar ou líquido, X_{wi} a umidade absoluta do ar e h_i corresponde à entalpia do ar aquecido (h_A), do ar úmido (h_C) ou do líquido ligante (h_B).

Por meio do software EES (Engineering Equation Solver, v.7.847, 2007), foi possível resolver as equações e determinar as propriedades psicrométricas do ar na entrada e saída do aglomerador, em cada uma das condições operacionais. O programa desenvolvido para o software EES apresenta-se no Anexo A.

3.4 DESCRIÇÃO DO EQUIPAMENTO

3.4.1 Leito fluidizado

Para a realização dos ensaios experimentais, foi construído um leito fluidizado operado em batelada, localizado na planta piloto do Departamento de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, como mostra a Figura 3.5. A aglomeração de partículas foi realizada pela atomização do líquido ligante (água destilada ou solução aquosa de maltodextrina) sobre o leito de partículas em fluidização (Figura 3.6a). O leito é constituído por (i) uma base cilíndrica de 75 mm de diâmetro por 150 mm de altura. Acima da base cilíndrica apresenta-se (ii) uma câmara de expansão cônica de 75 mm-150 mm de diâmetro por 150 mm de altura, seguido de (iii) um corpo cilíndrico de 150 mm de diâmetro por 600 mm de altura, como mostra a Figura 3.6b.

A Figura 3.7 mostra o esquema global dos sistemas de aquecimento e pulsação do ar, utilizados no processo de aglomeração. O aquecimento do ar fluidizante foi proporcionado por um conjunto de resistências elétricas. A vazão do ar fluidizante foi monitorada por um rotâmetro. As partículas elutriadas foram coletadas por um ciclone localizado na saída de ar do leito fluidizado.

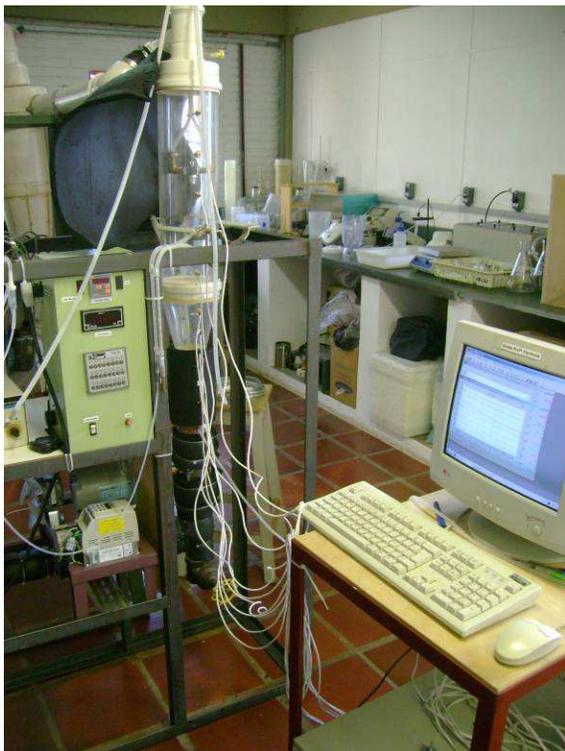


Figura 3.5: Fotografias do leito fluidizado.

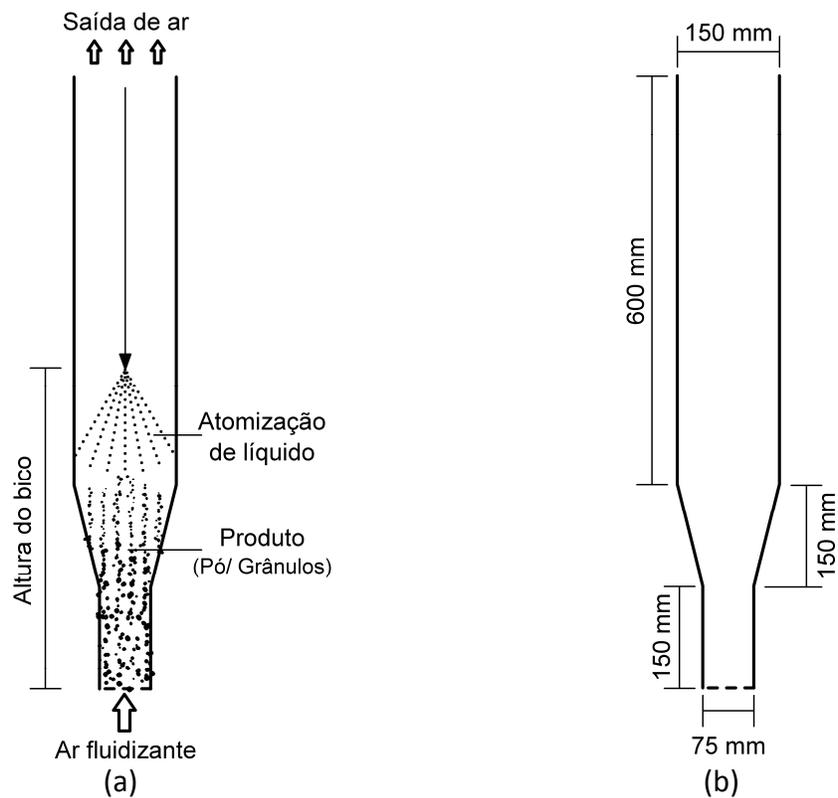


Figura 3.6: Esquema do processo de aglomeração em leito fluidizado (a) e dimensões do equipamento.

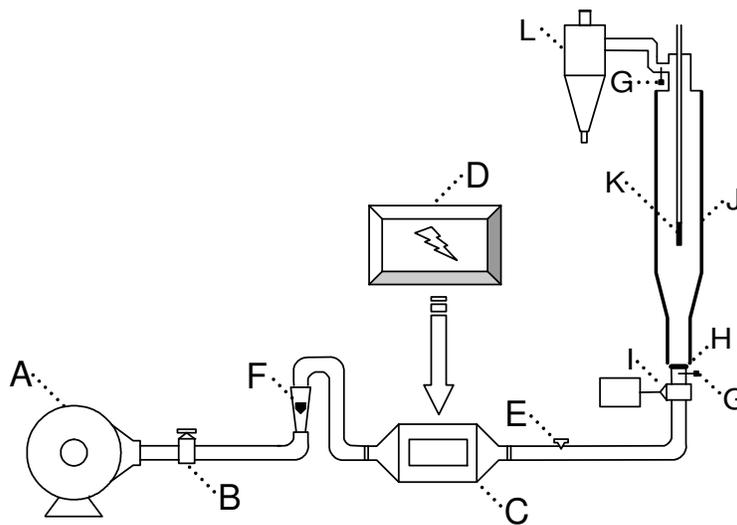


Figura 3.7: Esquema do leito fluidizado. A – Ventilador; B – Válvula gaveta; C – Resistência elétrica; D – Controlador de temperatura; E – Desvio do ar; F – Rotâmetro; G – Sensor temperatura; H – Placa distribuidora de ar; I – Válvula esfera (sistema de pulsação); J – Câmara de acrílico (leito); K – Bico aspersor; L – Ciclone.

3.4.2 Sistema de pulsação do ar fluidizante

A pulsação do ar é realizada por meio da rotação de uma válvula esfera, instalada abaixo da placa distribuidora de ar, como mostram as figuras 3.8 e 3.9. O inversor de frequência (modelo: CFW08, WEG) permite o controle da rotação de um motor trifásico (KOHLBACH, potência de $\frac{1}{2}$ cv) em uma faixa de 100 a 1750 rpm. A válvula esfera, instalada na linha de ar, foi acoplada ao eixo do motor trifásico, de modo a girar na frequência de rotação pré-determinada pelo inversor de frequência. Portanto, a frequência de rotação do motor, em número de rotações por minuto (rpm), determinou a frequência de pulsação do ar fluidizante.

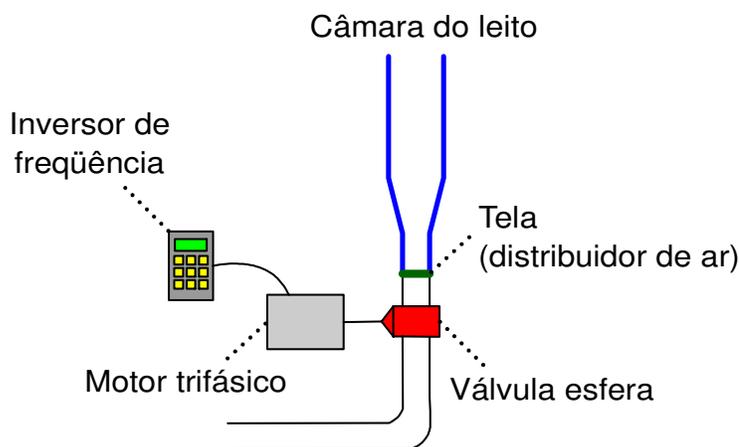


Figura 3.8: Esquema do sistema de pulsação com válvula esfera.



Figura 3.9: Fotografia do sistema de pulsação com válvula esfera.

3.4.3 Sistema de atomização do solvente e solução ligante

Durante o processo de aglomeração de alimentos em pó, optou-se por utilizar solvente (água destilada) ou soluções de maltodextrina, em diferentes concentrações, como líquido ligante. O líquido foi mantido à temperatura ambiente (27 °C) e dosado por uma bomba peristáltica até o bico aspersor - tipo duplo-fluido e com mistura interna - com entrada para líquido e ar comprimido (modelo: 1/8JBC-SS+SU13A-SS, Spraying Systems do Brasil). 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 propicia a atomização do líquido e distribuição homogênea das gotículas no interior do leito. A vazão de solução ligante ou água foi monitorada por um rotâmetro, devidamente calibrado para cada concentração. A pressão de atomização do ar foi medida por meio de um manômetro instalado junto ao compressor. A atomização do líquido foi feita em modo contracorrente ao fluxo do ar fluidizante e distribuída sob a forma de um jato de geometria cônica com área de projeção circular.

3.4.4 Sistema de aquisição de dados

A coleta de dados de temperatura e queda de pressão no leito foi realizada pelo sistema de aquisição de dados (FieldLogger/DigiRail, NOVUS), utilizando-se sensores de temperatura PT100 e sensor de pressão (modelo: T40-050D-15-007, 0 a 127 mmH₂O, *Cole Parmer Instruments c.o, EUA*). A Figura 3.10a mostra um esquema dos pontos de medição de temperatura, no centro, na parede do leito e no ponto médio entre o centro e a parede do leito, para as alturas de 0; 50; 100; 150; 200; 250; 300; 400; 600 e 800 mm. A aquisição de queda de pressão foi realizada nos pontos entre a base do leito (P1) e no topo do leito (P2), como mostra a Figura 3.10b.

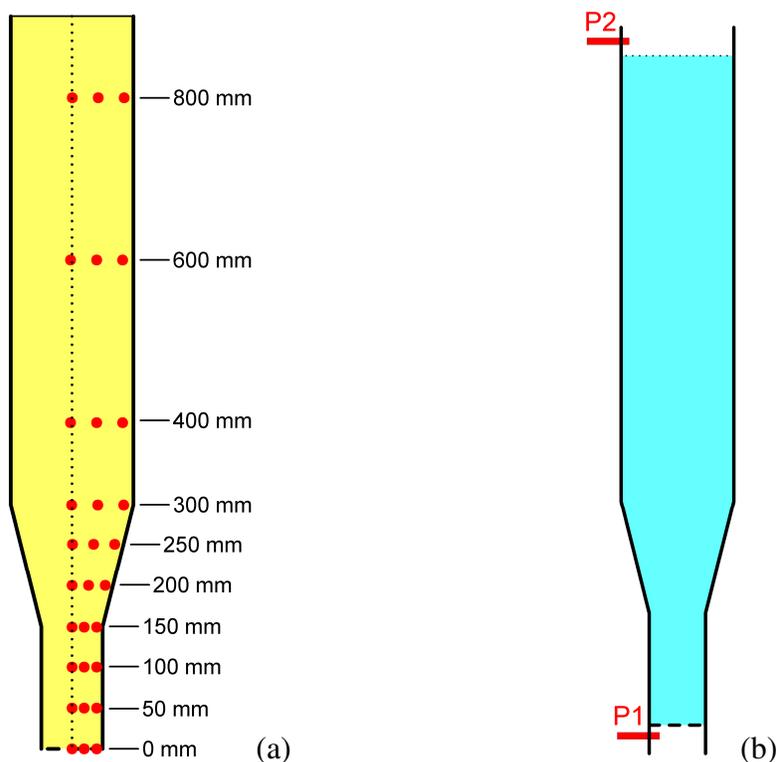


Figura 3.10: Esquema dos pontos de aquisição de temperatura no interior do leito fluidizado (a) e aquisição da queda de pressão no leito (b).

3.5 OPERAÇÃO DO EQUIPAMENTO

Após vários ensaios preliminares de aglomeração, padronizou-se o seguinte procedimento de operação do equipamento:

i) 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. Posteriormente, foi fixada uma manta de isolamento térmico à parede externa da câmara do leito, a fim de minimizar as trocas térmicas entre o ambiente e o interior do leito fluidizado. Nestas condições, manteve-se o equipamento em funcionamento por cerca de 20 a 30 minutos 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 pressão de ar e da vazão de líquido que passam pelo bico aspersor.

ii) Alimentação: Com a amostra de matéria-prima previamente pesada, 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.

iii) 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 controlador automático de temperatura. 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.

iv) Retirada da amostra: finalizado o tempo do processo de granulação, desliga-se a bomba peristáltica e abre-se o desvio de ar. A amostra é coletada, pesada e armazenada em sacos plásticos duplo de polietileno, até o momento das análises.

v) Limpeza: finalizado o processo, todo o equipamento passa pelas etapas de lavagem, enxágue e secagem, antes do início de um novo ensaio experimental.

3.5.1 Rendimento do processo

O rendimento do processo foi definido como sendo razão entre a massa de produto remanescente no leito ao final dos ensaios (m_f) e a massa inicial de produto adicionado no leito (m_i), ou seja, foi desconsiderada a fração de amostra elutriada (m_{elut}) e as perdas decorrentes da incrustação de produto na parede do leito (m_{inc}), ou pela formação de torrões ($m_{torrões}$), como apresentado pela Eq. 3.11:

$$Yld = \frac{m_f}{m_i} = \frac{m_i - (m_{elut} + m_{inc} + m_{torrões})}{m_i} \quad [3.11]$$

3.5.2 Desejabilidade

A desejabilidade do processo foi definida baseando-se nos critérios de qualidade do produto final e de rendimento do processo. De modo geral, foi considerado um processo desejável as condições operacionais que permitiram a produção de grânulos com diâmetro

médio maiores que as partículas da matéria-prima e que apresentassem melhores propriedades de instantaneização. Estas características foram variáveis para cada produto, e foram definidas a partir de ensaios preliminares.

O teor de umidade do produto final foi considerado desejável para as amostras que adsorveram pouca umidade ao longo do processo, ou seja, que apresentaram teor de umidade final inferior a 5,5%.

O rendimento do processo foi considerado desejável para os processos que apresentaram rendimento final próximo, ou superior, a 70%.

3.6 CONCLUSÕES

Os métodos de análise do produto e equipamentos utilizados nesta tese foram semelhantes aos encontrados na literatura (TURCHIULI *et al.*, 2005 e JINAPONG *et al.*, 2008). A determinação dos parâmetros de forma e do tamanho de partículas, utilizando-se análises por imagem, permitiu caracterizar os produtos evitando-se a ruptura ou quebra dos grânulos, que é um fenômeno frequente em análises de tamanho de partículas por peneiragem. Os testes de solubilidade e de tempo de instantaneização tiveram por finalidade quantificar as alterações das propriedades de instantaneização dos pós com o aumento de tamanho de partículas, durante a aglomeração. As análises de teor de umidade visaram quantificar o grau de umedecimento do produto ao longo dos processos.

Durante o desenvolvimento desta pesquisa, foram realizadas algumas adaptações, como a instalação do sistema de pulsação, a fim de possibilitar o processamento de produtos coesivos e que apresentaram difícil fluidização. Embora frequentemente utilizada em processos de secagem e recobrimento de partículas, o uso da fluidização pulsada pode ser considerada uma nova tecnologia no contexto dos processos de aglomeração em leito fluidizado. De modo geral, foram utilizados métodos e análises simples, que fossem de fácil reprodução, a fim de contribuir no entendimento e discussão com os dados contidos na literatura e em futuros trabalhos.

3.7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AOAC, *Association of Official Analytical Chemists*, 1995.

- HOGKAMP S., SCHUBERT H. Rehydration of food powders, **Food Science and Technology International**, v. 9, n. 3, p. 223-235, 2003.
- ISO 565:1990, Test sieves - Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet - Nominal sizes of openings, <http://www.wovenwire.com/reference/sievescreen.htm>, acessado em fevereiro de 2009.
- JINAPONG N., SUPHANTHARIKA M., JAMNONG P., Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration, **Journal of Food Engineering**, v. 84, p. 194-205, 2008.
- MOHSENIN N.N., Physical properties of plant and animal material. Structure, physical characteristics and breach science publishes. p. 73-75, 1970.
- NIRO, Wettability Niro method, A5a, Niro Analytical Methods (2005) <http://www.niro.com>, Revised: September 2005.
- RUSS J.C., **The Image Processing Handbook**, 2 ed., CRC Press, USA, 1994.
- SOUZA D.O.C., Granulação de alimentos: caracterização morfológica das partículas e modelagem matemática do processo, **Dissertação de Mestrado**, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, SP, Brasil, So89g, 2007.
- TURCHIULI C., ELOUALIA Z., MANSOURI N., DUMOULIN E., Fluidised bed agglomeration: Agglomerates shape and end-use properties, **Powder Technology**, v. 157, p. 168-175, 2005.

Capítulo 4

AGLOMERAÇÃO DE POLPA DE ACEROLA EM PÓ EM LEITO FLUIDIZADO CÔNICO

4.1 INTRODUÇÃO

Na indústria de alimentos, o processo de aglomeração é normalmente utilizado para aumentar as propriedades de instantaneização de produtos obtidos pela secagem em *spray dryer*. Entretanto, esse processo também pode ser utilizado quando se deseja aumentar a fluidez ou alterar o aspecto visual do sólido particulado, devido ao aumento de tamanho de partículas (SCHUBERT, 1987). As principais propriedades físicas dos grânulos, como tamanho, porosidade, molhabilidade, morfologia e densidade, dependem do tipo de processo utilizado. A aglomeração em leito fluidizado é um dos processos mais adequados para produzir grânulos com elevada porosidade e resistentes ao manuseio e empacotamento (TURCHIULI *et al.*, 2005a). O princípio de operação desse processo consiste na fluidização das partículas pela passagem de ar quente através do leito e o umedecimento superficial, devido à atomização de água ou ligante. A colisão entre as partículas umedecidas resulta na formação de pontes líquidas e posterior coalescência. Após a secagem destas partículas, ocorre a formação de pontes sólidas e consolidação da estrutura aglomerada (IVESON *et al.*, 2001a).

A aglomeração em leito fluidizado cônico é frequentemente utilizada devido a sua adequada geometria, que minimizam a elutriação de finos durante a fluidização, mesmo para sólidos particulados que apresentem amplas faixas de distribuição de tamanho. Nesses sistemas, os mecanismos de aglomeração dependem da distribuição de temperatura e umidade no interior do leito, que são principalmente influenciados pela intensidade de

agitação das partículas, atomização do ligante e relação entre as zonas de secagem e umedecimento (JIMÉNEZ *et al.*, 2006).

O Brasil é, atualmente, o principal produtor e exportador de acerola no mundo (MEZADRI *et al.*, 2006) e tem como principal mercado a comercialização de polpa sob a forma de sucos e polpas *in natura* (YAMASHITA *et al.*, 2003) e sob a forma de pó, produzidos pela secagem em spray dryer (MOREIRA *et al.*, 2009). O grande interesse comercial da acerola é decorrente do elevado teor de ácido ascórbico contido tanto no fruto, que pode variar entre 1.000 a 4.500 mg/100g (FONSECA *et al.*, 1969; ANSEJO e MOSCOBO, 1950; ANDRADE *et al.*, 1991 e MEZADRI *et al.*, 2006), como na polpa em pó, que pode variar de 3.500 a 10.000 mg/100g (DACANAL, 2005; DACANAL e MENEGALLI, 2008 e MOREIRA *et al.*, 2009).

Neste capítulo apresentam-se os resultados obtidos referentes ao processo de aglomeração de polpa de acerola em pó em leito fluidizado cônico (sem uso de pulsação do ar), utilizando-se aspersão de água como líquido ligante. A caracterização da polpa de acerola desidratada consistiu na análise da composição centesimal e determinação das propriedades físicas dos sólidos particulados. Por meio da metodologia de planejamento composto central e análise de superfícies de resposta, foi possível determinar o ponto ótimo de processo, em que se produziram grânulos de polpa de acerola mais grossos e com melhores propriedades de instantaneização. Além disso, realizaram-se análises morfológicas, para a matéria-prima e produto aglomerado, a fim de investigar os mecanismos de coalescência entre partículas durante a aglomeração.

4.2 MATERIAIS E MÉTODOS

4.2.1 Matéria-prima

A polpa de acerola em pó foi produzida pela secagem em spray dryer e fornecida pela indústria *Grupo Centro-Flora*, localizada na cidade de Botucatu - SP. Amostras contendo 0,25 kg de pó foram utilizadas como matéria-prima nos ensaios do planejamento experimental e da cinética de aglomeração.

Os processos de aglomeração de polpa de acerola utilizaram água destilada, a 27 °C, como líquido ligante.

4.2.2 Caracterização da matéria-prima e produto aglomerado

As análises de caracterização da matéria-prima e do produto aglomerado foram realizadas a partir das análises de teor de umidade (item 3.1.1); solubilidade (3.1.2); tempo de instantaneização (item 3.1.3); análises de imagem e morfologia (item 3.1.4); diâmetro médio e distribuição de tamanho de partículas (item 3.1.5); densidade do leito e porosidade (item 3.1.6), descritos no Capítulo 3.

4.2.3 Cálculo da umidade relativa do ar no leito

O cálculo da umidade relativa do ar no interior do leito foi realizado por meio do método apresentado no item 3.2, descrito no Capítulo 3.

4.2.4 Equipamentos

O item 3.3 do Capítulo 3 descreve o equipamento (leito fluidizado cônico) utilizado para a realização dos ensaios de aglomeração de polpa de acerola em pó. Entretanto, nos ensaios deste capítulo não foi utilizado pulsação do ar fluidizante. No item 3.4 do Capítulo 3 são descritos os procedimentos de operação do equipamento.

4.2.5 Descrição dos ensaios experimentais

4.2.5.1 Planejamento experimental e otimização de processo

As faixas de operação e os níveis utilizados no planejamento composto central do processo de aglomeração de polpa de acerola em pó foram baseados no trabalho de DACANAL (2005), em que foram identificadas as principais variáveis de controle de processo: velocidade (V_f) e temperatura (T_f) do ar fluidizante. Para a velocidade de

fluidização, os limites operacionais, inferior e superior, foram fixados no intervalo entre $V_{\min} = 1,3V_{mf}$ e $V_{\max} = 6V_{mf}$, baseando-se no comportamento fluidodinâmico da acerola em pó. Os valores de temperatura do ar fluidizante e vazão de líquido ligante foram escolhidos de modo a evitar a saturação da umidade do ar na saída do leito.

A finalidade do planejamento experimental foi determinar as faixas de operação em que foram obtidos, simultaneamente, elevado rendimento de processo (Yld) e aumento de tamanho de partículas (dp_m). Para tanto, utilizou-se um planejamento fatorial completo 2^2 , com 3 pontos centrais. Assim, foram realizados 11 ensaios no total ($2^k + 2k + 3$, em que $k = 2$ variáveis). Os ensaios no ponto central foram realizados em triplicata, a fim de avaliar o erro experimental. A Tabela 4.1 mostra os parâmetros de processo utilizados no planejamento, em valores experimentais e codificados, para os níveis inferior, central, superior e pontos axiais. A Tabela 4.2 mostra as condições operacionais fixas do planejamento experimental. Os resultados do planejamento experimental foram estatisticamente analisados utilizando-se o software STATISTICA v.5.5 (StatSoft, Inc., USA). Os modelos de predição e as respectivas superfícies de resposta foram calculados, para as respostas de diâmetro médio de partículas e rendimento do processo, a um intervalo de confiança de 95% ($p < 0,05$). A partir dos modelos obtidos pelo planejamento experimental, o ponto ótimo de processo foi determinado utilizando-se o software Mathematica v.4.1 (Wolfram Research, Inc., USA).

Tabela 4.1: Níveis estudados no planejamento experimental do processo de aglomeração de polpa de acerola em pó.

Níveis codificados	Velocidade de fluidização (m/s)	Temperatura do ar fluidizante (°C)
$-\sqrt{2}$	0,13	55
-1	0,19	59,4
0	0,35	70
+1	0,50	80,6
$+\sqrt{2}$	0,57	85

Tabela 4.2: Variáveis fixas utilizadas nos ensaios do planejamento composto central do processo de aglomeração para a polpa de acerola em pó.

Variável	Nível
Tempo de processo	20 minutos
Vazão de ligante (água)	0,6 ml/min
Pressão de atomização	1 bar
Altura do bico aspersor em relação à base do leito	600 mm
Massa de amostra	0,25 kg

4.2.5.2 Cinética de aglomeração

Os ensaios de cinética de aglomeração para a polpa de acerola em pó foram realizados nas condições ótimas de processo, determinadas a partir dos resultados do planejamento composto central, a fim de avaliar a evolução do aumento de tamanho de partículas nos períodos de 5; 10; 15 e 20 minutos de processo. A Tabela 4.3 mostra as variáveis fixas utilizadas no estudo da cinética.

Tabela 4.3: Variáveis fixas utilizadas nos ensaios de cinética de aglomeração para a polpa de acerola em pó.

Variável	Nível
Velocidade de fluidização	0,21 m/s
Temperatura do ar fluidizante	74 °C
Tempo de processo	5, 10, 15 e 20 minutos
Vazão de ligante (água)	0,6 ml/min
Pressão de atomização	1 bar
Altura do bico aspersor em relação à base do leito	600 mm
Massa de amostra	0,25 kg

4.3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.3.1 Caracterização físico-química da polpa de acerola em pó

A polpa de acerola em pó, obtida pela secagem em spray dryer, foi caracterizada como sendo um sólido particulado fino com diâmetro médio de partículas, densidade do leito e densidade do sólido iguais a 73,2 μm , 0,578 g/cm^3 e 1,127 g/cm^3 respectivamente. Desta forma, o comportamento fluidodinâmico da acerola em pó pode ser teoricamente classificado pelo grupo A de Geldart, ou seja, durante a fluidização, o leito particulado deve-se expandir consideravelmente e apresentar intensa agitação. A velocidade mínima de fluidização das partículas foi determinada experimentalmente em 0,09 m/s. Porém, quando operado em velocidades próximas à mínima de fluidização, a acerola em pó apresentou características de um particulado grupo C de Geldart, devido à formação de pequenos canais preferenciais e coesividade moderada, que dificultaram a movimentação das partículas no leito. De modo geral, partículas com tamanho menor que 50 μm são classificadas como sendo coesivas e apresentam baixa fluidez. Entretanto, a fluidodinâmica também é dependente da distribuição de tamanho, morfologia (forma) e propriedades

físicas das partículas, como a densidade, área superficial e porosidade (TURKI e FATAH, 2008). Além disso, o aumento da coesividade e alterações na fluidodinâmica de alimentos em pó também podem ser atribuídos às propriedades viscoelásticas das partículas que variam com a taxa de deformação, temperatura e teor de umidade, além da composição química do produto (PALZER, 2008). As propriedades físicas da acerola em pó obtidas experimentalmente são apresentadas pela Tabela 4.4.

Tabela 4.4: Propriedades físicas da polpa de acerola desidratada.

Propriedade	Média	Desvio padrão
Diâmetro médio de partícula (μm)	73,2	2,3
Porosidade do leito (%)	48,68	1,86
Densidade do sólido (g/cm^3)	1,127	0,013
Densidade do leito (g/cm^3)	0,578	0,010
Velocidade mínima de fluidização (m/s)	0,09	0,01

A composição química da acerola em pó foi obtida por meio de análises físico-químicas e por informações do fabricante, apresentadas na Tabela 4.5. Os principais constituintes são açúcares redutores e maltodextrina, que totalizam 32,6% e 25% da composição, respectivamente. Tal composição química confere à acerola em pó características de elevada higroscopicidade, ou seja, quando exposto a elevadas umidades relativa, o material particulado rapidamente adsorve umidade ambiente (MOREIRA *et al.*, 2009). O aumento da umidade na superfície da partícula pode resultar na diluição parcial dos constituintes do produto e formação de uma película pegajosa e de alta viscosidade, que constitui o princípio da aglomeração entre partículas (IVESON *et al.*, 2001a e PALZER, 2008).

Tabela 4.5: Composição centesimal da polpa de acerola desidratada.

Constituinte	Média	Desvio padrão
Umidade (%) ¹	4,60	0,05
Açúcares redutores (g/100g) ¹	31,30	4,61
Açúcares não-redutores (g/100g) ¹	1,34	1,84
Proteínas (g/100g) ¹	2,56	0,06
Vitamina C (mg/100g) ¹	9800	10
Cinzas (g/100g) ¹	6,37	0,05
Lipídeos (g/100g) ¹	2,80	0,12
Maltodextrina (g/100g) ²	25	n.d.
Outros constituintes (g/100g) ³	16	n.d.

¹ Dados obtidos por DACANAL (2005); ² Informações do fornecedor; ³ Obtidos por meio de cálculos

4.3.2 Efeito da umidade relativa no processo de aglomeração

O processo de aglomeração é desejável quando não há formação de torrões e incrustação de produto na parede do leito durante o processamento (DACANAL, 2005). As condições operacionais para evitar estes problemas são obtidas quando a umidade relativa do ar no interior do leito não excede o ponto de saturação na temperatura de saída do leito, caso contrário, o líquido atomizado poderia condensar no interior da câmara, causando umedecimento excessivo das partículas e colapso do leito. Deste modo, a capacidade de secagem do aglomerador também limita a vazão de líquido a ser utilizada durante a aglomeração, uma vez que a vazão e temperatura do ar fluidizante devem fornecer a energia necessária para a evaporação do líquido atomizado e secagem das partículas umedecidas. Portanto, a umidade relativa do ar na saída do leito (rh_{out}) é um parâmetro crítico de processo que indica se há possibilidade, ou não, de ocorrer saturação do ar no interior do leito. Valores de rh_{out} próximos ou iguais a 100% indicam a possibilidade de ocorrer saturação excessiva do ar em determinadas regiões no interior do leito (DACANAL e MENEGALLI, 2008). PALZER (2008) também recomendou o uso de baixas vazões de ligante, durante a aglomeração de partículas solúveis em água, de modo a evitar o colapso do leito fluidizado durante o processamento. O autor verificou que o uso de elevadas vazões de água atomizada durante a aglomeração de maltodextrina em pó DE21 pode

ocasionar um sobreumedecimento e aumento da coesividade das partículas, ocasionando a defluidização do leito.

A Tabela 4.6 mostra os valores de rh_{out} calculados por meio do software EES (Engineering Equation Solver) para as diferentes condições operacionais utilizadas nos ensaios do planejamento composto central, que utilizaram uma vazão de ligante igual a 0,6 ml/min. Pode-se observar que, dentre os experimentos realizados, a máxima umidade relativa do ar na saída (96,4%) do leito foi obtida nas condições de T_f e V_f iguais a 70 °C e 0,13 m/s, representadas pelos níveis codificados de 0 e $-\sqrt{2}$. Portanto, as condições operacionais usadas no planejamento experimental não apresentaram excesso de saturação do ar e, conseqüentemente, não houve problemas de formação de torrões e defluidização do leito durante a aglomeração. Entretanto, os ensaios que tiveram elevada umidade relativa do ar apresentaram elevados índices de incrustação na parede interior do leito, evidenciados pelos baixos valores de rendimento do processo.

Tabela 4.6: Resultados do planejamento composto central e cálculos realizados pelo software EES (tempo de processo: 20 min; vazão de ligante: 0,6 ml/min; pressão relativa de atomização: 1 bar; altura do bico aspersor: 600 mm; massa de amostra: 0,25 kg).

n° do ensaio	$V_f (X_1)^a$	$T_f (X_2)^a$	Yld^b	dp_m^b	rh_{out}^c
1	0,19 (-1)	59,4 (-1)	27,36	134,09	68,9
2	0,50 (+1)	59,4 (-1)	30,79	123,43	21,3
3	0,19 (-1)	80,6 (+1)	71,88	105,35	23,6
4	0,50 (+1)	80,6 (+1)	43,47	103,35	8,1
5	0,13 ($-\sqrt{2}$)	70 (0)	31,60	129,40	96,4
6	0,57 ($\sqrt{2}$)	70 (0)	14,36	92,38	11,9
7	0,35 (0)	55 ($-\sqrt{2}$)	64,08	135,24	41,1
8	0,35 (0)	85 ($\sqrt{2}$)	75,47	99,61	9,9
9	0,35 (0)	70 (0)	63,72	111,70	19,4
10	0,35 (0)	70 (0)	62,45	99,30	19,4
11	0,35 (0)	70 (0)	70,13	111,12	19,4

^a Variáveis independentes e valores codificados. V_f : velocidade do ar fluidizante (m/s); T_f : temperatura do ar fluidizante (°C).

^b Resultados obtidos durante os ensaios do planejamento experimental. Yld : rendimento do processo (%); dp_m : diâmetro médio de partículas (μm).

^c Umidade relativa do ar umidificado na saída do leito.

4.3.3 Planejamento experimental e otimização de processo

A Tabela 4.6 mostra as condições operacionais estudadas e respectivos resultados obtidos a partir do planejamento composto central completo ²². As variáveis independentes foram velocidade de fluidização (V_f) e temperatura do ar fluidizante (T_f), enquanto as variáveis de resposta foram o rendimento do processo (Yld), diâmetro médio de partículas (dp_m) e umidade relativa do ar na saída do leito (rh_{out}).

Pode-se observar que o aumento de tamanho de partículas segue uma tendência semelhante à variação da umidade relativa do ar na saída do leito (rh_{out}), de modo que o diâmetro médio de partículas decresce para baixos valores de rh_{out} e, por outro lado, aumenta quando a umidade do ar aproxima-se do ponto de saturação ($rh_{out} \approx 100\%$).

Além da influência do nível de saturação do ar, também se pode observar que o aumento ou diminuição da velocidade de fluidização (V_f) provoca mudanças na taxa de aumento de tamanho de partículas (dp_m), decorrente de alterações nos mecanismos de aglomeração. Dependendo da intensidade de agitação do leito e homogeneidade do leito, as partículas podem coalescer ou rebater uma com a outra, resultando em diferentes taxas de aumento de tamanho de partículas e em um produto final com diferentes propriedades físicas, caso a distribuição de tamanho de partículas seja ampla ou estreita (ENNIS, 1996; IVESON *et al.*, 2001b e IVESON *et al.*, 2003). Para uma dada temperatura, observa-se que o aumento da velocidade de fluidização resulta em um menor aumento de tamanho de partículas. O mesmo ocorre para a temperatura do ar fluidizante, ou seja, o aumento da temperatura propicia um decréscimo da taxa de aglomeração.

O rendimento do processo (Yld), determinado pela razão entre a massa inicial e final de amostra, não segue a mesma linearidade dos resultados obtidos para o diâmetro médio de partículas. O aumento da velocidade de fluidização resulta na perda de produto por elutriação, enquanto o aumento da umidade relativa do ar (quando em baixas velocidades e temperaturas de fluidização) ocasiona incrustação de produto na parede do leito.

4.3.3.1 Modelos de regressão e avaliação da falta de ajuste

O processo de aglomeração foi estatisticamente estudado utilizando os resultados de diâmetro médio de partículas (dp_m) e rendimento do processo (Yld). Para cada variável de resposta, obteve-se um modelo polinomial, descrito pela equação 4.1.

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_{12}X_1X_2 + b_{11}X_1^2 + b_{22}X_2^2 \quad [4.1]$$

Em que Y é a variável de resposta, X_i é a variável independente, em valores codificados, e b_i representa o coeficiente do modelo para a variável i .

As interações que não tiverem efeito significativo ($p > 0,05$) foram desconsideradas durante a regressão e eliminadas do modelo final. Os modelos gerados e respectivas tabelas de ANOVA são apresentados pelas equações 4.2, 4.3 e 4.4 e tabelas 4.7, 4.8 e 4.9.

Os modelos obtidos para o diâmetro médio de partículas (dp_m) (Eq. 4.2), rendimento de processo (Yld) (Eq. 4.3) e umidade relativa do ar na saída do leito (rh_{out}) (Eq. 4.4) foram adequadamente ajustados, obtendo-se coeficientes de regressão iguais a 0,82; 0,78 e 0,89, respectivamente. Para todos os casos, o fator F calculado foi superior ao fato F tabelado, evidenciando o ajuste significativo pelos modelos.

- *Modelo codificado e ANOVA para o diâmetro médio de partículas:*

$$dp_m (\mu m) = 113,18 - 8,13X_1 - 12,40X_2 \quad [4.2]$$

Tabela 4.7: Tabela de ANOVA obtida para o modelo de diâmetro médio de partículas (dp_m).

Fonte de variação	Soma quadrática	Graus de liberdade	Média quadrática	F (calculado)	F (tabelado)	R ²
Regressão	1758,490	2	879,245	13,87	4,46	0,78
Resíduos	507,251	8	63,406			
Total	2265,741	10	226,574			

- *Modelo codificado e ANOVA para o rendimento do processo:*

$$Yld = 0,67 - 0,22X_1^2 + 0,09X_2 \quad [4.3]$$

Tabela 4.8: Tabela de ANOVA obtida para o modelo de rendimento de processo (Yld).

Fonte de variação	Soma quadrática	Graus de liberdade	Média quadrática	F (calculado)	F (tabelado)	R ²
Regressão	0,377	2	0,189	18,12	4,46	0,82
Resíduos	0,083	8	0,010			
Total	0,461	10	0,046			

- *Modelo codificado e ANOVA para a umidade relativa do ar na saída do leito:*

$$rh_{out} = 0,20 - 0,23X_1 + 0,15X_1^2 - 0,13X_2 \quad [4.4]$$

Tabela 4.9: Tabela de ANOVA obtida para a umidade relativa do ar na saída do leito (rh_{out}).

Fonte de variação	Soma quadrática	Graus de liberdade	Média quadrática	F (calculado)	F (tabelado)	R ²
Regressão	0,684	3	0,228	18,59	4,35	0,89
Resíduos	0,086	7	0,012			
Total	0,770	10	0,077			

As figuras 4.1 e 4.3 mostram uma comparação entre os resultados experimentais do planejamento e os resultados preditos pelos modelos estatísticos, possibilitando melhor visualização e comparação entre os dados de cada ensaio. Pode-se observar que, para os valores de rendimento do processo, o experimento que teve maior desvio relativo (Figura 4.2), em relação ao valor predito pelo modelo, foi o ensaio de número 6, seguido pelos ensaios 5 e 1. O ensaio 6 utilizou uma velocidade de fluidização (0,57 m/s) cerca de 6 vezes maior que a velocidade mínima de fluidização (0,09 m/s). Neste ponto axial do planejamento, o índice de elutriação de partículas é elevado e, portanto, o decréscimo do rendimento deve-se principalmente ao arraste de produto para o ciclone, fenômeno pouco

observado para os demais ensaios do planejamento. Por outro lado, nos ensaios 1 e 5, o decréscimo do rendimento deve-se principalmente à incrustação de produto na parede do leito. A Tabela 4.6 mostra que as maiores umidades relativas do ar na saída do leito são obtidas justamente nos ensaios 1 e 5, evidenciando que a incrustação de produto durante o processo de aglomeração ocorre quando há maiores índices de saturação do ar. Deste modo, pode-se dizer que os maiores desvios entre os resultados experimentais e preditos pelo modelo são obtidos nas condições críticas de processo em que ocorre grande perda de produto por elutriação ou incrustação.

Para os resultados de diâmetro médio de partículas, observa-se que não há grandes desvios entre os resultados experimentais e os resultados preditos pelo modelo (Figura 4.4), e pode-se afirmar que o modelo possui bom ajuste aos pontos obtidos experimentalmente.

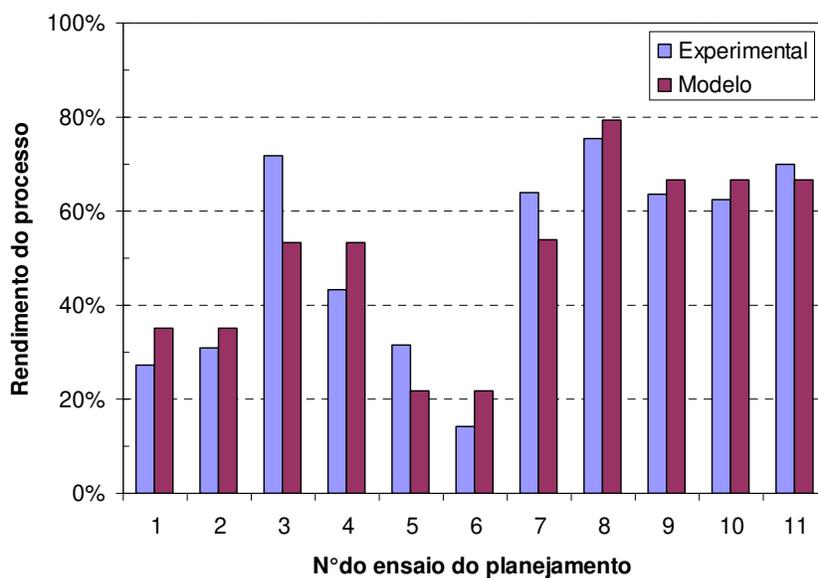


Figura 4.1: Resultados experimentais e preditos pelo modelo, dos diferentes ensaios do planejamento, para o rendimento do processo.

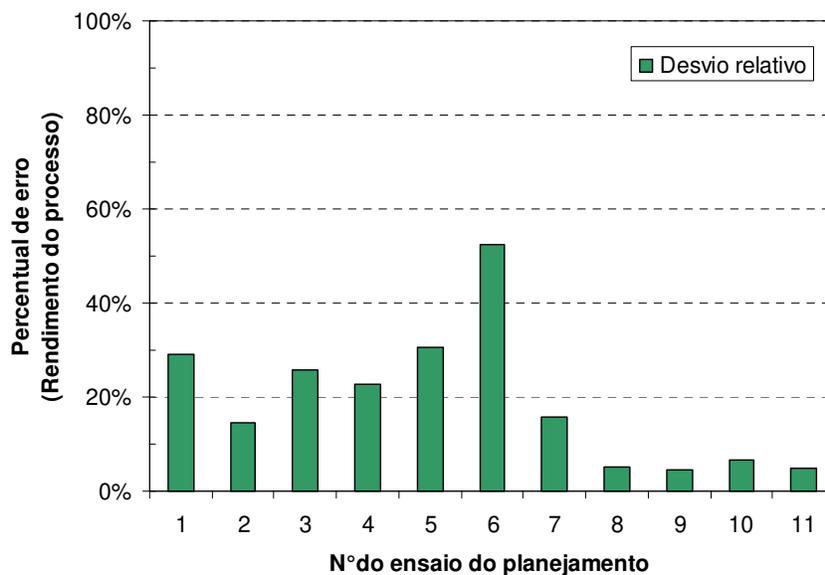


Figura 4.2: Desvio relativo entre os resultados experimentais e preditos pelo modelo, para o rendimento do processo de aglomeração de acerola em pó.

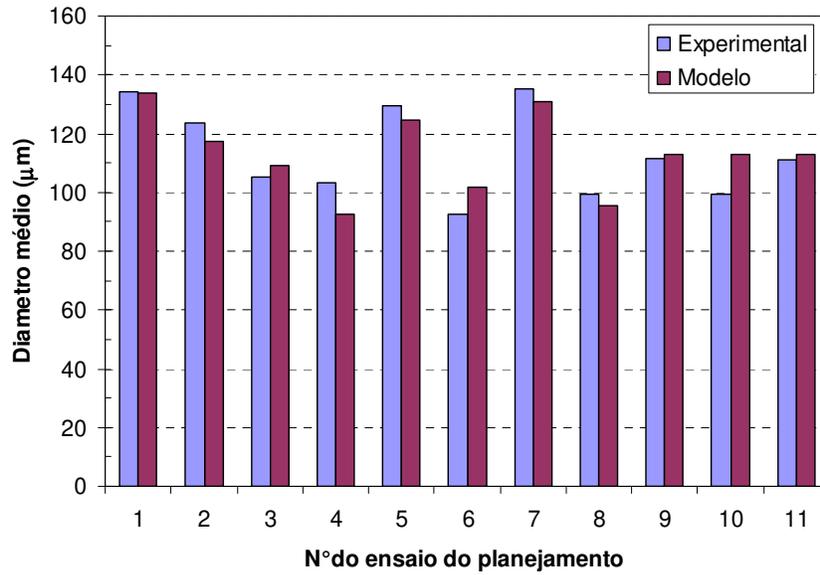


Figura 4.3: Resultados experimentais e preditos pelo modelo, dos diferentes ensaios do planejamento, para o diâmetro médio de partículas.

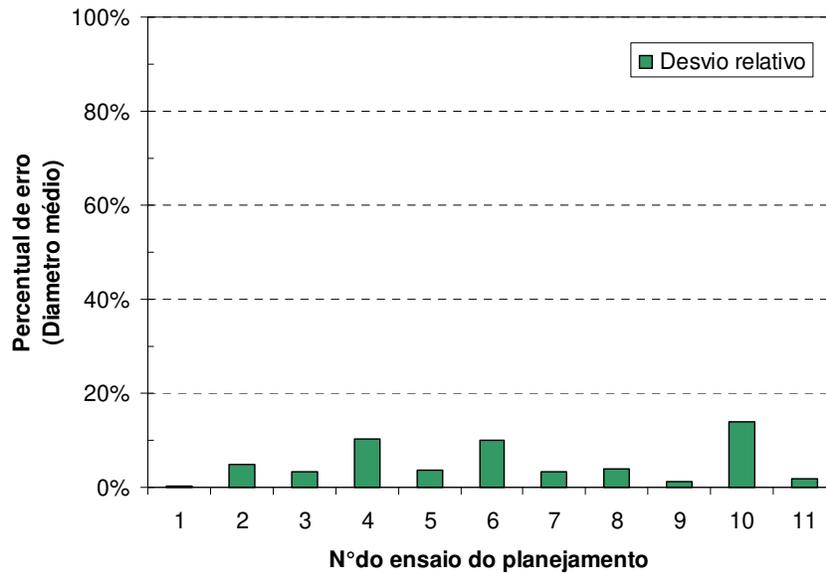


Figura 4.4: Desvio relativo entre os resultados experimentais e preditos pelo modelo, para o diâmetro médio de partículas do processo de aglomeração de acerola em pó.

4.3.3.2 Superfícies de reposta e otimização do processo

Por meio do planejamento experimental foi possível determinar os parâmetros operacionais de processo que propiciam um aumento máximo de tamanho de partícula, mantendo o rendimento do processo também elevado. Para tanto, utilizou-se a metodologia de superfície de resposta, baseando-se nos modelos estatísticos gerados pelo planejamento composto central (Eq. 4.2 e 4.3).

As figuras 4.5 e 4.6 mostram as superfícies de resposta para os modelos de rendimento do processo e diâmetro médio de partículas, respectivamente. A Figura 4.7 mostra a superfície de resposta para a umidade relativa do ar na saída do leito (rh_{out}), gerada a partir dos resultados obtidos por simulação, por meio do software EES, nos pontos do planejamento composto central.

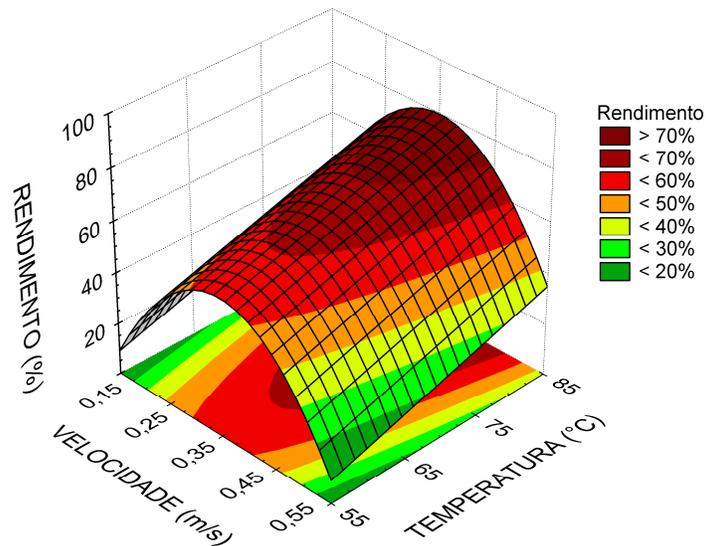


Figura 4.5: Superfície de resposta para o modelo de rendimento do processo (Yld).

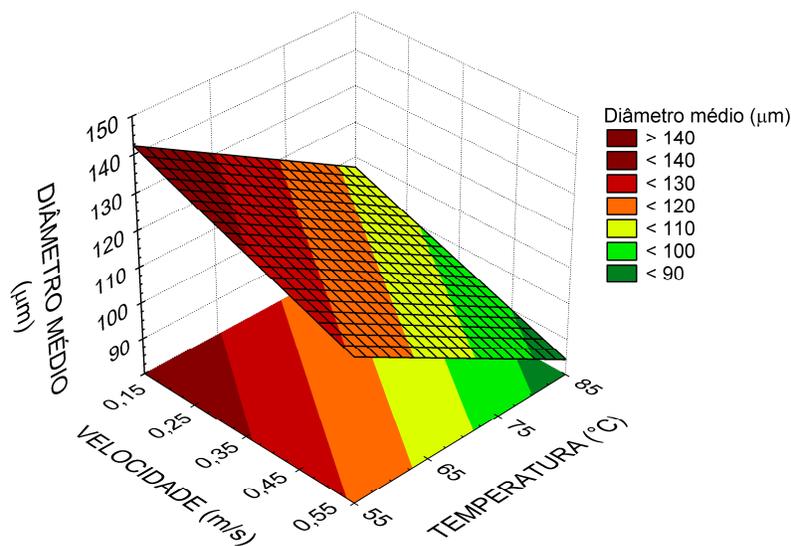


Figura 4.6: Superfície de resposta para o modelo de diâmetro médio de partículas (dp_m).

Pode-se observar que a velocidade do ar fluidizante é a variável que mais influencia no rendimento do processo (Figura 4.5). Quando se utiliza baixas velocidades de fluidização há um aumento da saturação do ar, resultando na maior perda de produto por incrustação. Por outro lado, ao se utilizar maiores velocidades de fluidização, grande parte do produto é arrastada para fora do leito, o que também resulta no decréscimo do rendimento. Deste modo, os maiores rendimentos de processo foram obtidos em velocidades intermediárias (0,35 m/s) e temperatura elevada (85 °C), que resultaram em uma umidade relativa do ar na saída do leito de, aproximadamente, 10% (Figura 4.7).

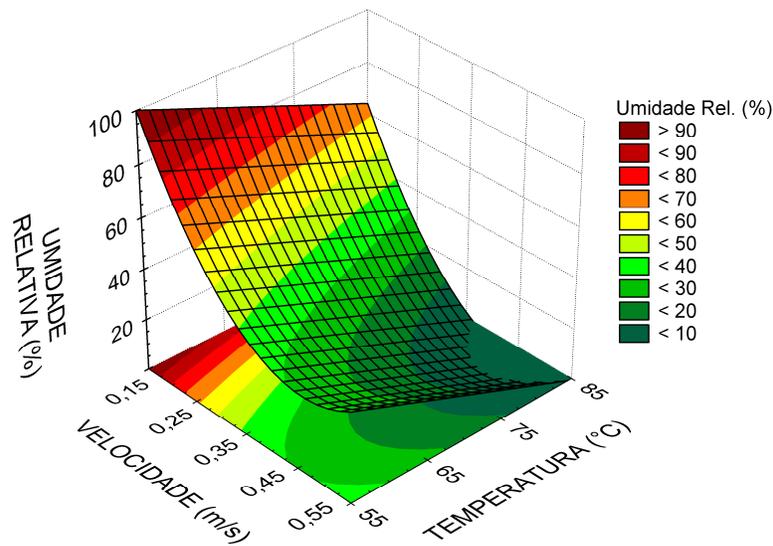


Figura 4.7: Superfície de resposta para a umidade relativa do ar na saída do leito (rh_{out}).

O maior diâmetro médio de partículas (Figura 4.6) foi obtido quando se utilizaram baixos níveis de velocidade de fluidização (0,13 a 0,19 m/s) e temperatura do ar (59,4 a 70 °C). Nestas condições, a umidade relativa do ar na saída do leito manteve-se entre 70 a 100%. Desta forma, por meio da sobreposição das superfícies de resposta, não foi possível obter simultaneamente um máximo rendimento de processo (Yld_{max}) e máximo aumento de tamanho de partículas ($dp_{m\ max}$), ou seja, as condições operacionais que determinaram um máximo aumento de tamanho de partículas não resultaram em um rendimento de processo maximizado.

A solução do sistema de equações (Eq. 4.5 e 4.6) e otimização do processo foi obtida fixando-se, previamente, o rendimento de processo em 70% e, posteriormente, calculando-se as condições de processo em que se obteve o máximo aumento de tamanho de partículas ($dp_{m\ max}$). Então, utilizando-se as ferramentas de otimização do software Mathematica v.4.1 (Wolfram Research, Inc., USA), pode-se calcular os valores de V_f e T_f para as quais se obtém, teoricamente, um máximo diâmetro médio de partículas.

$$\left\{ \begin{array}{l} dp_m (\mu m) = 113,18 - 8,13 \cdot X_1 - 12,40 \cdot X_2 \quad [4.5] \\ Yld_{\max} = 70\% = 0,67 - 0,22 \cdot X_1^2 + 0,09 \cdot X_2 \quad [4.6] \end{array} \right.$$

- (i) Substituindo a Eq. 4.6 em 4.5, temos que $dp_m = f(X_1)$.
- (ii) Utilizando-se as ferramentas de maximização do software Mathematica v.4.1, determinaram-se os pontos X_1 e X_2 em que se obtém diâmetro médio máximo ($dp_{m \max}$) para $Yld = 70\%$.
- (iii) Então, calcula-se $dp_{m \max}$ pela Eq. 4.5.

A Tabela 4.10 mostra as condições operacionais no ponto ótimo e os resultados preditos pelos modelos, considerando um rendimento de processo teórico de 70%. O máximo diâmetro médio de partículas teórico, igual a 109,4 μm , foi obtido nas condições operacionais iguais a $X_1 = -0,134$ e $X_2 = 0,396$, que correspondem a 0,21 m/s e 74,2 °C, respectivamente. Ou seja, a velocidade ótima de fluidização foi obtida em $2,3V_{mf}$, que resulta em uma rh_{out} de 27%.

A fim de verificar a validade dos modelos, também se realizaram ensaios experimentais no ponto ótimo de processo (Tabela 4.10). Os resultados experimentais para o rendimento do processo e diâmetro médio de partículas foram iguais a 67% e 121,2 μm , respectivamente. Pode-se observar que os resultados obtidos experimentalmente são bastante semelhantes aos resultados preditos pelo modelo, o que evidencia o bom ajuste dos modelos para o processo de aglomeração de acerola em pó.

Tabela 4.10: Parâmetros operacionais otimizados: valores preditos e resultados experimentais (tempo de processo: 20 min; vazão de ligante: 0,6 ml/min; pressão de atomização: 1 bar; altura do bico aspersor: 600 mm; massa de amostra: 0,25 kg).

Variável	Ponto ótimo (predito)	Ponto ótimo (experimental)
$V_f (X_1)$	0,21 m/s (-0,134)	0,21 m/s
$T_f (X_2)$	74,2 °C (0,396)	74 °C
Yld	70%	67%
dp_m	109,4 μm	121,2 μm
rh_{out}	27%	-

4.3.4 Cinética de aglomeração da acerola em pó

4.3.4.1 Crescimento de partículas

A cinética de aglomeração foi estudada a fim de investigar o aumento de tamanho de partículas ao longo do tempo (períodos de 5, 10, 15 e 20 minutos). Os ensaios de cinética foram realizados nas condições ótimas de processo, fixando-se a velocidade e temperatura de fluidização em 74 °C e 0,21 m/s. A vazão de ligante, pressão de atomização, altura do bico aspersor e massa de amostra, foram mantidos em 0,6 ml/min, 1 bar, 600 mm e 0,25 kg, respectivamente. Os experimentos foram realizados em duplicatas, de maneira que os resultados foram expressos pelas respectivas médias e desvios padrão.

No decorrer do processo de aglomeração, a superfície das partículas da matéria-prima é umedecida pela água atomizada formando uma película pegajosa que propicia a adesão entre partículas e subsequente formação dos grânulos. A Figura 4.8 mostra o aumento do diâmetro médio de partículas ao longo do tempo de granulação. Pode-se observar que a maior taxa de aglomeração ocorre nos primeiros 5 minutos de processo. Após este intervalo, a taxa de consolidação dos grânulos mantém-se constante e o diâmetro médio de partículas cresce linearmente com o tempo de processo. Em 20 minutos de

processo, o diâmetro médio do produto aumentou 65,5% quando comparado com a matéria-prima inicial.

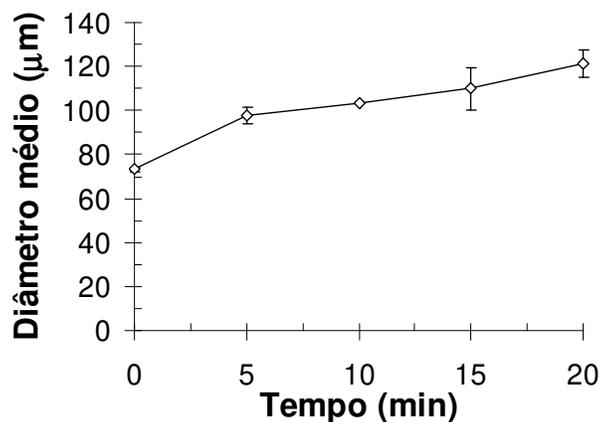


Figura 4.8: Aumento do diâmetro médio de partículas ao longo do tempo de aglomeração.

O crescimento de partículas durante a aglomeração também pode ser observado pela Figura 4.9, que mostra o deslocamento do pico de distribuição de tamanho de partículas nos períodos de 0, 10 e 20 minutos de processo. Após 20 minutos de granulação, o pico inicial da distribuição é deslocado de 45,5 μm para 128 μm. Conseqüentemente, o diâmetro médio de partículas também é alterado, aumentando de 73,2 μm para 121,2 μm.

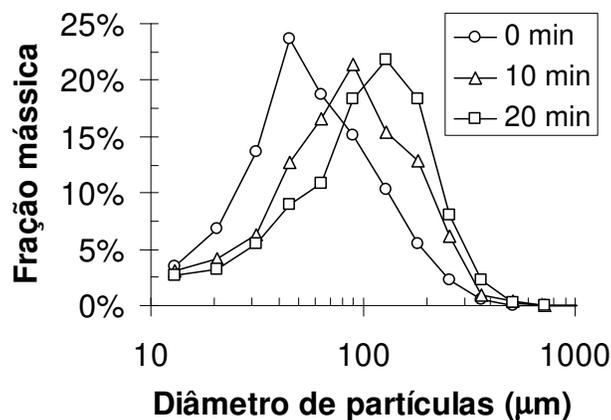


Figura 4.9: Distribuição de tamanho de partículas em diferentes intervalos processo.

Tendo em vista que o aumento de tamanho de partículas é decorrente da aglomeração entre as partículas contidas na matéria-prima, a fração mássica de finos tende a decrescer, enquanto a fração de grânulos grossos tende a aumentar durante o tempo de processo. A Figura 4.10 mostra o comportamento da fração mássica, para cada intervalo de tamanho de partículas, ao longo do tempo. Pode-se observar que a fração de finos (entre 20,5 e 64 μm) decresce, continuamente, formando partículas mais grossas (entre 128 e 256 μm). Conseqüentemente, a fração de partículas com diâmetro maior que 128 μm aumenta com o tempo, enquanto a fração de partículas com diâmetro menor que 64 μm decresce. Entretanto, para as partículas com diâmetro próximo a 90,5 μm , a fração mássica aumenta nos primeiros 10 minutos e decresce no intervalo final do processo, ou seja, ao final do processo, a fração de partículas contidas no intervalo de 90,5 μm é praticamente a mesma da distribuição de tamanho inicial. Assim, pode-se considerar que o comportamento das partículas com tamanho próximo a 90,5 μm traça uma espécie de linha divisória entre as partículas mais finas ($dp_{eqi} < 90,5 \mu\text{m}$) e as partículas grossas ($dp_{eqi} > 90,5 \mu\text{m}$), observada na Figura 4.11. Tendo em vista esta divisão entre partículas finas e grossas, pode-se verificar que a matéria-prima contém 66,4% de finos e 18,4% de partículas grossas, enquanto o produto aglomerado contém 31,1% de finos e 50,6% de partículas grossas. Logo, a variação da fração de finos (35,3%) foi praticamente a mesma variação da fração de partículas mais grossas (32,1%).

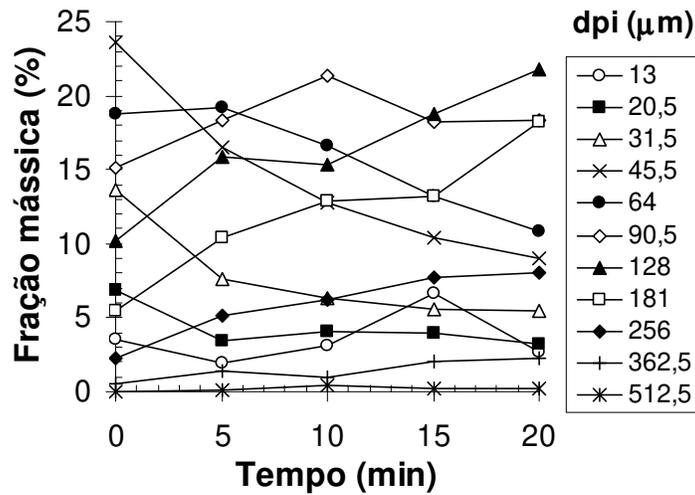


Figura 4.10: Evolução da fração mássica para cada diâmetro de partícula i ao longo do tempo de processo.

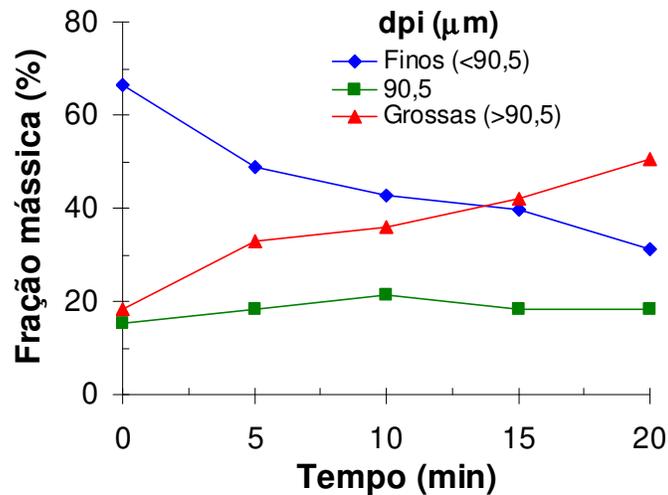


Figura 4.11: Evolução da fração de partículas finas e grossas durante a aglomeração.

4.3.4.2 Alterações das propriedades físicas dos grânulos

Após 20 minutos de granulação, o conteúdo de umidade da acerola em pó (em base seca) aumentou de 4,6% para 5,4%, devido ao equilíbrio entre a capacidade de secagem e umidificação das partículas durante a aglomeração no leito fluidizado. A Figura 4.12 mostra o aumento do conteúdo de umidade ao longo do tempo de aglomeração.

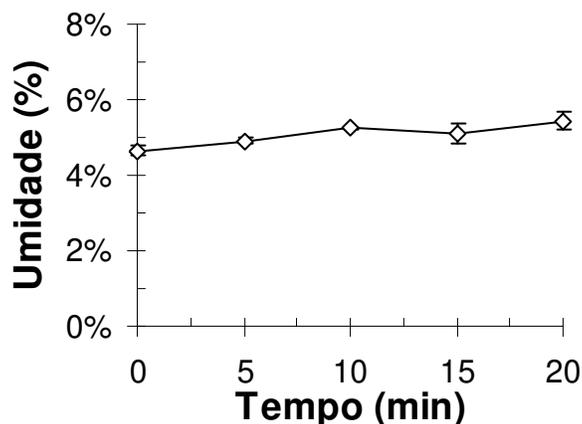


Figura 4.12: Conteúdo de umidade da acerola em pó durante o processo de aglomeração.

A consolidação dos grânulos também promove um aumento das propriedades de instantaneização da acerola em pó, facilitando a penetração, umedecimento, dispersão e dissolução do produto quando adicionado em água. A Figura 4.13 mostra o aumento da solubilidade do produto ao longo do tempo de processo. Os resultados mostram que conforme há um aumento do tamanho de partículas, a solubilidade também aumenta, atingindo um máximo em 15 minutos de processo, quando o diâmetro médio de partículas é igual a 110 μm .

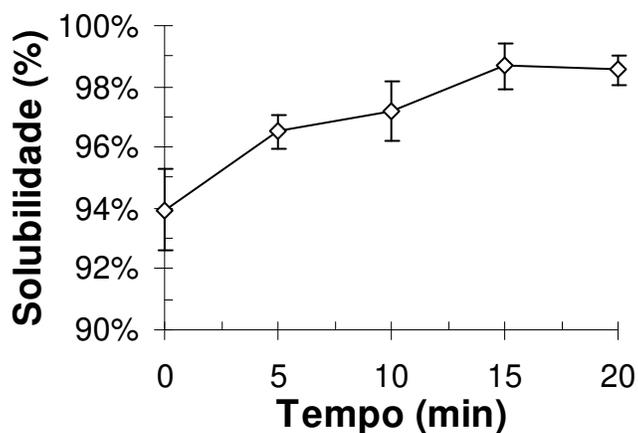


Figura 4.13: Solubilidade da acerola em pó durante o processo de aglomeração.

Os produtos obtidos ao longo da cinética (em 0, 5, 10, 15 e 20 minutos) também foram analisados pelo teste de tempo de instantaneização, a fim de avaliar o tempo necessário para a penetração das partículas sobre a superfície da água. A Figura 4.14 mostra o tempo de instantaneização para estes produtos em função do tamanho de partículas de acerola em pó. Pode-se observar que o aumento de tamanho de partículas propicia uma redução do tempo de penetração das partículas quando adicionadas sobre a superfície da água. Por exemplo, partículas com diâmetro médio próximo a 70 μm obtiveram um tempo de instantaneização de 17 segundos, enquanto para as partículas com tamanho de 120 μm o tempo de instantaneização foi de apenas 4 segundos, o que evidencia o aumento das propriedades de instantaneização após o processo de aglomeração. JINAPONG *et al.* (2008) também observaram um decréscimo do tempo de penetração das partículas de leite de soja em pó após a aglomeração. O aumento do diâmetro médio de 131 para 259 μm resultou no decréscimo do tempo de instantaneização de 218 para 42 segundos. De modo geral, é conhecido que a aglomeração propicia um aumento da taxa de penetração de líquido tanto nos espaços contidos entre os grânulos como no interior dos poros, via capilaridade, resultando no decréscimo do tempo de instantaneização do produto (SCHUBERT, 1993; HLA e HOGKAMP, 1999 e KNIGHT, 2001).

Além do aumento do tamanho de partículas atribuir melhores propriedades de instantaneização, os produtos aglomerados também possuem maior fluidez que comparados com as partículas finas. Por exemplo, no trabalho de TURKI e FATAH (2008) os autores relataram que a aglomeração de partículas coesivas de TiO_2 (Grupo C de Geldart) resulta na formação de grânulos maiores e com propriedades de livre-escoamento, pertencentes aos grupos A e B de Geldart. Outros estudos também constataram uma melhora da fluidez com o aumento de tamanho de partículas pela aglomeração (N`DRI-STEMPFER *et al.*, 2003; VU *et al.*, 2003; TURCHIULI, *et al.*, 2005a; TURCHIULI, *et al.* 2005b e FUCHS *et al.*, 2006).

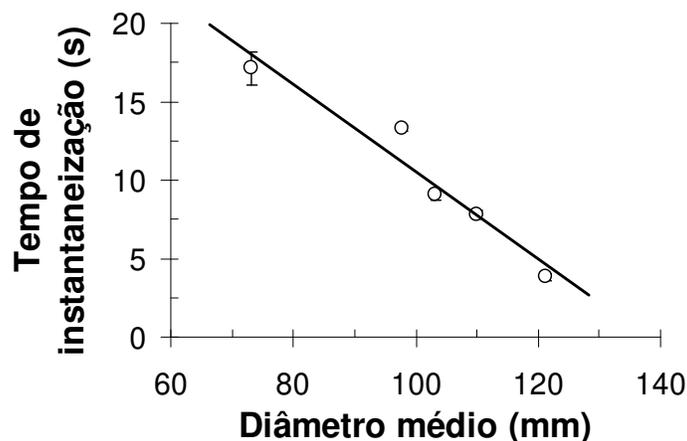


Figura 4.14: Tempo de instantaneização para partículas de acerola em pó em função do diâmetro médio de partículas.

4.3.5 Morfologia de partículas

As figuras 4.15 e 4.16 mostram as imagens obtidas pelo estereomicroscópio e respectivas silhuetas da área de projeção das partículas de acerola em pó, da matéria-prima e do produto aglomerado. Pode-se observar que as partículas da matéria-prima possuem forma circular e maior compacidade, enquanto as partículas aglomeradas são alongadas, possuem forma irregular e apresentam, em algumas conformações, pequenas pontes sólidas que formam a estrutura aglomerada. Embora a maior fração da distribuição de tamanho encontra-se no intervalo entre 90,5 e 181 μm , pode-se verificar, por meio das fotografias, que o produto aglomerado também contém uma fração de partículas finas.

Segundo PALZER (2008), a obtenção de partículas grossas e com forma irregular é uma característica da aglomeração de partículas solúveis ou parcialmente solúveis em água. Deste modo a produção de grânulos irregulares e porosos, obtidos em processos de aglomeração de alimentos em pó, é encontrada em diversos trabalhos (TURCHIULI *et al.*, 2005a; FUCHS *et al.*, 2006; JINAPONG *et al.*, 2008; MARTINS e KIECKBUSCH, 2008).

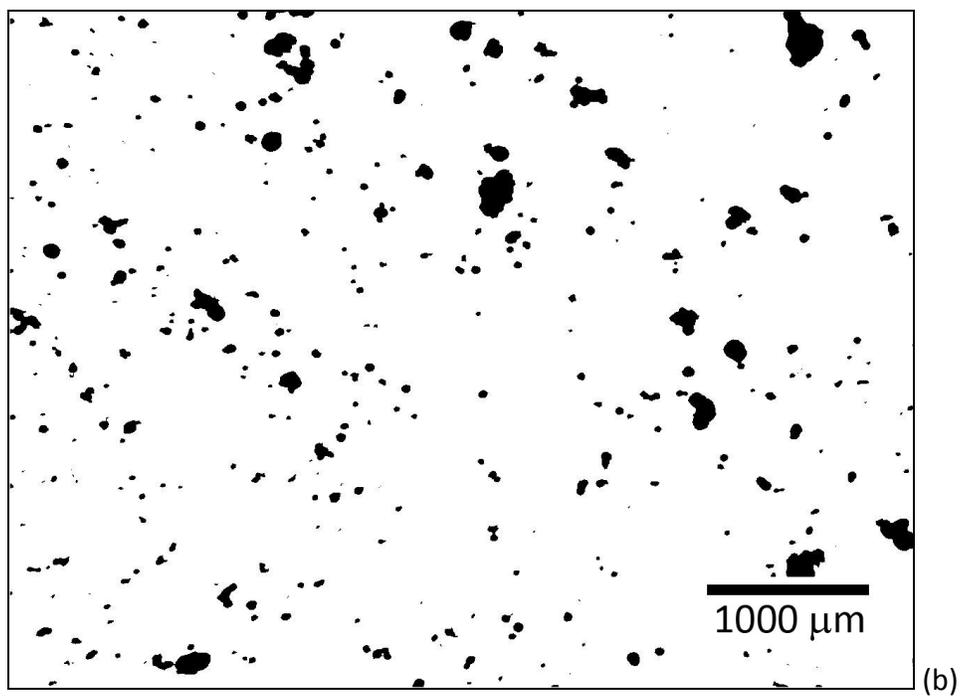
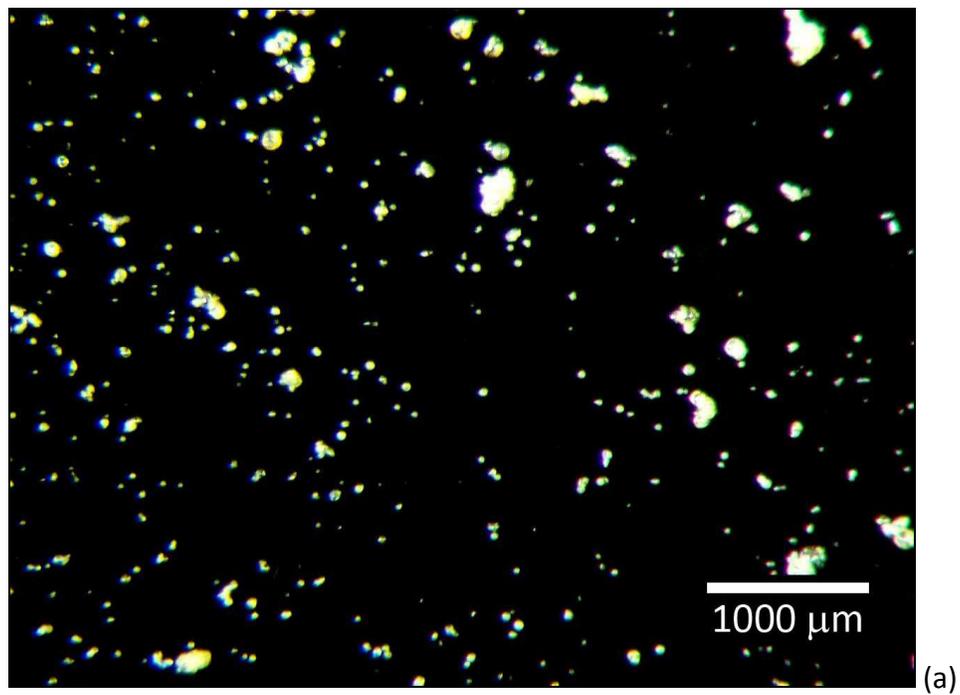


Figura 4.15: Partículas de acerola em pó para a matéria-prima, obtidas pelo estereomicroscópio (a) e em modo binário (b).

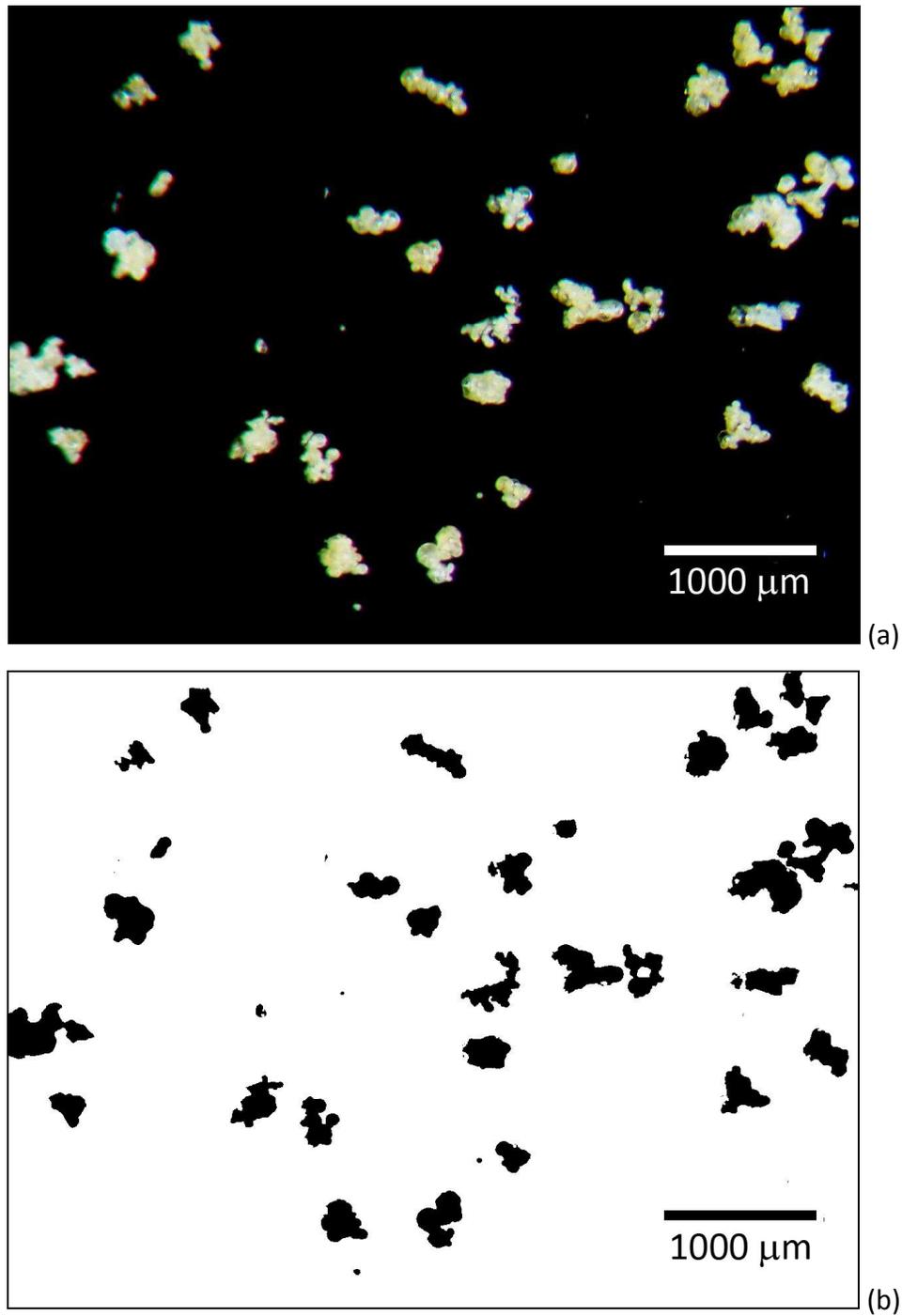


Figura 4.16: Partículas de acerola em pó para o produto aglomerado, obtidas pelo estereomicroscópio (a) e em modo binário (b).

As partículas do produto aglomerado foram classificadas em diferentes intervalos de tamanho, como mostra a Figura 4.17, utilizando-se a ferramenta de classificação de tamanho de partículas do software IMAGEJ v.1.40 (National Institutes of Health, USA). Tal procedimento permitiu realizar um peneiramento virtual a partir da área de projeção 2D das partículas. Ao analisar a sequência de imagens, pode-se observar a evolução do aumento do diâmetro de partículas e as respectivas mudanças estruturais. Durante a aglomeração, o aumento de tamanho de partículas dá-se basicamente pela coalescência entre duas ou mais partículas, ou grânulos. As partículas finas, com diâmetro inferior a 95 μm , são unitárias ou formadas por pequenos aglomerados, constituídos por até três partículas. Os grânulos mais grossos, com diâmetro superior a 105 μm , são formados a partir da aglomeração dessas partículas finas.

Os parâmetros de forma de cada intervalo de tamanho de partículas da distribuição de tamanho do produto aglomerado são apresentados pela Figura 4.18. Pode-se observar que as partículas mais finas, com diâmetro de até 105 μm , apresentam uma forma mais arredondada e com superfície regular. As partículas com diâmetro intermediário, entre 105 e 305 μm , apresentam forma alongada e irregular, e possuem pequena compactidade. As partículas com diâmetro maiores que 305 μm são arredondadas e compactas, embora também apresentem superfície irregular. Estes resultados foram semelhantes aos obtidos por TURCHIULI *et al.* (2005a), que também observaram que a forma das partículas torna-se mais irregular com o aumento de tamanho de partículas durante a aglomeração de partículas de zeína em leite fluidizado. Segundo os autores, as partículas com tamanho de 750 μm possuem forma mais irregular que as partículas mais finas ($dp_m < 400 \mu\text{m}$) ou grânulos mais grossos ($dp_m > 1000 \mu\text{m}$).

A estrutura irregular e porosa dos aglomerados é normalmente formada por pequenas pontes sólidas (TURCHIULI *et al.*, 2005a; FUCHS *et al.*, 2006; JINAPONG *et al.*, 2008; MARTINS e KIECKBUSCH, 2008 e PALZER, 2008), que são facilmente solubilizadas quando imersas em água (SCHUBERT, 1993; HLA e HOGEKAMP, 1999; KNIGHT, 2001 e JINAPONG *et al.*, 2008).

Deste modo, pode-se dizer que a transformação estrutural das partículas finas em aglomerados contribuiu para o aumento das propriedades de instantaneização da acerola em pó.

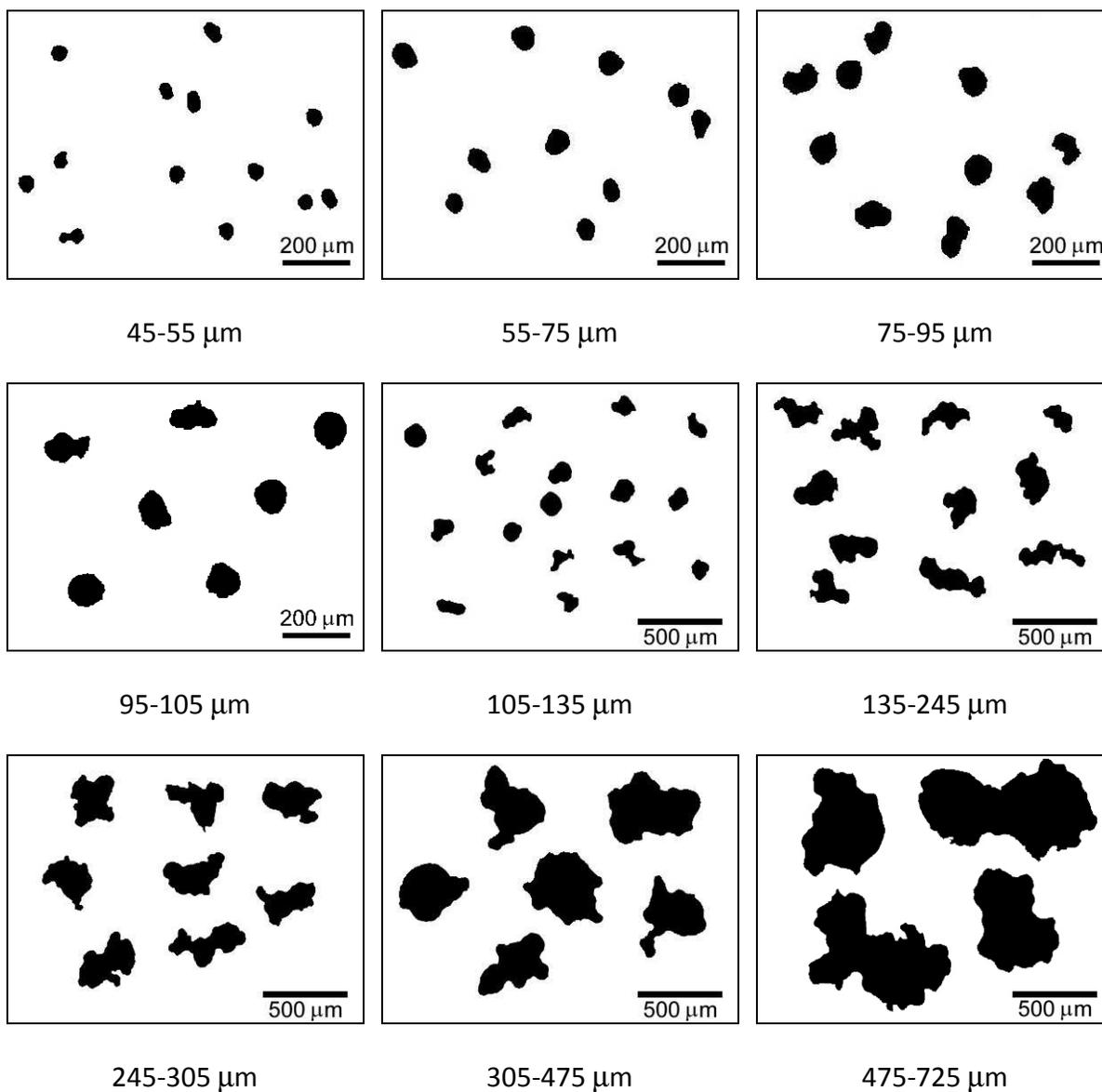


Figura 4.17: Fotografias da área de projeção 2D das partículas de acerola em pó, após o processo de aglomeração, em diferentes intervalos de tamanho.

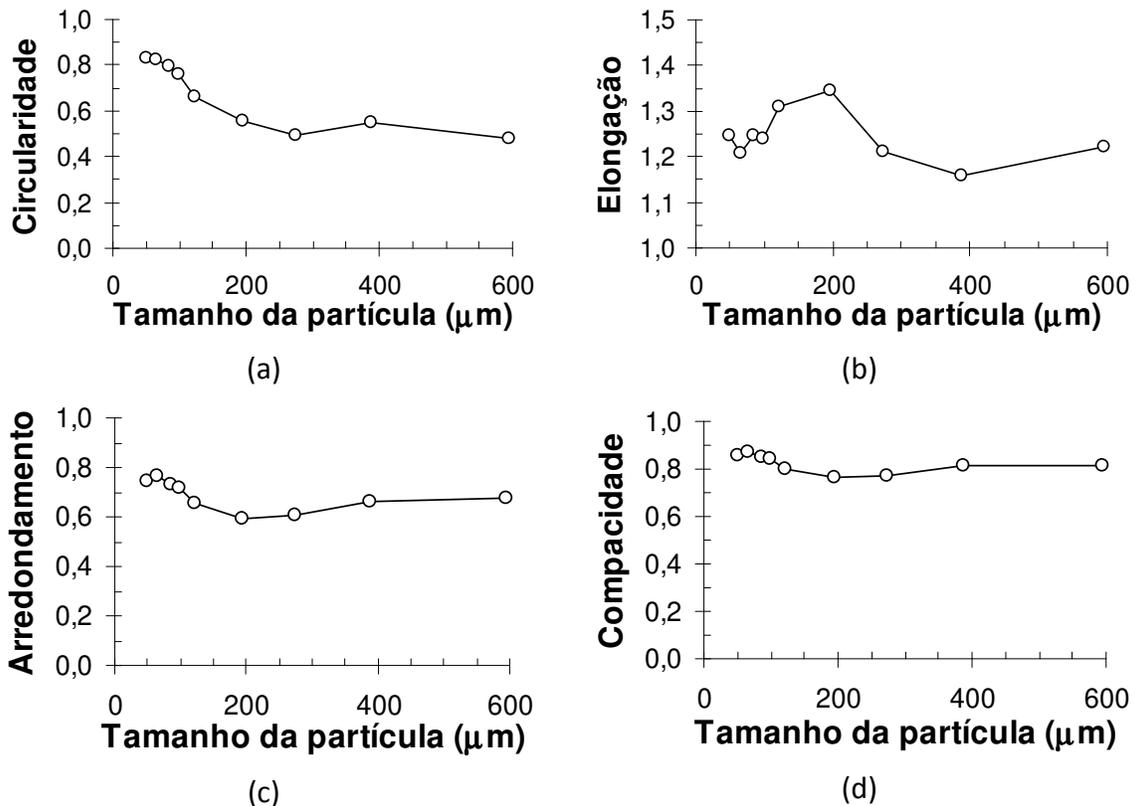


Figura 4.18: Fatores de forma para os diferentes tamanhos de partícula do produto aglomerado: (a) Circularidade, (b) Elongação, (c) Arredondamento e (d) Compacidade.

4.4 CONCLUSÕES

A aglomeração de acerola em pó ocorre devido à pulverização de água sobre a superfície das partículas, que resulta na formação de uma película úmida e pegajosa (viscosa) e subsequente coalescência entre partículas. Após a secagem destas partículas, a estrutura aglomerada se consolida propiciando o aumento de tamanho de partículas. Por outro lado, a umidade relativa do ar fluidizante na saída do leito (rh_{out}) aumenta devido à secagem do líquido atomizado. Para pequenos valores de temperatura e velocidade de fluidização, há um aumento excessivo da umidade relativa, reduzindo a eficiência de secagem das partículas e resultando na incrustação das partículas de acerola em pó na parede do leito. Portanto, a umidade relativa do ar na saída do leito mostrou-se ser um adequado parâmetro de monitoramento do processo de aglomeração por umidificação.

Baseando-se nas análises das superfícies de resposta, foi possível selecionar as condições ótimas de processo que produzem, simultaneamente, elevadas taxas de crescimento de partícula e de rendimento do processo. O ponto ótimo de processo foi obtido próximo aos níveis intermediários do planejamento composto central, onde se minimiza a perda de produto por incrustação ou elutriação de finos.

Os grânulos obtidos durante a aglomeração em leito fluidizado são morfológicamente caracterizados por apresentarem superfície irregular. Estas partículas possuem a propriedade de penetrar rapidamente na superfície da água, devido à ação de forças capilares da interação sólido-líquido. Deste modo, o produto aglomerado apresentou melhores propriedades de instantaneização, ou maior solubilidade e dispersão em água, que quando comparado com a matéria-prima, proveniente da secagem em spray dryer.

4.5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ANDRADE J.S., GALEAZI M.A.M., ARAGÃO C.G. e CHAVES-FLORES W.B., Valor nutricional do 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., MOSCOBO C.G., Ascorbic acid content and other characteristics of West Indian cherry. **Food Research**, v. 15, n. 1, p. 103-106, 1950.
- DACANAL G.C., Estudo da granulação de suco de acerola desidratado em leito fluidizado, **Dissertação de Mestrado**, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, SP, Brasil, D115e, 2005.
- DACANAL G.C., MENEGALLI F.C., Experimental study of fluidized bed agglomeration of acerola powder, **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 25, p. 51-58, 2008.
- ENNIS B.J., Agglomeration and size enlargement Session summary paper, **Powder Technology**, v. 88, p. 203-225, 1996.

- FUCHS M., TURCHIULI C., BOHIN M., CUVELIER M.E., ORDONNAUD C., PEYRAT-MAILLARD M.N. e DUMOULIN E., Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidised bed agglomeration, **Journal of Food Engineering**, v. 75, p. 27-35, 2006.
- FONSECA H., NOGUEIRA J.N., 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.
- HLA P.K., HOGEKAMP S., Wetting behaviour of instantized cocoa beverage powders, **International Journal of Food Science and Technology**, v. 34, p. 335-342, 1999.
- 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, 2001a.
- IVESON S.M., WAUTERS P.A.L., FORREST S., LITSTER J.D., MEESTERS G.M.H., SCARLETT B., Growth regime map for liquid-bound granules: Further development and experimental validation, **Powder Technology**, v. 117, n. 1-2, p. 83-97, 2001b.
- IVESON S.M., PAGE N.W., LITSTER J.D., The importance of wet-powder dynamic mechanical properties in understanding granulation, **Powder Technology**, v.130, p. 97-101, 2003.
- JIMÉNEZ T., TURCHIULI C., DUMOULIN E., Particles agglomeration in a conical fluidized bed in relation with air temperature profiles, **Chemical Engineering Science**, v.61, p.5954-5961, 2006.
- JINAPONG N., SUPHANTHARIKA M., JAMNONG P., Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration, **Journal of Food Engineering**, v. 84, p. 194-205, 2008.

- KNIGHT P.C., Structuring agglomerated products for improved performance, **Powder Technology**, v. 119, p. 14-25, 2001.
- MARTINS P.C., KIECKBUSCH T.G., Influence of a lipid phase on steam jet agglomeration of maltodextrin powders, **Powder Technology**, v. 185, p. 258-266, 2008.
- MEZADRI T., FERNANDEZ-PACHON M.S., VILLANO D., GARCÍA-PARRILLA M.C., TRONCOSO A.M., El fruto de la acerola: composición. características productivas e importancia económica, **Archivos Latinoamericanos de Nutrición**, v.56 (2), 2006. http://www.alanrevista.org/ediciones/2006-2/fruto_acerola.asp.
- MOREIRA G.E.G., COSTA M.G.M., SOUZA A.C.R., BRITO E.S., MEDEIROS M.F.D. e AZEREDO H.M.C., Physical properties of spray dried acerola pomace extract as affected by temperature and drying aids, **LWT - Food Science and Technology**, v. 42, p. 641-645, 2009.
- N'DRI-STEMPFER B., OULAHNA D., ETERRADOSSI O., BENHASSAINE A., e DODDS J.A., Binder granulation and compaction of coloured powders, **Powder Technology**, v. 130, p. 247-252, 2003.
- PALZER S., Influence of material properties on the agglomeration of water-soluble amorphous particles, **Powder Technology**, *article in press*, 2008.
- 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., Instantization of powdered food products, **International Chemical Engineering**, v.33, p.28-45, 1993.
- TURCHIULI C., ELOUALIA Z., MANSOURI N., DUMOULIN E., Fluidised bed agglomeration: Agglomerates shape and end-use properties, **Powder Technology**, v. 157, p. 168-175, 2005a.

TURCHIULI C., FUCHS M., BOHIN M., CUVELIER M. E., ORDONNAUD C., PEYRAT-MAILLARD M. N., *et al.*, Oil encapsulation by spray drying and fluidised bed agglomeration, **Innovative Food Science and Engineering Technologies**, v. 6, p. 29-35, 2005b.

TURKI D., FATAH N., Behavior and fluidization of the cohesive powders: Agglomerates sizes approach, **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 25 (4), p. 697-711, 2008.

VU T.O., GALET L., FAGES J., OULAHNA D., Improving the dispersion kinetics of a cocoa powder by size enlargement, **Powder Technology**, v. 130, p. 400-406, 2003.

YAMASHITA F., BENASSI M.T., TONZAR A.C., MORIYA S., FERNANDES J.G., Produtos de acerola: estudo da estabilidade de vitamina C, **Ciencia e Tecnologia de Alimentos**, v. 23 (1), p. 92-94, 2003.

Capítulo 5

AGLOMERAÇÃO DE PROTEÍNA ISOLADA DE SOJA EM LEITO FLUIDIZADO PULSADO

5.1 INTRODUÇÃO

A aglomeração de alimentos em pó é muito utilizada quando se deseja aumentar as propriedades de instantaneização de alimentos em pó, obtidos pela secagem em spray dryer. Dentre os principais tipos de processos, pode-se destacar a aglomeração em leite fluidizado, devido à produção de grânulos porosos e de baixa compactidade, caracterizados pela fácil dispersão e dissolução em líquidos (SCHUBERT, 1987). O princípio de operação deste processo consiste na fluidização das partículas pela passagem de ar quente através do leite e o umedecimento superficial, devido à atomização de água ou ligante. Entretanto, os produtos obtidos pela secagem em spray são normalmente caracterizados como sendo finos, coesivos e apresentam difícil fluidização – grupos A e C de Geldart. Deste modo, torna-se conveniente utilizar leites fluidizados modificados - vibrados, pulsados ou com diferentes geometrias (SENADEERA, *et al.*, 2000; REYES, *et al.*, 2007; KUNII e LEVENSPIEL, 1991) - que resultem em um aumento da movimentação das partículas e homogeneidade do leite durante a fluidização, os quais permitem aglomerar produtos em pó oriundo da secagem em spray dryer.

O consumo de derivados de soja em sobremesas e em bebidas substituintes do leite tem se tornado mais frequente, principalmente devido aos reduzidos níveis de colesterol e ausência de lactose (LIU, 1997 e POMERANZ, 1991 *apud* JINAPONG *et al.*, 2008). Em um recente trabalho foi produzido leite de soja em pó instantaneizado, obtido pela secagem em spray dryer e posterior aglomeração em leite fluidizado (JINAPONG *et al.*, 2008).

Entretanto, até o presente momento, a bibliografia em aglomeração de produtos derivados de soja em pó ainda é escassa.

Neste capítulo apresentam-se os resultados obtidos referentes ao processo de aglomeração de proteína isolada de soja em leite fluidizado pulsado, utilizando-se soluções aquosas de maltodextrina como líquido ligante. A caracterização da proteína isolada de soja consistiu na análise da composição centesimal e determinação das propriedades físicas dos sólidos particulados. Por meio da metodologia de planejamento composto central e análise de superfícies de resposta, foi possível determinar o ponto de maior desejabilidade de processo, em que se produziram grânulos mais grossos e com maior molhabilidade. Os perfis de temperatura no interior do leite foram obtidos, por meio de um sistema de aquisição de dados, para algumas condições operacionais do planejamento experimental. Também foram realizadas análises morfológicas, para a matéria-prima e produto aglomerado, a fim de investigar os mecanismos de coalescência entre partículas durante a aglomeração.

5.2 MATERIAIS E MÉTODOS

5.2.1 Matéria-prima

A proteína isolada de soja (Supro[®] 780) utilizada neste trabalho foi obtida pela secagem por spray dryer, adquirida comercialmente e produzida pela empresa *The Solae Company*, Brasil. Amostras contendo 0,15 kg foram utilizadas nos ensaios fluidodinâmicos e ensaios experimentais de aglomeração, realizados a diferentes frequências de pulsação.

Os processos de aglomeração de proteína isolada de soja utilizaram soluções aquosas de maltodextrina (MOR-REX, 20% d.e., *Corn Products do Brasil*), a 27 °C, como líquido ligante.

5.2.2 Caracterização da matéria-prima e produto aglomerado

As análises de caracterização da matéria-prima e do produto aglomerado foram realizadas a partir das análises de teor de umidade (item 3.1.1); tempo de instantaneização (item 3.1.3); análises de imagem e morfologia (item 3.1.4); diâmetro médio e distribuição

de tamanho de partículas (item 3.1.5); densidade do leite e porosidade (item 3.1.6), descritos no Capítulo 3.

5.2.3 Equipamentos

O item 3.3 do Capítulo 3 descreve o equipamento utilizado para a realização dos ensaios de aglomeração de proteína isolada de soja. No item 3.4 do Capítulo 3, são descritos os procedimentos de operação do equipamento.

5.2.4 Descrição dos ensaios experimentais

5.2.4.1 Efeito da concentração e vazão de ligante durante a aglomeração em leite fluidizado pulsado para proteína isolada de soja

Preliminarmente aos ensaios do planejamento composto central, foram realizados quatro experimentos a fim de avaliar os efeitos da concentração e vazão do líquido ligante durante o processo de aglomeração de proteína isolada de soja. Os líquidos ligantes utilizados foram soluções aquosas de maltodextrina nas concentrações de 0; 10; 25 e 40%. As respectivas vazões de atomização foram iguais a 1,7 g/min; 1,9 g/min; 2,3 g/min e 3,0 g/min. Desta forma, a vazão relativa de água utilizada na atomização foi mantida constante em, aproximadamente, 1,7 g/min. Tais condições experimentais foram selecionadas baseando-se na hipótese de não-alteração da capacidade efetiva de secagem do leite fluidizado, de modo que a energia requerida para a evaporação da fração de água atomizada foi mantida constante em todos os ensaios. A Tabela 5.1 mostra as condições operacionais de concentração e vazão de ligante, enquanto a Tabela 5.2 mostra as variáveis fixas dos ensaios P00, P10, P25 e P40.

Tabela 5.1: Níveis estudados para a avaliação do efeito da concentração e vazão de ligante para a proteína isolada de soja.

Nome do ensaio	Concentração do ligante [%]*	Vazão de ligante [g/min]
P00	0	1,7
P10	10	1,9
P25	25	2,3
P40	40	3,0

*g de maltodextrina / 100 g de solução ligante

Tabela 5.2: Variáveis fixas utilizadas nos ensaios do planejamento composto central do processo de aglomeração para a proteína isolada de soja.

Variável	Nível
Tempo de processo	40 minutos
Velocidade de fluidização	0,57 m/s
Temperatura do ar fluidizante	75 °C
Frequência de pulsação do ar	600 rpm
Pressão relativa de atomização	1 bar
Altura do bico aspersor em relação à base do leito	300 mm
Massa de amostra	0,15 kg

5.2.4.2 Planejamento experimental e otimização de processo

As faixas de operação e os níveis utilizados no planejamento composto central do processo de aglomeração de proteína isolada de soja foram baseados no estudo dos efeitos da concentração e vazão de ligante para aglomeração de proteína isolada de soja (item 5.2.2) e condições operacionais limitantes dos equipamentos. As variáveis investigadas foram: pressão de atomização (P_{atom}) e vazão (Q_{lig}) e concentração (C_{lig}) da solução aquosa de maltodextrina, utilizada como líquido ligante. A finalidade do planejamento experimental foi determinar as faixas de operação onde fossem obtidos, simultaneamente,

elevado rendimento de processo (Yld), significativo aumento de tamanho de partículas (dp_m) e baixos valores de umidade final do produto (Mst). Para tanto, utilizou-se um planejamento composto central 2^3 , com 3 pontos centrais. Assim, foram realizados 17 ensaios no total ($2^k + 2k + 3$, onde $k = 3$ variáveis). Os ensaios no ponto central foram realizados em triplicata, a fim de avaliar o erro experimental. A Tabela 5.3 mostra os parâmetros de processo utilizados no planejamento, em valores experimentais e codificados, para os níveis inferior, central, superior e pontos axiais. A Tabela 5.4 mostra as condições operacionais fixas do planejamento composto central. Os resultados do planejamento experimental foram estatisticamente analisados utilizando-se o software STATISTICA v.5.5 (StatSoft, Inc., USA). Os modelos de predição e as respectivas superfícies de resposta foram calculados, para as respostas de diâmetro médio de partículas e rendimento do processo, a um intervalo de confiança de 95% ($p < 0,05$). A partir dos modelos obtidos pelo planejamento composto central, o ponto ótimo de processo foi determinado utilizando-se o software Mathematica v.4.1 (Wolfram Research, Inc., USA).

Tabela 5.3: Níveis estudados no planejamento composto central o processo de aglomeração para a proteína isolada de soja

Níveis codificados	Vazão de ligante (g/min)	Concentração do ligante (%)	Pressão de atomização (bar)
-1,68	0,5	10	0,5
-1	1,1	18,1	0,7
0	2,0	30	1,0
+1	2,9	41,9	1,3
+1,68	3,5	50	1,5

Tabela 5.4: Variáveis fixas utilizadas nos ensaios do planejamento composto central do processo de aglomeração para a proteína isolada de soja.

Variável	Nível
Tempo de processo	40 minutos
Velocidade de fluidização	0,57 m/s
Temperatura do ar fluidizante	75 °C
Frequência de pulsação do ar	600 rpm
Altura do bico aspersor em relação à base do leito	300 mm
Massa de amostra	0,15 kg

5.2.4.3 Determinação do ponto ótimo de processo

A partir dos modelos de predição obtidos pelo planejamento composto central determinaram-se, teoricamente, as condições operacionais de ponto ótimo de processo para a aglomeração de proteína isolada de soja. Nestas condições, apresentadas pela Tabela 5.5, foram realizados ensaios experimentais, a fim de verificar a validação do modelo e determinar os desvios entre os resultados preditos e experimentais.

Tabela 5.5: Variáveis fixas definidas como ponto ótimo do processo de aglomeração para a proteína isolada de soja

Variável	Nível
Vazão de solução ligante	2,7 g/min
Concentração do ligante	49 g de maltodextrina /100 g de solução
Pressão de atomização	0,55 bar
Tempo de processo	40 minutos
Velocidade de fluidização	0,57 m/s
Temperatura do ar fluidizante	75 °C
Frequência de pulsação do ar	600 rpm
Altura do bico aspersor em relação à base do leito	300 mm
Massa de amostra	0,15 kg

5.3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.3.1 Caracterização físico-química da proteína isolada de soja

A proteína isolada de soja em pó, obtida pela secagem em *spray dryer*, pode ser caracterizada como sendo um sólido particulado fino e apresenta diâmetro médio de partículas, densidade do leito e densidade do sólido iguais a 80,1 μm , 0,322 g/cm^3 e 0,864 g/cm^3 , respectivamente. Desta forma, o comportamento fluidodinâmico da proteína isolada de soja pode ser teoricamente classificado pelo grupo A de Geldart, ou seja, estas partículas possuem elevada fluidez e fácil fluidização. Entretanto, foi observado experimentalmente que para baixas velocidades de fluidização, o comportamento fluidodinâmico da proteína isolada de soja foi semelhante ao descrito pelo grupo C de Geldart, caracterizado pela elevada coesividade e formação de canais preferenciais de ar no leito. De modo geral, partículas com tamanho menor que 50 μm são classificadas como sendo coesivas e apresentam baixa fluidez. Entretanto, a fluidodinâmica também é dependente da distribuição de tamanho, morfologia (forma) e propriedades físicas das partículas, como a densidade, área superficial e porosidade (TURKI e FATAH, 2008). Além disso, o aumento da coesividade e alterações na fluidodinâmica de alimentos em pó também podem ser atribuídos às propriedades viscoelásticas das partículas que variam com a taxa de deformação, temperatura e teor de umidade, além da composição química do produto (PALZER, 2008).

A velocidade mínima de fluidização das partículas de proteína isolada de soja foi determinada experimentalmente em 0,57 m/s em leito convencional, e em 0,38 m/s para a fluidização em leito fluidizado pulsado, a 900 rpm. Também foi observado experimentalmente que a qualidade da fluidização foi melhorada com o uso da pulsação do ar fluidizante, reduzindo a formação de canais preferenciais e permitindo o início da fluidização em velocidades mais baixas. A Tabela 5.6 mostra as propriedades físicas da proteína isolada de soja em pó obtidas experimentalmente.

Tabela 5.6: Propriedades físicas da proteína isolada de soja (SUPRO[®] 730).

Propriedade	Média	Desvio padrão
Diâmetro médio de partícula (μm)	80,14	8,31
Porosidade do leito (%)	62,7%	1,3%
Densidade do sólido (g/cm^3)	0,864	0,030
Densidade do leito (g/cm^3)	0,322	0,003
Densidade do leito compactado (g/cm^3)	0,380	0,005
Velocidade mínima de fluidização (m/s)*	0,38 a 0,57	n.d.

*Dependente da frequência de pulsação (0 a 900 rpm).

A composição química da proteína isolada de soja também foi determinada por meio de análises físico-químicas e informações obtidas pelo do fabricante, como mostra a Tabela 4.5. Os principais constituintes são proteínas e fibras, que totalizam 91,3% e 2,18% da composição, respectivamente. Tal composição química fornece à proteína isolada de soja características parcialmente hidrofóbicas e determinada insolubilidade em água, sendo necessário o uso de soluções ligantes (ex: maltodextrina ou biopolímeros) para realizar a aglomeração de partículas. Por exemplo, em um estudo similar realizado por JINAPONG *et al.* (2008), a aglomeração de leite de soja em pó fora realizada utilizando-se soluções aquosas de maltodextrina em concentrações variáveis entre 0 a 20%.

Tabela 5.7: Análise da composição centesimal da proteína isolada de soja (SUPRO[®] 730).

Constituinte	Média	Desvio padrão
Umidade (%) ¹	4,10	0,03
Açúcares (g/100g) ²	-	-
Lipídeos (g/100g) ²	0,47	n.d.
Proteínas (g/100g) ²	91,3	n.d.
Fibras (g/100g) ²	2,18	n.d.
Outros constituintes (g/100g) ³	1,95	n.d.

¹ Resultado obtido experimentalmente; ² Informações do fornecedor; ³ Obtido por meio de cálculos

5.3.2 Efeito da concentração e vazão de ligante durante a Aglomeração em leite fluidizado pulsado

5.3.2.1 Avaliação do crescimento de partículas, teor de umidade do produto e rendimento do processo

A Tabela 5.8 mostra as vazões e concentrações de ligante utilizadas em cada experimento e respectivos resultados médios. Pode-se observar que o aumento da concentração e vazão de ligante atomizado reflete em um aumento do diâmetro médio de partículas.

Tabela 5.8: Vazões de ligante atomizado utilizadas nas cinéticas de aglomeração com diferentes concentrações de ligante.

Ensaio	Conc. de Ligante ¹	Q_T ² (g/min)	$Q_{\text{água}}$ ³ (g/min)	Q_{malto} ⁴ (g/min)	dp_m (μm)	Rendimento total	Fração torrões	Fração elutriada
MP	-	-	-	-	80,14	-	-	-
P00	0%	1,7	1,7	0,0	211,8	19%	-	81%
P10	10%	1,9	1,7	0,2	217,9	51%	-	49%
P25	25%	2,3	1,7	0,6	326	55%	11%	34%
P40	40%	3,0	1,8	1,3	373	69%	-	31%

¹ Concentração de maltodextrina na solução ligante;

² Vazão total de solução utilizada como ligante ($Q_T = Q_{\text{água}} + Q_{\text{malto}}$);

³ Vazão relativa de água na solução ligante ($Q_{\text{água}}$);

⁴ Vazão relativa de maltodextrina na solução ligante (Q_{malto}).

Os perfis de aumento de tamanho de partículas podem ser visualizados pela Figura 5.1, que mostra a cinética de aglomeração para os ensaios P00, P10, P25 e P40. O maior aumento de tamanho de partículas foi obtido para o ensaio P40, em que a concentração de maltodextrina e vazão total de ligante foram iguais a 40% e 3 g/min. Nestas condições, após 40 minutos de processo, o diâmetro médio de partículas aumentou de 80,14 para 373 μm . Os experimentos P00, P10 e P25 produziram grânulos menores, com diâmetro médio de 211; 218 e 326 μm , respectivamente. Também se pode observar que o diâmetro médio aumentou linearmente com o tempo, em todos os ensaios. As perdas de produto foram

decorrentes apenas por elutriação, e em nenhum dos ensaios ocorreu incrustação de produto na parede interna do equipamento.

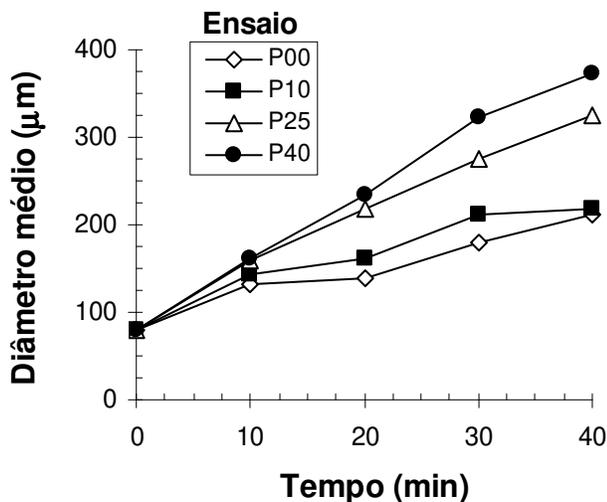


Figura 5.1: Cinética de aglomeração de proteína isolada de soja, utilizando diferentes concentrações e vazões de ligante.

Ao mesmo tempo, o rendimento do processo também aumenta de acordo com o aumento do diâmetro médio de partículas. Em contrapartida ao aumento do diâmetro médio ocorre diminuição da taxa de elutriação de finos, resultando na maior retenção de produto no interior do leito. Por exemplo, os processos P25 e P40 apresentam taxas de crescimento de partículas mais acentuadas e, conseqüentemente, maiores rendimento de processo. Por outro lado, o aumento de tamanho é mais lento para os ensaios P00 e P10, resultando em maiores taxas de elutriação de finos durante o processo e subsequente decréscimo do rendimento final.

A umidade do produto final também tende a aumentar de acordo com o aumento da vazão e concentração de líquido ligante, como mostra a Figura 5.2. Entretanto, observa-se que este aumento de umidade não é proporcional à variação da vazão de ligante, e apresenta um máximo para o ensaio P25. O aumento excessivo da umidade do produto no ensaio P25 também resultou na formação de pequenos torrões, que somaram 11% da massa de produto coletada ao final do processo. Tal fenômeno pode estar associado às alterações da

fluidodinâmica do leito durante a aglomeração. Com o aumento do diâmetro médio de partículas, a fluidização do leito passa de coesiva para aerada e com maior fluidez, resultando também em um aumento das taxas de transferência de calor e de massa do leito fluidizado (KUNII e LEVENSPIEL, 1991 e TURKI e FATAH, 2008). Deste modo, o decréscimo da umidade do ensaio P40, em relação ao ensaio P25, pode ser justificado pela melhora da qualidade de fluidização, devido ao rápido crescimento de partículas durante a aglomeração.

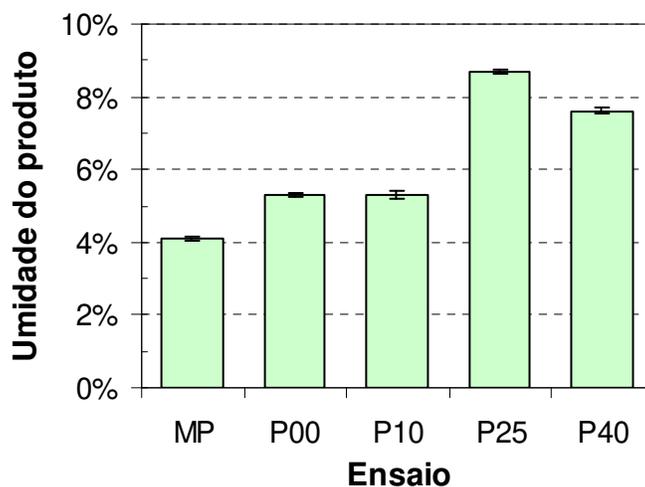


Figura 5.2: Umidade final para os ensaios de aglomeração a diferentes concentrações e vazões de ligante.

5.3.2.2 Diâmetro médio de partículas e tempo de instantaneização

As amostras provenientes dos ensaios P00, P10, P25 e P40 foram submetidas ao teste de tempo de instantaneização, a fim de avaliar o tempo de penetração da proteína isolada de soja sobre a superfície da água em função do diâmetro médio de partículas. O teste de tempo de instantaneização foi adequado para determinar o grau de molhabilidade das amostras, uma vez que a proteína isolada de soja não é solúvel em água e permaneceria totalmente retida no filtro, caso utilizasse um teste solubilidade.

A Figura 5.3 mostra a sequência de fotografias, sob a vista superior do dispositivo, onde se acondicionaram as amostras de pó. As fotografias foram obtidas por meio da

filmagem dos testes de tempo de instantaneização, para a matéria-prima (MP) e produtos aglomerados produzidos pelos ensaios P00, P10, P25 e P40, como descrito no item 3.1.3 do Capítulo 3. Quando comparados com a matéria-prima inicial (produto comercial), o produto aglomerado apresentou rápido umedecimento, indicando melhora da capacidade de absorção de água pela camada de pó. Entretanto, pode-se observar que somente a amostra obtida pelo ensaio P40 apresentou características de um produto instantaneizado, como mostra a Tabela 5.9. Para este processo, o produto umedeceu e submergiu na superfície da água em um período de apenas 5 segundos. As amostras oriundas dos ensaios P00, P10 e P25 também apresentaram melhor capacidade de umedecimento, que quando comparadas com a matéria-prima, porém tais amostras não submergiram rapidamente no líquido, devido à formação de uma camada de sobrenadante estável. Deste modo, pôde-se concluir que a proteína isolada de soja em pó apresentou características de um produto instantaneizado para amostras com diâmetro médio ao redor de 370 μm . Este resultado foi semelhante ao encontrado por JINAPONG *et al.* (2008), em que os autores produziram leite de soja em pó instantaneizado, em leite fluidizado, com tamanho de partículas ao redor de 260 μm . Os autores observaram que as partículas aglomeradas possuem rápida penetração na superfície da água e maior fluidez em relação ao pó obtido por spray dryer, com tamanho médio próximo a 14,5 μm . De modo geral, é conhecido que a aglomeração propicia um aumento da taxa de penetração de líquido tanto nos espaços contidos entre os grânulos como no interior dos poros, via capilaridade, resultando no decréscimo do tempo de instantaneização do produto (HLA e HOGKAMP, 1999; SCHUBERT, 1993 e KNIGHT, 2001).

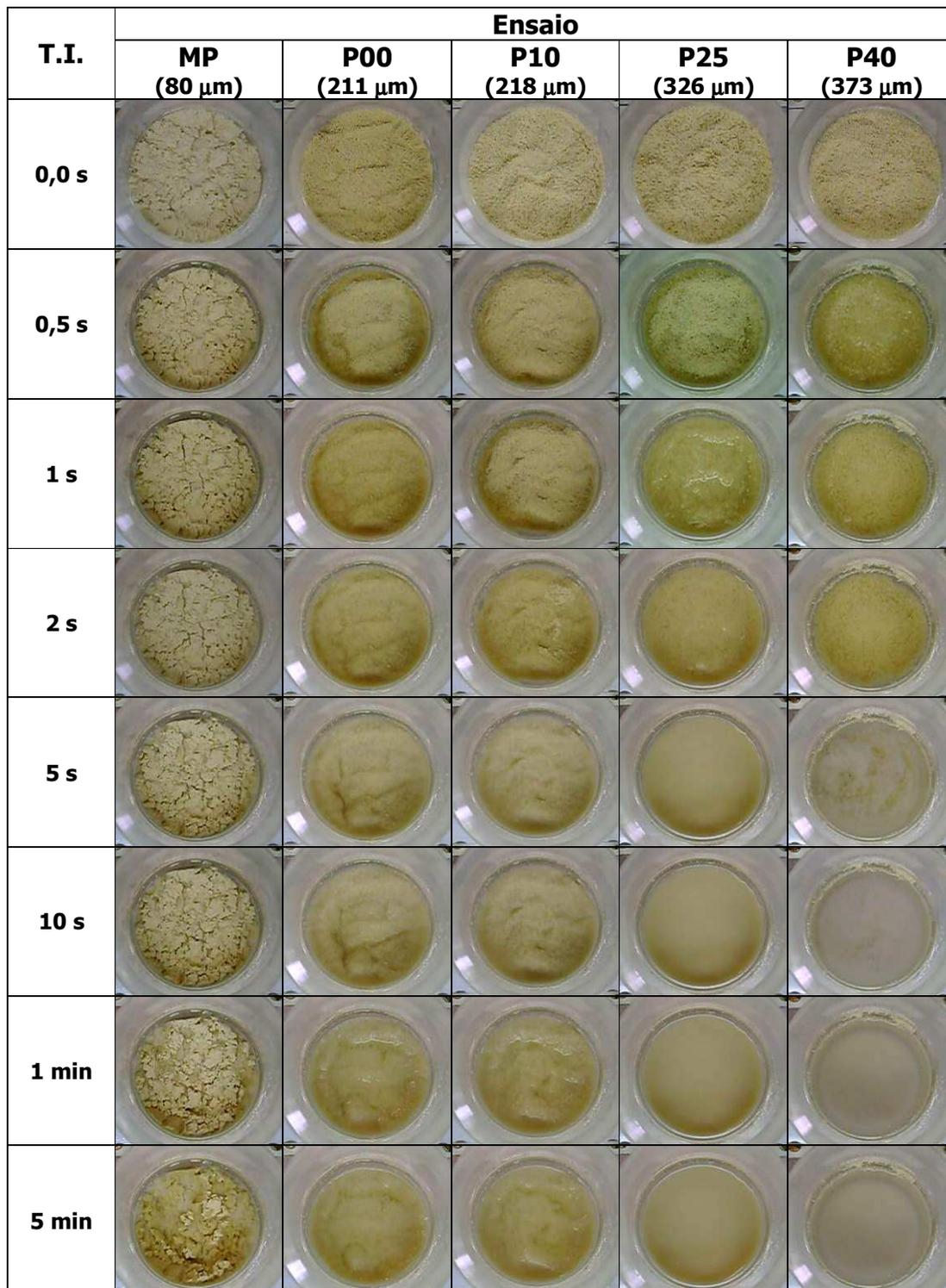


Figura 5.3: Fotografias (vista superior do dispositivo) obtidas durante o teste de tempo de instantaneização para proteína isolada de soja comercial e aglomerada.

Tabela 5.9: Tempo de instantaneização obtido para a matéria-prima e produtos aglomerados.

Ensaio	MP	P00	P10	P25	P40
T.I.	> 5 min	> 5 min	> 5 min	> 5 min	5 s

Além do aumento do tamanho de partículas atribuir melhores propriedades de instantaneização, os produtos aglomerados também possuem maior fluidez que comparados com as partículas finas. Por exemplo, no trabalho de TURKI e FATAH (2008) os autores relataram que a aglomeração de partículas coesivas de TiO₂ (Grupo C de Geldart) resulta na formação de grânulos maiores e com propriedades de livre-escoamento, pertencentes aos grupos A e B de Geldart. Outros estudos também constataram uma melhora da fluidez com o aumento de tamanho de partículas pela aglomeração (N'DRI-STEMPFER *et al.*, 2003; VU *et al.* 2003; TURCHIULI, *et al.*, 2005a; TURCHIULI, *et al.* 2005b e FUCHS *et al.*, 2006).

5.3.3 Planejamento experimental e otimização de processo

A Tabela 5.10 mostra as condições experimentais e respectivos resultados obtidos a partir do planejamento composto central 2³. As variáveis independentes foram vazão de ligante (Q_{lig}), concentração do ligante (C_{lig}) e pressão de atomização (P_{atom}), enquanto as variáveis de resposta foram rendimento do processo (Yld), diâmetro médio de partículas (dp_m) e umidade final do produto (Mst).

De modo geral, pode-se observar que os maiores aumentos do diâmetro médio de partículas foram obtidos nas condições em que a vazão de ligante encontra-se nos níveis superiores (+1 e +1,68), como por exemplo, os ensaios n° 2, 4, 6, 8 e 10. Em contrapartida, nestas mesmas condições a umidade do produto também é elevada. O efeito da concentração do ligante é menos intenso que o da vazão de ligante, porém, para uma mesma condição de vazão e pressão de atomização, o aumento da concentração também resulta no aumento do diâmetro médio. Para a variável pressão de atomização não foi observada influência direta na variação do diâmetro médio de partículas.

Os rendimentos de processo mais elevados foram obtidos nas condições em que a pressão de atomização esteve nos níveis inferiores (-1 e -1,68), como por exemplo, nos ensaios n° 2, 4 e 13. Entretanto, o rendimento do processo também foi influenciado pelo aumento do diâmetro médio de partículas, de modo que maiores taxas de crescimento resultam em menores taxas de elutriação e, conseqüentemente, em maiores produtividades de processo.

Tabela 5.10: Resultados do planejamento composto central (velocidade de fluidização: 0,57 m/s, temperatura de fluidização: 75 °C, tempo de processo: 40 min; altura do bico aspersor: 300 mm; massa de amostra: 0,15 kg, frequência de pulsação: 600 rpm).

n° do ensaio	$Q_{lig} (X_1)^a$	$C_{lig} (X_2)^a$	$P_{atom} (X_3)^a$	Yld^b	dp_m^b	Mst^b
1	1,1 (-1)	18,1 (-1)	0,7 (-1)	40,39	186,5	4,52
2	2,9 (+1)	18,1 (-1)	0,7 (-1)	76,01	326,6	7,80
3	1,1 (-1)	41,9 (+1)	0,7 (-1)	56,64	191,1	3,93
4	2,9 (+1)	41,9 (+1)	0,7 (-1)	91,77	387,7	6,37
5	1,1 (-1)	18,1 (-1)	1,3 (+1)	10,63	201,8	5,67
6	2,9 (+1)	18,1 (-1)	1,3 (+1)	29,44	323,2	7,54
7	1,1 (-1)	41,9 (+1)	1,3 (+1)	26,62	176,0	5,14
8	2,9 (+1)	41,9 (+1)	1,3 (+1)	59,11	338,8	8,27
9	0,5 (-1,68)	30 (0)	1,0 (0)	19,72	200,5	4,95
10	3,5 (+1,68)	30 (0)	1,0 (0)	54,16	384,5	10,96
11	2,0 (0)	10 (-1,68)	1,0 (0)	20,13	311,8	5,76
12	2,0 (0)	50 (+1,68)	1,0 (0)	59,83	202,8	4,28
13	2,0 (0)	30 (0)	0,5 (-1,68)	70,75	286,3	5,93
14	2,0 (0)	30 (0)	1,5 (+1,68)	4,96	231,3	6,05
15	2,0 (0)	30 (0)	1,0 (0)	50,61	248,8	5,58
16	2,0 (0)	30 (0)	1,0 (0)	52,56	242,3	5,54
17	2,0 (0)	30 (0)	1,0 (0)	41,10	238,6	5,56

^a Variáveis independentes e valores codificados. Q_{lig} : vazão de ligante (g/min); C_{lig} : concentração do ligante (%); P_{atom} : pressão de atomização (bar).

^b Resultados obtidos durante os ensaios do planejamento experimental. Yld : rendimento do processo (%); dp_m : diâmetro médio de partículas (μ m); Mst : umidade final do produto (%).

5.3.3.1 Modelos de regressão e avaliação da falta de ajuste

O processo de aglomeração de proteína isolada de soja foi estatisticamente estudado utilizando os resultados de diâmetro médio de partículas (dp_m), rendimento do processo (Yld) e umidade final do produto (Mst). Para cada variável de resposta, obteve-se um modelo polinomial, descrito pela equação 5.1.

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{11}X_1^2 + b_{22}X_2^2 + b_{33}X_3^2 + \dots \quad [5.1]$$

$$\dots + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3$$

Onde Y é a variável de resposta, X_i é a variável independente, em valores codificados, e b_i representa o coeficiente do modelo para a variável i .

As interações que não tiverem efeito significativo ($p > 0,05$) foram desconsideradas durante a regressão e eliminadas do modelo final. Os modelos gerados e respectivas tabelas de ANOVA são apresentados pelas equações 5.2, 5.3 e 5.4 e tabelas 5.11, 5.12 e 5.13.

Os modelos obtidos para o diâmetro médio de partículas (dp_m), rendimento do processo (Yld) e umidade final do produto (Mst) foram adequadamente ajustados, obtendo-se coeficientes de determinação (R^2) iguais a 0,90, 0,92 e 0,95, respectivamente. Para todos os casos, o fator F calculado foi superior ao fato F tabelado, evidenciando o ajuste significativo pelos modelos.

- *Modelo codificado e ANOVA para o diâmetro médio de partículas:*

$$dp_m(\mu m) = 251,81 + 68,12X_1 + 14,47X_1^2 - 9,37X_2 - 10,60X_3 + 12,24X_1X_2 - 9,48X_2X_3 \quad [5.2]$$

Tabela 5.11: Tabela de ANOVA obtida para o modelo de diâmetro médio (dp_m).

Fonte de variação	Soma quadrática	Graus de liberdade	Média quadrática	F (calculado)	F (tabelado)	R ²
Regressão	70757,98	6	11793,00	11,88	3,58	0,90
Resíduos	7942,69	8	992,84			
Erro puro	53,11	2	26,56			
Total	78753,79	16	4922,11			

- *Modelo codificado e ANOVA para o rendimento do processo:*

$$Yld(\%) = 44,97 + 13,18X_1 + 10,58X_2 - 18,28X_3 \quad [5.3]$$

Tabela 5.12: Tabela de ANOVA obtida para o modelo de rendimento do processo (*Yld*).

Fonte de variação	Soma quadrática	Graus de liberdade	Média quadrática	F (calculado)	F (tabelado)	R ²
Regressão	0,846	3	0,282	47,07	3,59	0,92
Resíduos	0,066	11	0,006			
Erro puro	0,008	2	0,004			
Total	0,920	16	0,057			

- *Modelo codificado e ANOVA para a umidade do produto:*

$$Mst(\%) = 5,57 + 1,52X_1 + 0,80X_1^2 - 0,31X_2 - 0,24X_2^2 + 0,31X_3 + 0,11X_3^2 + 0,05X_1X_2 - 0,09X_1X_3 + 0,28X_2X_3 \quad [5.4]$$

Tabela 5.13: Tabela de ANOVA obtida para o modelo de umidade do produto (*Mst*).

Fonte de variação	Soma quadrática	Graus de liberdade	Média quadrática	F (calculado)	F (tabelado)	R ²
Regressão	0,00451	9	0,00050	11,31	4,77	0,95
Resíduos	0,00022	5	0,00004			
Erro puro	0,00000	2	0,00000			
Total	0,00473	16	0,00030			

As figuras 5.4, 5.6 e 5.8 mostram a comparação entre os resultados do planejamento experimental e resultados preditos pelos modelos de diâmetro médio de partículas, rendimento do processo e umidade final do produto. Do mesmo modo, as figuras 5.5, 5.7 e 5.9 mostram os desvios relativos entre os dados obtidos experimentalmente e preditos pelos respectivos modelos.

Por meio das figuras 5.4 e 5.5, pode-se visualizar que os resultados obtidos para o diâmetro médio de partículas foram adequadamente ajustados, de forma que nenhum dos ensaios apresentou desvio relativo superior a 20%. Tal inferência permite convalidar o ajuste significativo do modelo estatístico aos dados obtidos experimentalmente.

As figuras 5.6 e 5.7 mostram os resultados experimentais e preditos pelo modelo de rendimento do processo. Diferentemente do ajuste para o diâmetro médio, o rendimento do processo apresenta elevados desvios relativos para alguns pontos do planejamento experimental. Entretanto, a falta de ajuste é observada principalmente nos pontos onde o rendimento do processo é muito baixo, como por exemplo, os ensaios 5 e 14, em que os rendimentos foram iguais a 10,63% e 4,96%, respectivamente. Porém, a falta de ajuste para estes pontos não implica na invalidação do modelo; pode-se observar que, embora o desvio relativo seja elevado, o erro absoluto é compatível aos dos ensaios que tiveram maior rendimento. Além disso, o objetivo do planejamento foi identificar as faixas de resposta onde se obtém rendimentos de processo elevados, e, nestes pontos, o modelo apresentou bom ajuste aos resultados experimentais.

Por meio das figuras 5.8 e 5.9, também se pode observar que o modelo de predição para a umidade do produto se ajustou adequadamente aos dados experimentais. Para todos os ensaios o desvio relativo entre os dados experimentais e preditos foi inferior a 10%.

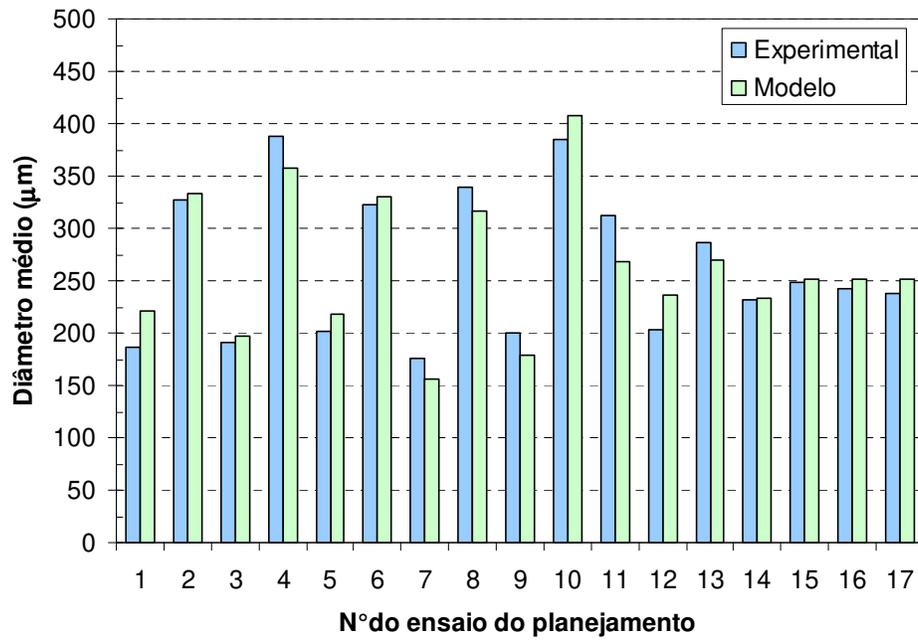


Figura 5.4: Comparação entre os resultados do planejamento experimental e resultados preditos pelo modelo de diâmetro médio de partículas.

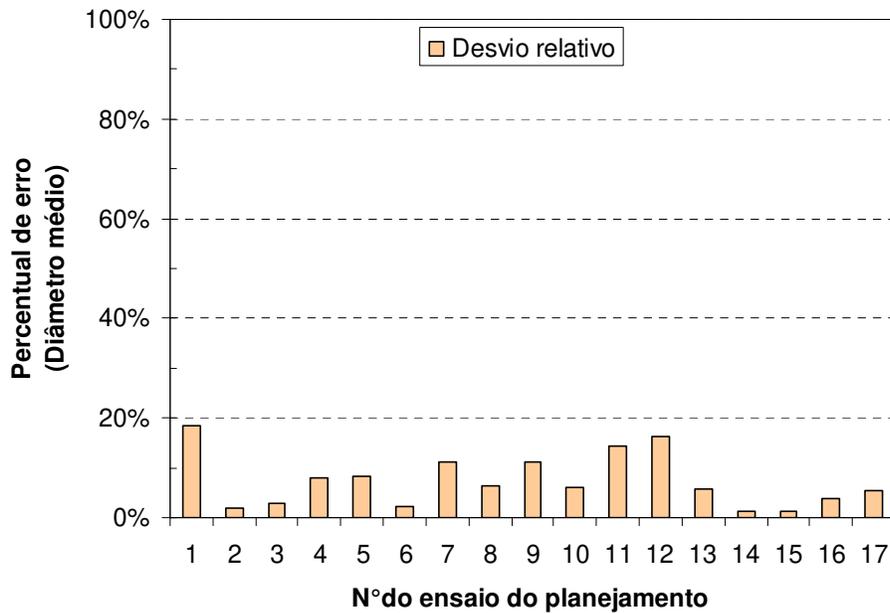


Figura 5.5: Desvio relativo obtido para o modelo de diâmetro médio de partículas.

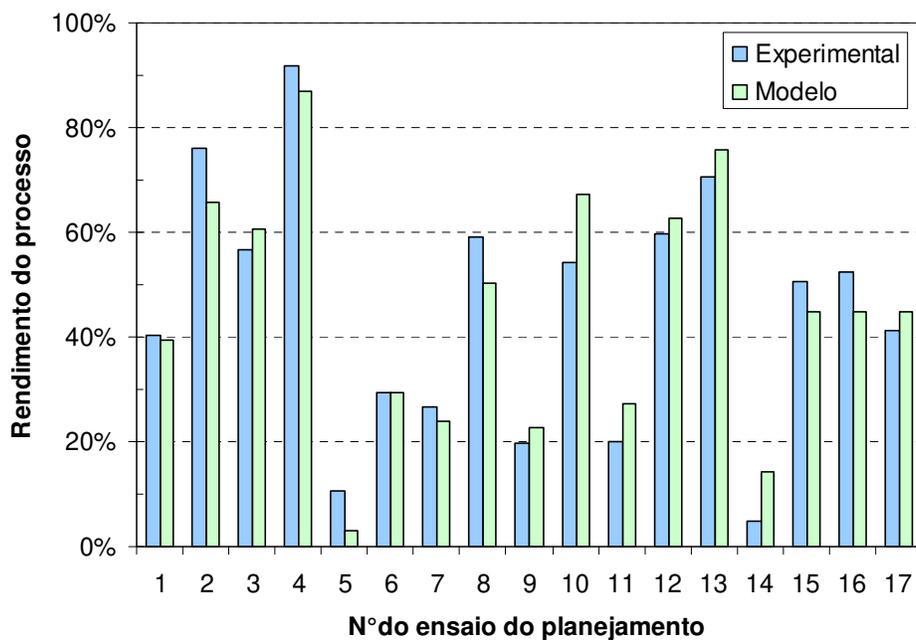


Figura 5.6: Comparação entre os resultados do planejamento experimental e resultados preditos pelo modelo de rendimento do processo.

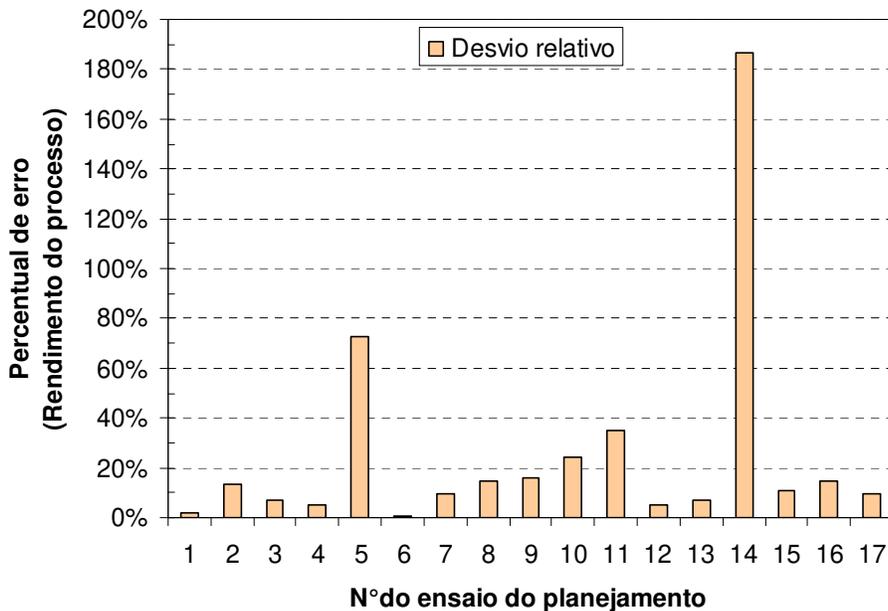


Figura 5.7: Desvio relativo obtido para o modelo de diâmetro rendimento do processo.

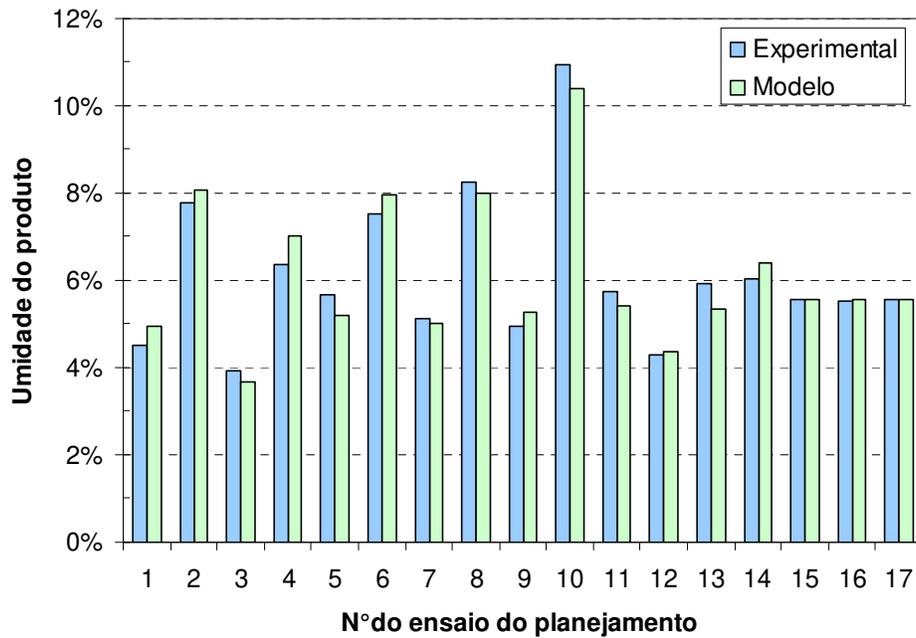


Figura 5.8: Comparação entre os resultados do planejamento experimental e resultados preditos pelo modelo de umidade final do produto.

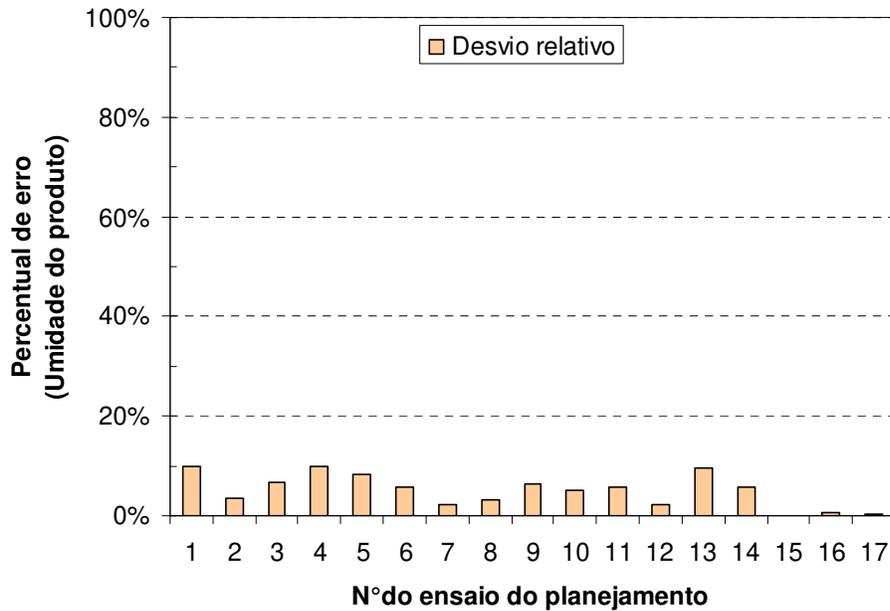


Figura 5.9: Desvio relativo obtido para o modelo de umidade final do produto.

5.3.3.2 Superfícies de resposta e otimização do processo

A partir dos modelos gerados pelo planejamento composto central, as superfícies de resposta foram graficadas para as diversas combinações entre a concentração do ligante (C_{lig}), pressão de atomização (P_{atom}) e vazão de atomização (Q_{lig}). Para cada combinação entre duas variáveis (ex: C_{lig} x P_{atom}), as superfícies de resposta foram avaliadas nos níveis codificados (+ α), 0 e (- α) da variável remanescente (ex: Q_{lig}).

- *Superfícies de resposta para o modelo de diâmetro médio de partículas:*

A Figura 5.10 mostra as superfícies de resposta obtidas pela interação entre as variáveis C_{lig} e P_{atom} , para os níveis codificados (+ α), 0 e (- α) da variável Q_{lig} . Pode-se observar que, para os três níveis avaliados, a interação entre C_{lig} e P_{atom} constitui uma espécie de platô, onde a variação do diâmetro médio de partículas é relativamente pequena quando se aumenta ou diminui C_{lig} e P_{atom} , mantendo-se fixa Q_{lig} . Entretanto, observa-se que o aumento de Q_{lig} do nível - α para + α , ocasiona o aumento do diâmetro médio de 200 μm para, aproximadamente, 450 μm . A variação do tamanho de partículas com o aumento da vazão de ligante pode ser interpretada pelo maior acúmulo de ligante sobre a superfície das partículas que resulta no aumento da probabilidade de coalescência entre partículas, seguido pela formação de pontes líquidas e posterior consolidação da estrutura aglomerada (LIU *et al.*, 2000). O aumento da vazão de ligante também pode ocasionar um aumento do nível de saturação dos grânulos permitindo a produção de grânulos mais grossos em um menor intervalo de processo (IVESON *et al.*, 2001a; IVESON *et al.*, 2001b, HAPGOOD *et al.*, 2003 e HEMATI *et al.*, 2003). Entretanto, deve-se ressaltar que o aumento excessivo também resulta no acréscimo da umidade do produto, podendo ocasionar o aumento da coesividade das partículas e defluidização do leito (PALZER, 2008), além de formação de torrões e incrustação de produto na parede do leito (DACANAL, 2005).

A Figura 5.11 mostra as superfícies de resposta obtidas pela interação entre as variáveis C_{lig} e Q_{lig} , para os níveis codificados (+ α), 0 e (- α) da variável P_{atom} . Pode-se observar que a vazão de atomização é a variável que mais influencia o aumento de tamanho

de partículas. Para pequenos valores de Q_{lig} (ex: 0,5 g/min), o diâmetro médio manteve-se no intervalo entre 100 e 200 μm , enquanto que, para maiores vazões (ex: 3,5 g/min), o diâmetro médio aumentou para cerca de 350 a 450 μm . Para vazões de ligante elevadas também se observa que o aumento da concentração do ligante, de 10% para 50%, resulta no aumento do dp_m de 400 para cerca de 500 μm . JINAPONG *et al.* (2008) também observaram que o aumento da concentração de soluções aquosas de maltodextrina, de 0% para 10%, propicia a produção de grânulos mais grossos. Porém, diferentemente dos resultados obtidos neste trabalho, o uso de concentrações superiores a 10% provocou um decréscimo no tamanho final dos aglomerados. Esta relação entre o aumento da concentração e o aumento de tamanho de partículas também foi constatada por TURCHIULI *et al.* (2005a), que verificaram que o aumento da concentração da solução de maltodextrina de 14,3% para 28,6% também acarretou na produção de grânulos com menor tamanho. Para alguns autores, o aumento da concentração do ligante pode ocasionar apenas o recobrimento das partículas sem que ocorra coalescência entre partículas e formação de pontes líquidas (PLANINSEK *et al.*, 2000; TUSKE *et al.*, 2005 e JINAPONG *et al.*, 2008). O aumento da concentração do ligante também pode ocasionar um aumento da fragilidade dos grânulos, resultando em um equilíbrio entre as forças de ligação e o peso das partículas, ao atingirem um determinado tamanho (MORT, 2005; TAN *et al.*, 2006 e JINAPONG *et al.*, 2008). Entretanto, além da concentração da solução ligante, o tamanho final dos grânulos também depende de outros fatores, como a composição química do produto, variáveis de processo e interações físico-químicas entre partículas e líquido ligante (PONT *et al.*, 2001; CRYER e SCHERER, 2003 e PALZER, 2008)

A Figura 5.12 mostra as superfícies de resposta obtidas pela interação entre as variáveis P_{atom} e Q_{lig} , para os níveis codificados (+ α), 0 e (- α) da variável C_{lig} . Nas condições onde C_{lig} é próximo a 50% (nível + α), o aumento da pressão de atomização resulta em um decréscimo do diâmetro médio de partículas. Entretanto, quando comparados com o efeito da variável Q_{lig} , observa-se que o aumento diâmetro médio de partículas é pouco influenciado pelas variáveis C_{lig} e P_{atom} .

Desta forma, por meio das análises das superfícies de resposta, pode-se concluir que o maior aumento de tamanho de partículas foi obtido nas condições de maior vazão de ligante ($Q_{lig} = 3,5$ g/min), maior concentração do ligante ($C_{lig} = 50\%$) e menor pressão de atomização ($P_{atom} = 0,5$ bar). Todavia, variações na concentração do ligante e pressão de atomização resultam em pequenas modificações na taxa de crescimento de partículas.

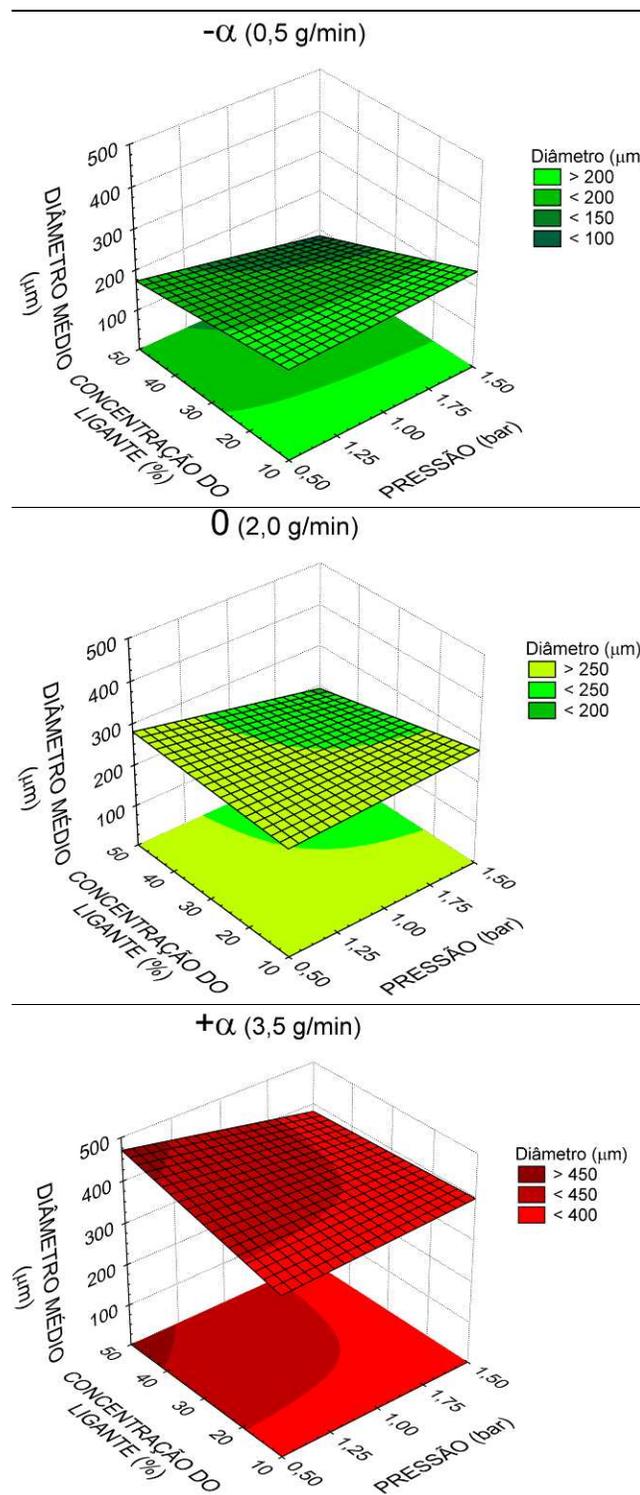


Figura 5.10: Superfícies de resposta ($C_{lig} \times P_{atom}$) para o modelo de diâmetro médio de partículas, para Q_{lig} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$.

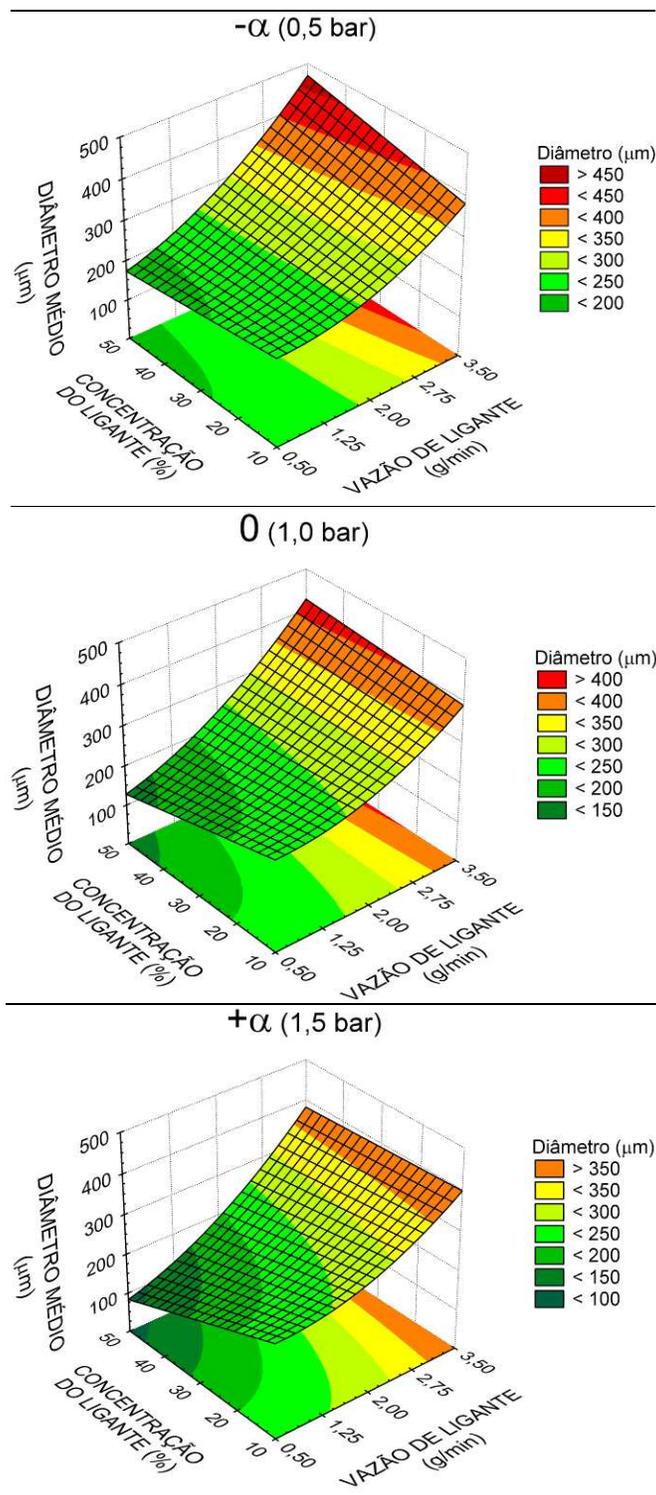


Figura 5.11: Superfícies de resposta ($C_{lig} \times Q_{lig}$) para o modelo de diâmetro médio de partículas, para P_{atom} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$.

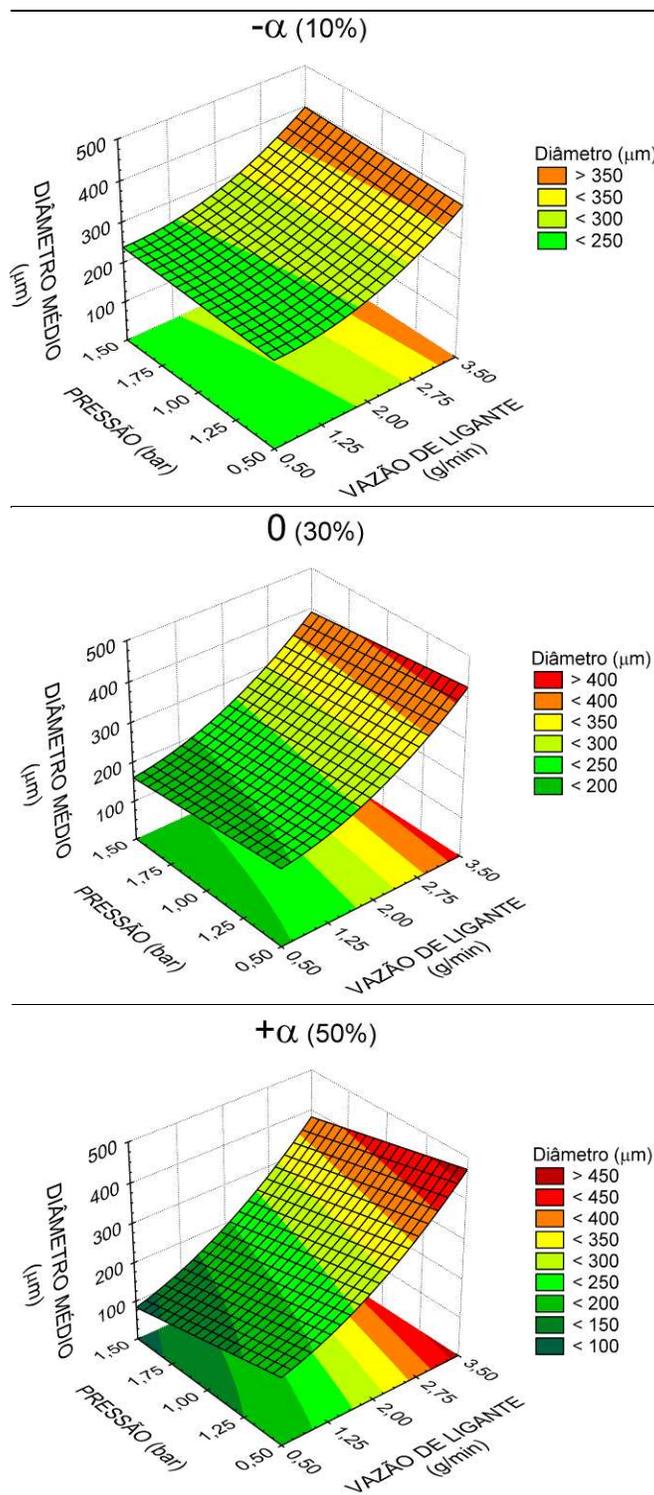


Figura 5.12: Superfícies de resposta ($P_{atom} \times Q_{lig}$) para o modelo de diâmetro médio de partículas, para C_{lig} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$.

- *Superfícies de resposta para o modelo de rendimento do processo:*

A Figura 5.13 mostra as superfícies de resposta obtidas pela interação entre as variáveis C_{lig} e P_{atom} , para os níveis codificados $(+\alpha)$, 0 e $(-\alpha)$ da variável Q_{lig} . Pode-se observar que o aumento da C_{lig} e decréscimo da P_{atom} resultam no aumento do rendimento do processo. Ao mesmo tempo, observa-se que o aumento da vazão de ligante, do nível $-\alpha$ para $+\alpha$, também promove um acréscimo no rendimento final. Fixando-se Q_{lig} no nível $-\alpha$, o máximo rendimento encontrado foi igual a, aproximadamente, 70%, enquanto que no nível $+\alpha$, é possível encontrar rendimentos de processo próximos a 100%. O aumento da vazão de atomização resulta em maiores taxas de crescimento de partícula, ou seja, um rápido aumento do diâmetro médio. Tal fenômeno propicia menores taxas de elutriação e, conseqüentemente, maior retenção de produto no interior do leito fluidizado durante o processo.

A Figura 5.14 mostra as superfícies de resposta obtidas pela interação entre as variáveis C_{lig} e Q_{lig} , para os níveis codificados $(+\alpha)$, 0 e $(-\alpha)$ da variável P_{atom} . Pode-se observar que o aumento da P_{atom} , acarreta no decréscimo do rendimento do processo. O aumento da pressão de atomização promove uma maior agitação das partículas durante a fluidização e propicia um aumento da taxa de elutriação de finos e arraste de parte das gotículas de líquido ligante atomizado, resultando em menores produtividades de processo. Por outro lado, foi experimentalmente observado que com o decréscimo de P_{atom} a movimentação das partículas no interior do leito é menor e, conseqüentemente, ocorre menor elutriação de partículas durante o processo.

A Figura 5.15 mostra as superfícies de resposta obtidas pela interação entre as variáveis P_{atom} e Q_{lig} , para os níveis codificados $(+\alpha)$, 0 e $(-\alpha)$ da variável C_{lig} . Assim como o comportamento da variável Q_{lig} , pode-se observar que o aumento da C_{lig} resulta em maiores rendimentos de processo. Ao utilizar soluções ligantes mais concentradas, a taxa de aglomeração torna-se maior no início do processo, permitindo o rápido crescimento de partículas e redução do arraste de finos contidos na matéria-prima inicial.

Portanto, por meio das análises das superfícies de resposta, pode-se concluir que os maiores rendimentos de processo podem ser obtidos nas condições de maior concentração do ligante ($C_{lig} = 50\%$), maior vazão de líquido atomizado ($Q_{lig} = 3,5 \text{ g/min}$) e menor pressão de atomização ($P_{atom} = 0,5 \text{ bar}$).

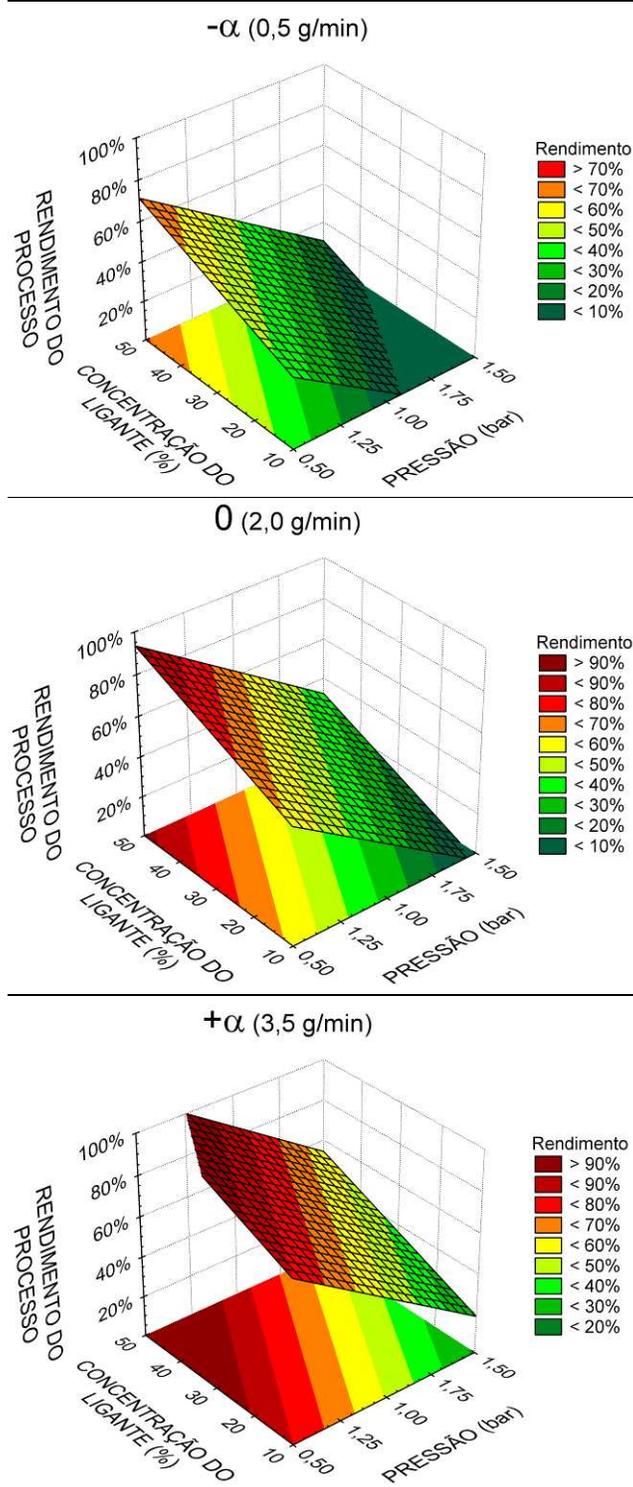


Figura 5.13: Superfícies de resposta (C_{lig} x P_{atom}) para o modelo de rendimento do processo, para Q_{lig} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$.

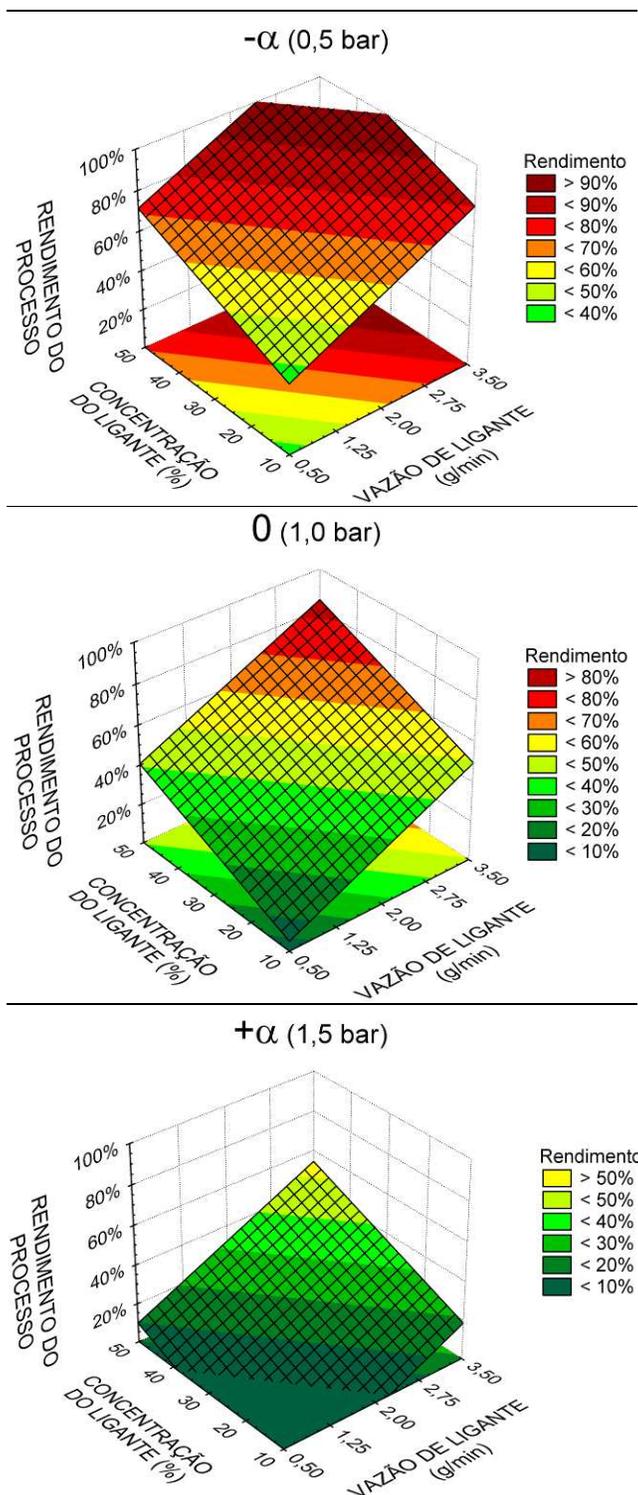


Figura 5.14: Superfícies de resposta ($C_{lig} \times Q_{lig}$) para o modelo de rendimento do processo, para P_{atom} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$.

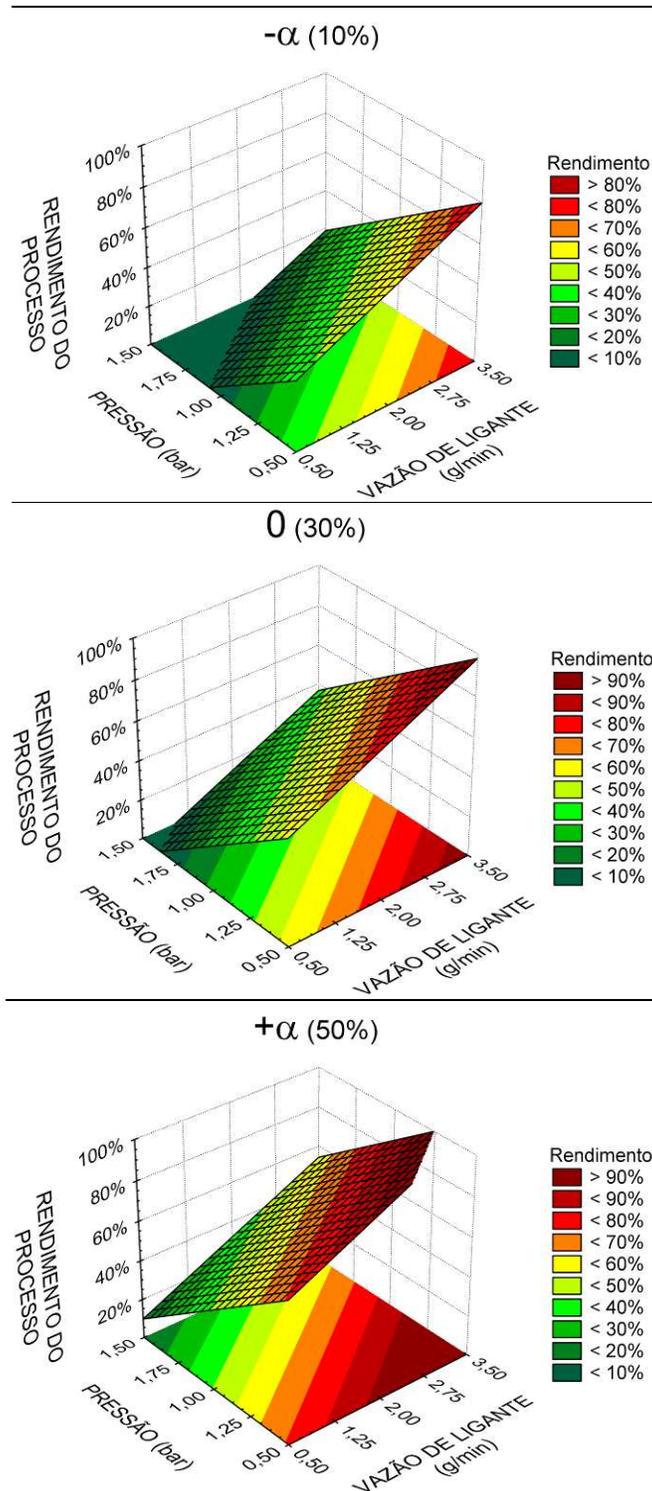


Figura 5.15: Superfícies de resposta ($P_{atom} \times Q_{lig}$) para o modelo de rendimento do processo, para C_{lig} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$.

- *Superfícies de resposta para o modelo de umidade do produto:*

A Figura 5.16 mostra as superfícies de resposta obtidas pela interação entre as variáveis C_{lig} e P_{atom} , para os níveis codificados $(+\alpha)$, 0 e $(-\alpha)$ da variável Q_{lig} . Semelhante ao resultado anteriormente discutido para o modelo de diâmetro médio de partículas, a interação entre C_{lig} e P_{atom} forma uma espécie de platô, onde a variação da umidade do produto é relativamente pequena quando se aumenta ou diminui C_{lig} e P_{atom} , mantendo a variável Q_{lig} fixa. Entretanto, observa-se que o aumento de Q_{lig} do nível $-\alpha$ para $+\alpha$, ocasiona o aumento da umidade do produto de 5% para, aproximadamente, 10%.

A Figura 5.17 mostra as superfícies de resposta obtidas pela interação entre as variáveis C_{lig} e Q_{lig} , para os níveis codificados $(+\alpha)$, 0 e $(-\alpha)$ da variável P_{atom} . Pode-se observar que a vazão de atomização é a variável que mais influencia a umidade final do produto. Para baixas vazões de ligante ($Q_{lig} = 0,5$ g/min), a umidade do produto manteve-se em torno da umidade inicial, entre 4 e 5%, mesmo com a variação de P_{atom} e C_{lig} .

A Figura 5.18 mostra as superfícies de resposta obtidas pela interação entre as variáveis P_{atom} e Q_{lig} , para os níveis codificados $(+\alpha)$, 0 e $(-\alpha)$ da variável C_{lig} . Mais uma vez, pode-se observar que o efeito da variável Q_{lig} prevalece sobre as demais variáveis. Porém, observa-se que o aumento de P_{atom} resulta no aumento da umidade do produto, principalmente para as condições em que C_{lig} é fixa no nível $+\alpha$, ou $C_{lig} = 50\%$.

Portanto, por meio das análises das superfícies de resposta, pode-se concluir que a menor umidade do produto foi obtida nas condições de menor vazão de ligante ($Q_{lig} = 0,5$ g/min), maior concentração do ligante ($C_{lig} = 50\%$) e menor pressão de atomização ($P_{atom} = 0,5$ bar). Também é válido observar que as partículas com menor diâmetro médio foram justamente nas condições operacionais em que se obteve menor umidade do produto. Esta relação entre o tamanho de partículas e a umidade do produto pode ser explicada baseando-se nos fundamentos de transferência de massa. As partículas com menor tamanho possuem maior área superficial por grama, o que possibilita maior eficiência de secagem durante o

processamento. Esta constatação também foi feita por NITZ e TARANTO (2008), durante recobrimento de partículas de teofilina em leito fluidizado pulsado.

De modo geral, as superfícies de resposta obtidas para a umidade do produto se assemelham às obtidas para o diâmetro médio de partículas. Tal relação evidencia a existência de uma correlação entre os modelos de diâmetro médio de partículas e umidade final do produto, indicando que os processos que permitem a produção de grânulos mais grossos também tendem a produzir produtos com maior umidade final.

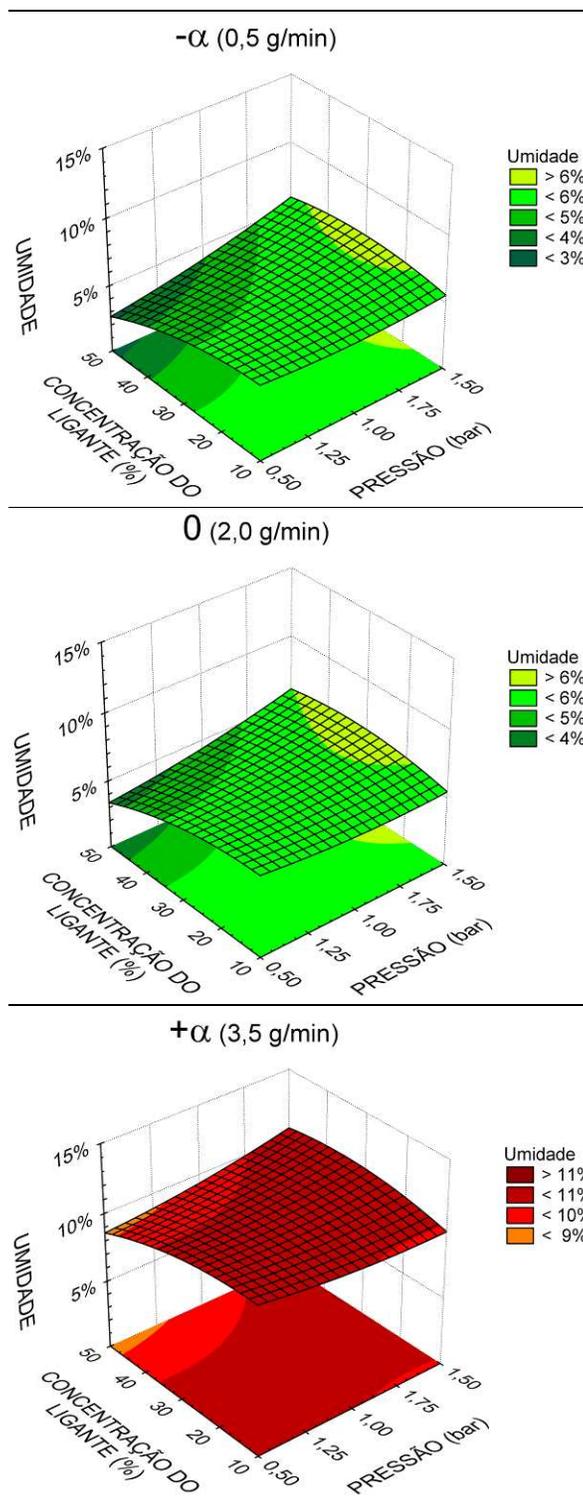


Figura 5.16: Superfícies de resposta (C_{lig} x P_{atom}) para o modelo de umidade do produto, para Q_{lig} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$.

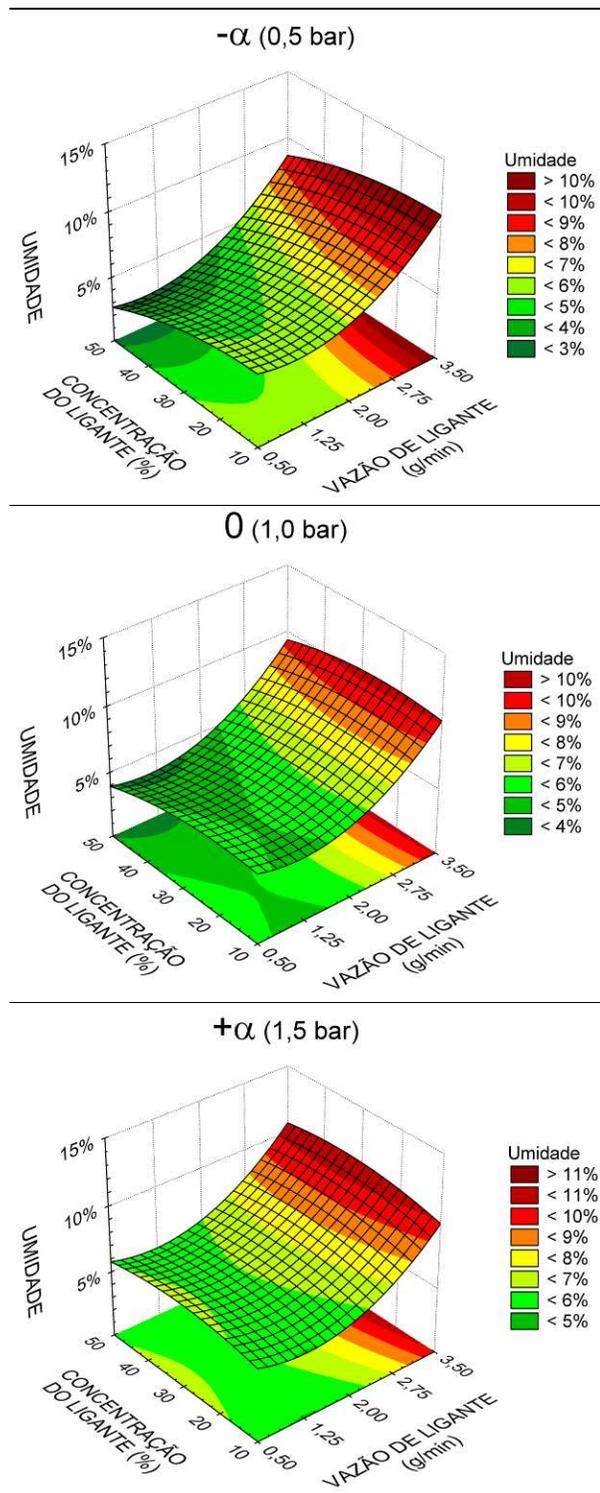


Figura 5.17: Superfícies de resposta (C_{lig} x Q_{lig}) para o modelo de umidade do produto, para P_{atom} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$.

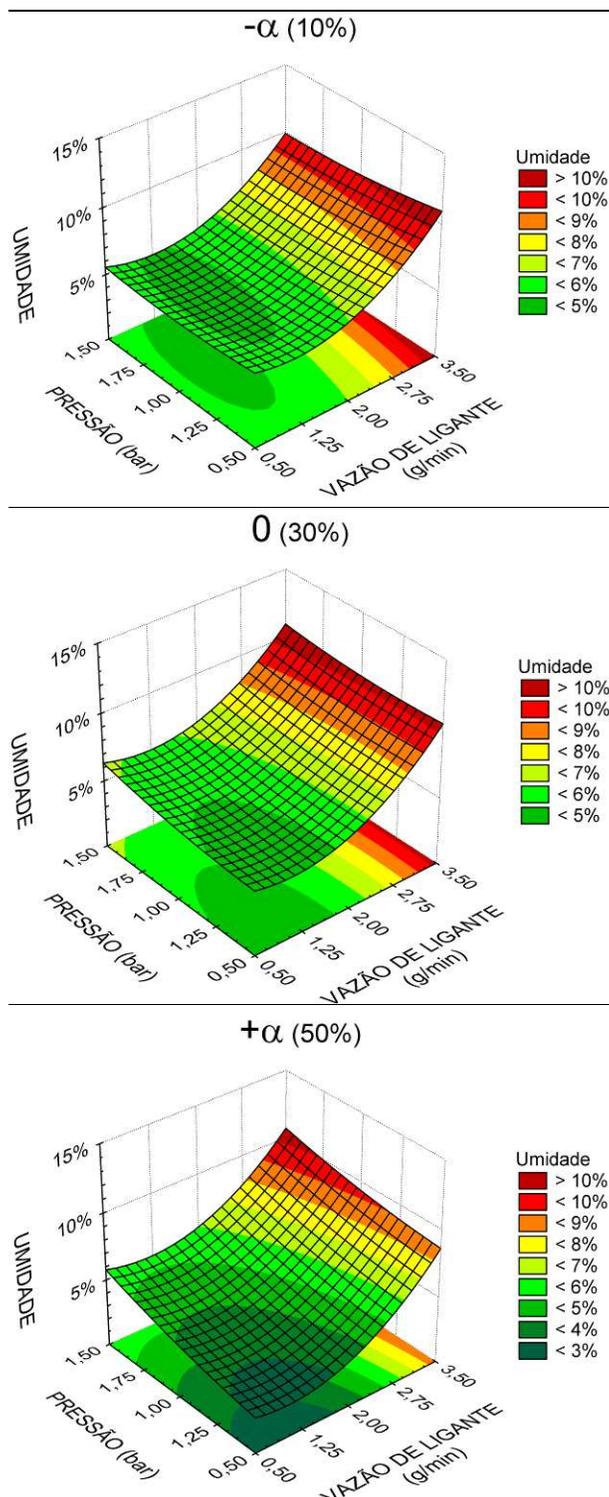


Figura 5.18: Superfícies de resposta ($P_{atom} \times Q_{lig}$) para o modelo de umidade do produto, para C_{lig} nos níveis codificados $+\alpha$, 0 e $-\alpha$.

5.3.3.3 Determinação do ponto ótimo de processo

A partir das análises da superfície de resposta foi possível determinar as condições de processo em que se obtêm elevadas taxas de aumento de tamanho de partículas, elevado rendimento de processo e umidade do produto reduzida. Tais condições são apresentadas na Tabela 5.14, que mostra os pontos em que as variáveis Q_{lig} , C_{lig} e P_{atom} são maximizadas para o diâmetro médio de partículas e rendimento do processo, e minimizadas para a umidade final do produto.

Tabela 5.14: Condições de processo onde ocorre maior desejabilidade de resposta para o processo de aglomeração de proteína isolada de soja.

Condição desejável	Q_{lig} (X_1)	C_{lig} (X_2)	P_{atom} (X_3)
Maior diâmetro médio	3,5 g/min (+ α)	50% (+ α)	0,5 bar (- α)
Maior rendimento de processo	3,5 g/min (+ α)	50% (+ α)	0,5 bar (- α)
Menor umidade do produto	0,5 g/min (- α)	50% (+ α)	0,5 bar (- α)

Pode-se observar que as condições de maior diâmetro médio, maior rendimento de processo e menor umidade do produto são satisfeitas para $C_{lig} = 50\%$ e $P_{atom} = 0,5$ bar, porém, para a variável Q_{lig} , a condição de maior diâmetro médio e rendimento do processo, resultam na produção de grânulos com elevada umidade final, e vice-versa. Tendo em vista que elevada umidade do produto é indesejável, pois ocasiona a formação de *caking* e redução da vida de prateleira durante o armazenamento, foi necessário utilizar de ferramentas matemáticas para selecionar os pontos de processo onde todas as características do produto são satisfatórias. Tal condição é denominada “ponto ótimo de processo”.

Desta forma, a partir dos modelos matemáticos e análises das superfícies de resposta, utilizaram-se as ferramentas de otimização para calcular os valores de Q_{lig} , C_{lig} e P_{atom} onde se obtêm elevados valores de diâmetro médio de partículas e rendimento de processo e, simultaneamente, umidade do produto reduzida.

Para a determinação do ponto ótimo de processo estabeleceu-se um conjunto de inequações, de modo que o diâmetro médio de partículas fosse igual a 350 μm , o rendimento do processo igual ou superior a 70% e a umidade do produto estivesse no intervalo entre 4% e 5,5%. Assim, a partir das inequações (Eq. 5.5, 5.6 e 5.7) as condições ótimas de processo foram obtidas utilizando-se as ferramentas de maximização do software Mathematica v.4.1 (Wolfram Research, Inc., USA).

$$(i) \quad dp_m = 350\mu\text{m} \quad [5.5]$$

$$(ii) \quad 70\% \leq Yld \leq 100\% \quad [5.6]$$

$$(iii) \quad 4\% \leq Mst \leq 5,5\% \quad [5.7]$$

$$\text{Onde: } \left\{ \begin{array}{l} dp_m (\mu\text{m}) = 251,81 + 68,12X_1 + 14,47X_1^2 - 9,37X_2 \\ \quad \quad \quad - 10,60X_3 + 12,24X_1X_2 - 9,48X_2X_3 \quad [5.8] \\ Yld (\%) = 44,97 + 13,18X_1 + 10,58X_2 - 18,28X_3 \quad [5.9] \\ Mst (\%) = 5,57 + 1,52X_1 + 0,80X_1^2 - 0,31X_2 - 0,24X_2^2 + 0,31X_3 + \\ \quad \quad \quad 0,11X_3^2 + 0,05X_1X_2 - 0,09X_1X_3 + 0,28X_2X_3 \quad [5.10] \end{array} \right.$$

A Tabela 5.15 mostra o ponto de convergência entre os modelos, obtido como solução para o conjunto de inequações.

Tabela 5.15: Ponto ótimo do processo de aglomeração de proteína isolada de soja.

Variável	Ponto ótimo
$Q_{lig} (X_1)$	2,7 g/min (0,79)
$C_{lig} (X_2)$	49% (1,61)
$P_{atom} (X_3)$	0,55 bar (-1,34)

A validação do ponto ótimo foi realizada por meio de ensaios experimentais, utilizando-se as condições de ótimo previstas pelo modelo. A Tabela 5.16 apresenta os respectivos resultados previstos e experimentais para o ponto ótimo de processo.

Tabela 5.16: Resultados previstos e experimentais obtidos nas condições de ponto ótimo de processo*.

Variável de resposta	Resultado previsto	Resultado experimental
Diâmetro médio de partículas	350 μm	243,3 μm
Rendimento do processo	97%	92,2%
Umidade do produto	5,5%	4,8%

*Condições operacionais: Q_{lig} : 2,7 g/min, C_{lig} : 49%, P_{atom} : 0,55 bar, frequência de pulsação: 600 rpm, temperatura do ar fluidizante: 75 °C, velocidade de fluidização: 0,57m/s, tempo de processo: 40 min; altura do bico aspersor: 300 mm; massa de amostra: 0,15 kg.

Pode-se verificar que os resultados previstos se diferenciam dos resultados experimentais. Embora os resultados obtidos para o rendimento de processo e umidade do produto satisfizeram as condições pré-estabelecidas pelas inequações, o resultado para o diâmetro médio de partículas foi inferior ao previsto pelo modelo. A falta de ajuste pelo modelo nesta região de resposta é proveniente da localização do ponto ótimo próxima aos pontos axiais do planejamento ($C_{lig} \cong +\alpha$ e $P_{atom} \cong -\alpha$), onde a predição de resultados é normalmente ruim.

Entretanto, apesar da presença destes desvios, entre os resultados experimentais e previstos, pode-se considerar que os resultados obtidos para o ponto ótimo foram satisfatórios. Em relação à matéria-prima, o diâmetro médio de partículas aumentou de 80 μm para 243 μm , como observado pelo deslocamento do pico de distribuição de tamanho de partículas, mostrado pela Figura 5.19. A umidade do produto manteve-se praticamente constante, apresentando um pequeno aumento de 4,1% para 4,8%. O rendimento do processo foi bastante elevado, próximo a 92,2%. Tais resultados fornecem um processo de alta desejabilidade, com rendimentos superiores aos obtidos nos ensaios presentes no

planejamento experimental, o que justifica a aplicação do método de otimização de variáveis.

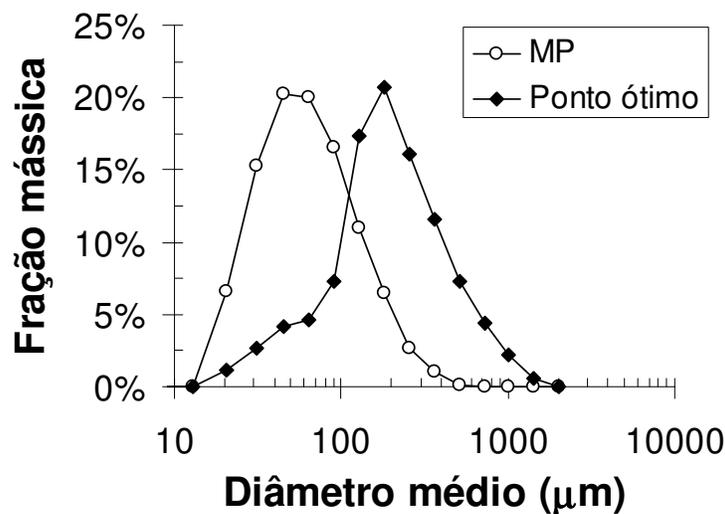


Figura 5.19: Distribuição de tamanho de partículas para a matéria-prima e produto aglomerado no ponto ótimo de processo.

5.3.4 Obtenção do perfil de temperatura no interior do leito fluidizado: Efeitos da pressão de atomização, vazão de líquido e altura do bico aspersor em sistemas sem produto e com atomização de água

A fim de investigar o efeito das variáveis de processo no perfil de distribuição da temperatura no interior do leito fluidizado, foram realizados alguns ensaios de aquisição de dados variando-se os parâmetros de pressão de atomização, vazão de líquido atomizado (água) e altura do bico aspersor no interior da câmara. A velocidade e temperatura do ar fluidizante foi mantida em 75 °C e 0,57 m/s, respectivamente.

A finalidade dos testes foi simular os processos de aglomeração nas faixas de operação utilizadas no planejamento composto central, a fim de identificar as zonas de secagem e umedecimento no interior do leito fluidizado. Para tanto, os ensaios foram realizados sem presença de produto, utilizando-se apenas água durante a atomização.

As temperaturas no interior da câmara foram obtidas por meio do sistema de aquisição de dados, descrito no item 3.3.4 do Capítulo 3. Os dados coletados foram tratados

pelo software Microsoft Excel e os perfis de temperatura desenhados com o auxílio do software STATISTICA v.5.5 (StatSoft, Inc., USA).

A distribuição dos perfis de temperatura no interior do leito para os níveis codificados (+ α), 0 e (- α), estudados no planejamento composto central, da variável pressão de atomização é apresentada pela Figura 5.20. Pode-se observar que as zonas de secagem (55 a 75 °C) e as zonas de umedecimento (40 a 55 °C) foram minimamente alteradas com o aumento da pressão de 0,5 bar (a) para 1,0 e 1,5 bar (b, c). Tal evidência explica a reduzida influência da variável P_{atom} nos modelos de diâmetro médio de partículas e umidade final do produto. Como o aumento de tamanho de partículas também resulta no aumento da umidade do produto, pequenas variações na distribuição do perfil de temperatura no interior do leito também resultam em pequenas alterações nas características do produto final.

A distribuição dos perfis de temperatura no interior do leito para o leito sem atomização e para os níveis codificados (+ α), 0 e (- α), da variável vazão de líquido atomizado é mostrada pela Figura 5.21. Pode-se observar que o aumento da vazão de atomização ocasiona a redução da zona de secagem (55 a 75 °C) e consequente aumento da zona de umedecimento (30 a 55 °C). Deste modo, a capacidade de secagem da água atomizada foi insuficiente para os processos que utilizaram excessivas vazões de atomização.

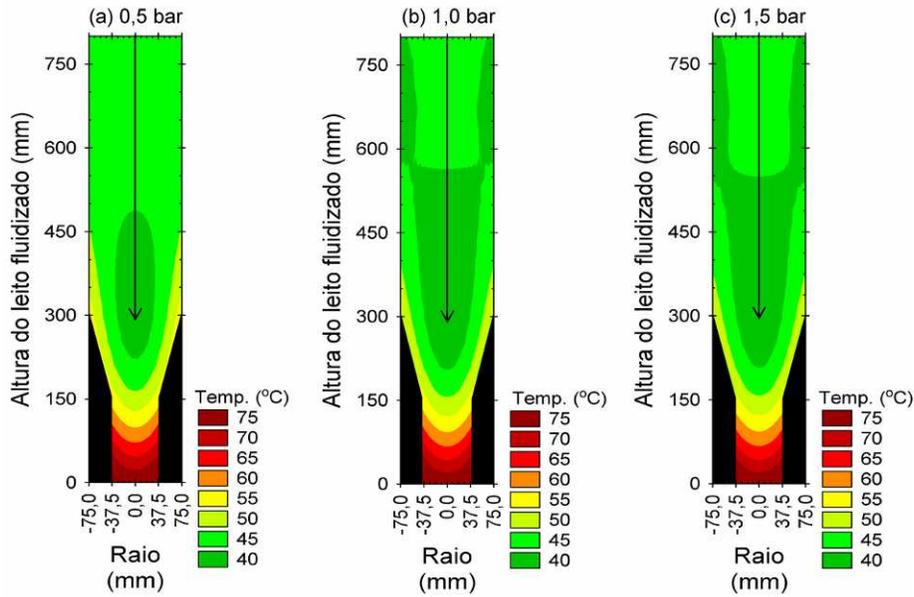


Figura 5.20: Distribuição do perfil de temperatura no interior do leito (sem produto) para as faixas de pressão de atomização de 0,5 bar (a), 1 bar (b) e 1,5 bar (c)., mantendo-se fixas $Q_{lig} : 2,0 \text{ g/min}$; $H_{bico} : 300 \text{ mm}$; $V_f : 0,57 \text{ m/s}$ e $T_f : 75 \text{ }^\circ\text{C}$.

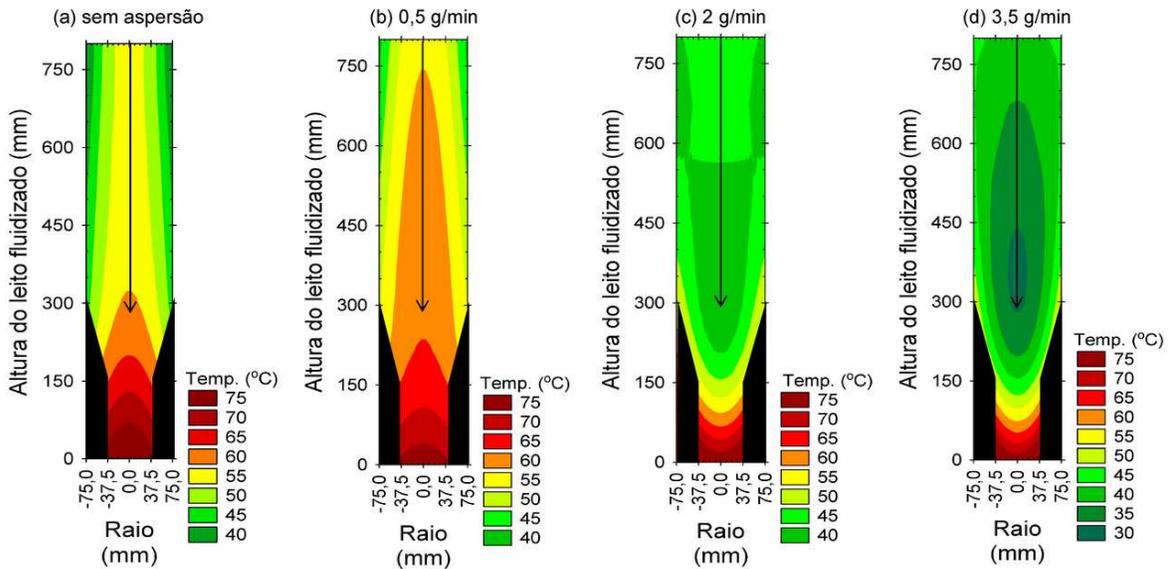


Figura 5.21: Distribuição do perfil de temperatura no interior do leito (sem produto) para as faixas de vazão de atomização de 0,0 g/min (a), 0,5 g/min (b), 2 g/min (c) e 3,5 g/min (d), mantendo-se fixas $P_{atom} : 1,0 \text{ bar}$; $H_{bico} : 300 \text{ mm}$; $V_f : 0,57 \text{ m/s}$ e $T_f : 75 \text{ }^\circ\text{C}$.

A distribuição dos perfis de temperatura no interior do leito foi obtida para o a altura do bico aspersor nas posições de 300 mm e 600 mm, como mostra a Figura 5.22. Pode-se observar que a posição do bico no interior do leito modifica as zonas de umedecimento e secagem do leito, que podem resultar em alterações quando utilizadas em processos de aglomeração de partículas. O deslocamento do bico aspersor para posições próximas ao topo do leito propicia um aumento da zona de secagem, e, provavelmente, também ocasionariam um decréscimo na umidade final do produto e no diâmetro médio de partículas.

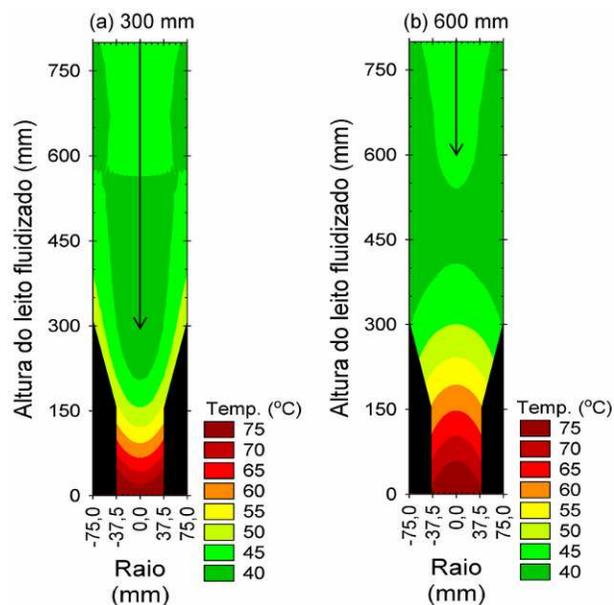


Figura 5.22: Distribuição do perfil de temperatura no interior do leito (sem produto) para a altura do bico aspersor em 300 mm (a) e 600 mm (b), mantendo-se fixas $P_{atom} : 1,0$ bar; $Q_{lig} : 2,0$ g/min; $V_f : 0,57$ m/s e $T_f : 75$ °C.

Assim como no trabalho de JIMÉNEZ *et al.* (2006), pode-se observar a existência de uma zona de umedecimento e uma zona de secagem no interior da câmara do leito. Dependendo as condições operacionais de processo, os perfis de temperatura são distribuídos em diferentes proporções, sendo principalmente influenciados pela vazão de líquido atomizado e pela altura do bico aspersor.

5.3.5 Aquisição de dados durante a aglomeração de proteína isolada de soja

As figuras 5.23 e 5.24 mostram a aquisição de dados para a temperatura no centro e na parede do leito, para diversas alturas no leito, durante o ensaio de aglomeração realizado nas condições operacionais de ponto ótimo de processo. No início do processo, o ar ambiente (27 °C) foi aquecido até a temperatura de processo, pré-estabelecida em 75 °C, no centro do leito. O período para concretizar o aquecimento e estabilização do sistema foi cerca de 20 minutos. O material particulado foi então adicionado ao leito e o sistema de aspersão acionado, propiciando o início ao processo de aglomeração. Pode-se observar que dentre os primeiros 10 minutos de processamento (período entre 20 e 30 minutos) a temperatura no centro do leito fluidizado é bastante variável. A partir de então, a temperatura do produto tornou-se estabilizada, e o perfil de temperatura no interior do leito manteve-se entre 45 e 70 °C, no centro, e entre 35 e 65 °C na parede do leito.

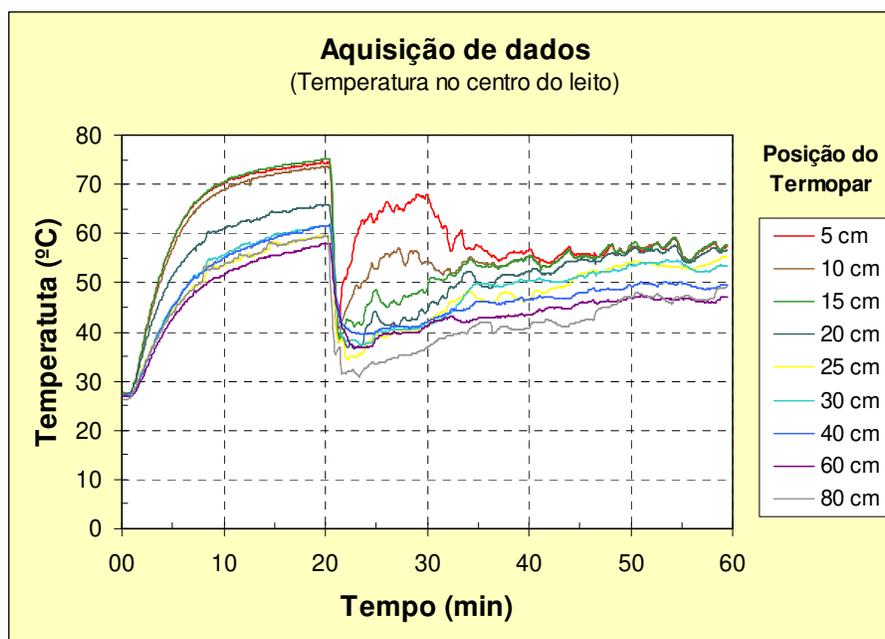


Figura 5.23: Aquisição de dados para a temperatura no centro do leito, durante a aglomeração de proteína de soja, mantendo-se fixas $Q_{lig} : 2,7\text{g/min}$; $C_{lig} : 49\%$; $P_{atom} : 0,55$ bar; $H_{bico} : 300$ mm; $V_f : 0,57$ m/s e $T_f : 75$ °C.

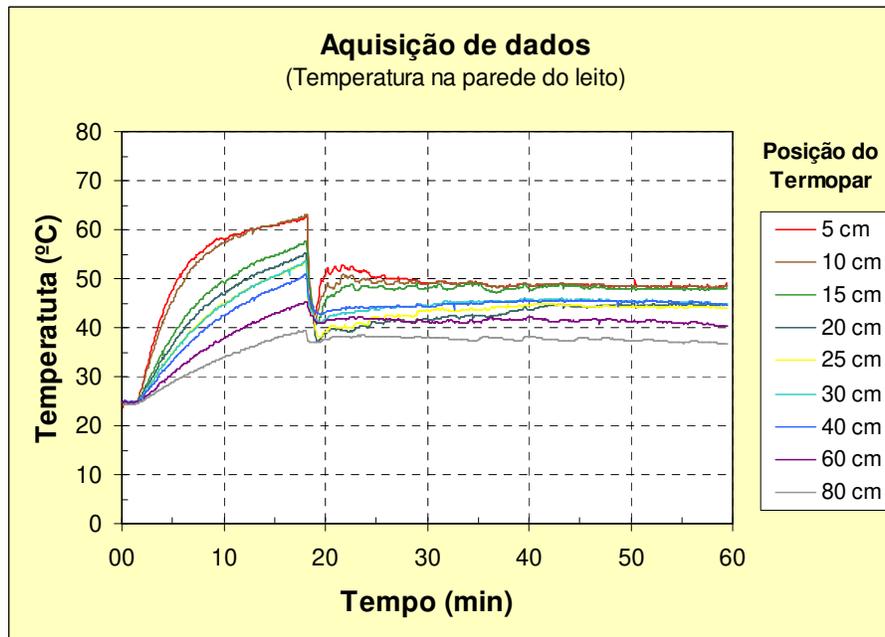


Figura 5.24: Aquisição de dados para a temperatura na parede do leito, durante a aglomeração de proteína de soja, mantendo-se fixas $Q_{lig} : 2,7\text{g/min}$; $C_{lig} : 49\%$; $P_{atom} : 0,55$ bar; $H_{bico} : 300$ mm; $V_f : 0,57$ m/s e $T_f : 75$ °C.

A distribuição do perfil de temperatura foi obtida para os sistemas sem produto (a) e com 150 g de proteína isolada de soja (b), como mostra a Figura 5.25. Pode-se observar que, para ambos os casos, o limite da zona de secagem (55 °C) mantém-se na altura de 150 mm, entretanto, a presença de produto limita a penetração do líquido atomizado, em contracorrente ao ar fluidizante, resultando no aumento de temperatura na região entre 150 e 300 mm. De modo geral, a distribuição de temperatura do leito contendo produto acompanha a movimentação das partículas sólidas, durante a fluidização. Experimentalmente, foi observado que o limite de expansão do leito fluidizado assemelha-se à região geométrica representada pela isoterma de 50 °C (Figura 5.25b).

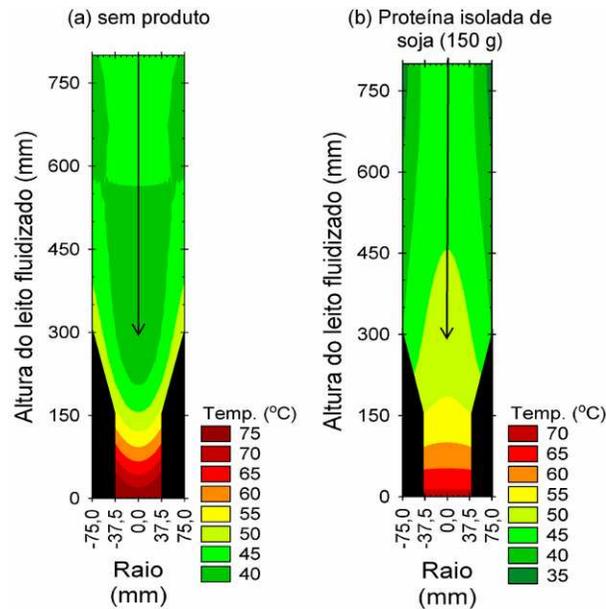


Figura 5.25: Distribuição do perfil de temperatura no interior do leito (sem produto) para os sistemas sem produto e com 150 g de proteína isolada de soja, mantendo-se fixas P_{atom} : 1,0 bar; Q_{lig} : 2,0g/min; H_{bico} : 300 mm; V_f : 0,57 m/s e T_f : 75 °C.

Durante o ensaio de aglomeração, realizado nas condições operacionais de ponto ótimo de processo, foi realizada a aquisição de dados para a queda de pressão no leito, apresentada pela Figura 5.26. Imediatamente após o tempo de 20 minutos, fez-se a inserção do produto e observou-se o início das flutuações de pressão, decorrentes do fenômeno de fluidização das partículas de proteína isolada de soja. Embora a fluidez do material particulado tenda a aumentar com o aumento do diâmetro médio, pôde-se observar que a queda de pressão mantém-se praticamente constante, ao redor de 30 bar, com desvio de aproximadamente 15%, durante todo o processo.

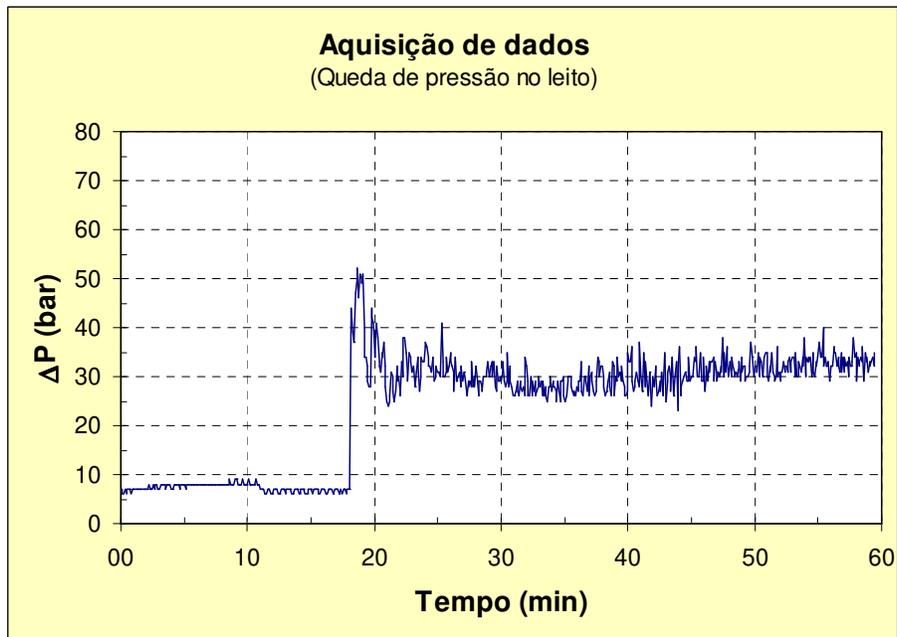


Figura 5.26: Aquisição de dados para a queda de pressão no leito, durante a aglomeração de proteína de soja, mantendo-se fixas $Q_{lig} : 2,7\text{g/min}$; $C_{lig} : 49\%$; $P_{atom} : 0,55\text{ bar}$; $H_{bico} : 300\text{ mm}$; $V_f : 0,57\text{ m/s}$ e $T_f : 75\text{ }^\circ\text{C}$.

5.3.6 Morfologia de partículas

As figuras 5.27 e 5.28 mostram as imagens obtidas pelo estereomicroscópio e respectivas silhuetas da área de projeção das partículas de proteína isolada de soja, para a matéria-prima e produto aglomerado, respectivamente. Pode-se observar que as partículas da matéria-prima possuem forma circular e superfície uniforme, enquanto as partículas aglomeradas possuem formato amorfo e superfície irregular.

Segundo PALZER (2008), a obtenção de partículas grossas e com forma irregular é uma característica da aglomeração de partículas solúveis ou parcialmente solúveis em água. Deste modo a produção de grânulos irregulares e porosos, obtidos em processos de aglomeração de alimentos em pó, é encontrada em diversos trabalhos (TURCHIULI *et al.*, 2005a ; FUCHS *et al.*, 2006; JINAPONG *et al.*, 2008 e MARTINS e KIECKBUSCH, 2008).

A forma das partículas também pode ser alterada pela concentração do ligante. No estudo de TURCHIULI, *et al.* (2005a) foi observado que o uso de soluções de maltodextrina a menores concentrações produz grânulos mais irregulares que os obtidos utilizando-se soluções concentradas. Os autores também observaram que o aumento da concentração da solução ligante resulta na produção de grânulos grossos em menores períodos de processamento.

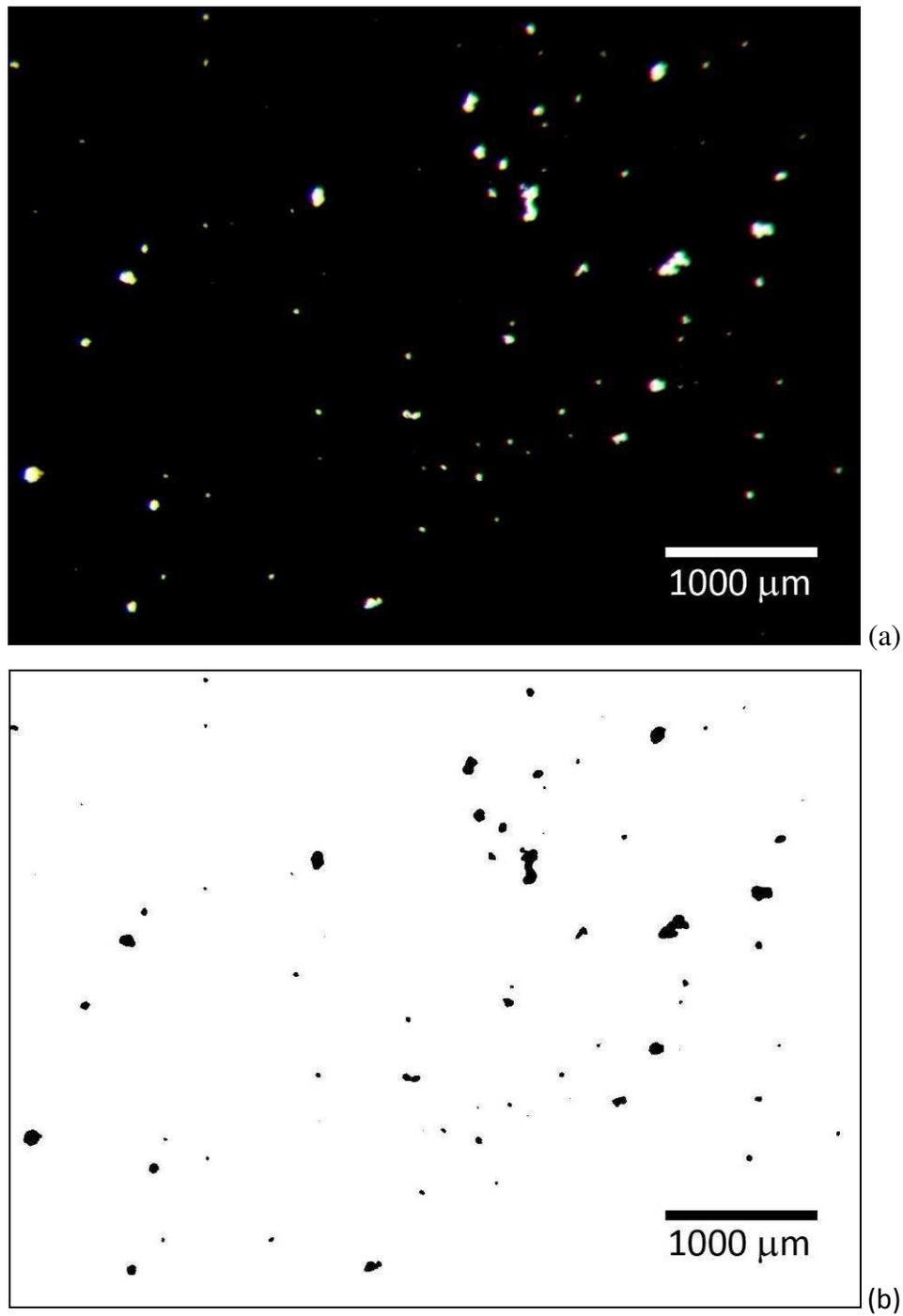


Figura 5.27: Partículas de proteína isolada de soja para a matéria-prima, obtidas pelo estereomicroscópio (a) e em modo binário (b).

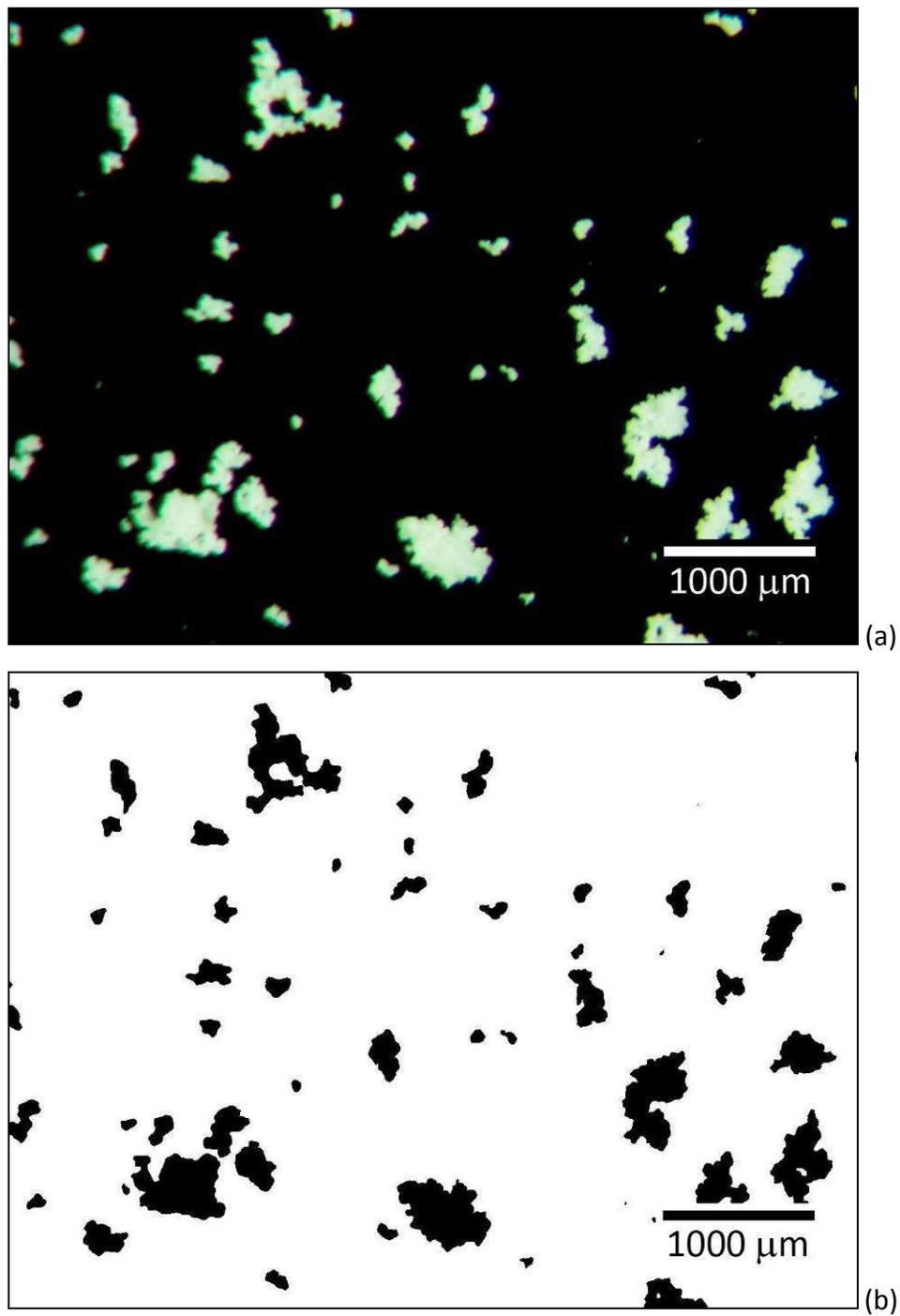


Figura 5.28: Partículas de proteína isolada de soja para o produto aglomerado, obtidas pelo estereomicroscópio (a) e em modo binário (b).

As partículas do produto aglomerado foram classificadas em diferentes intervalos de tamanho, como mostra a Figura 5.29. Ao analisar a sequência de imagens, pode-se observar a evolução do diâmetro de partículas e as respectivas mudanças estruturais. Durante a aglomeração, o aumento de tamanho de partículas é decorrente da coalescência entre duas ou mais partículas, ou grânulos. Inicialmente, as partículas mais finas e arredondadas tendem a se agrupar formando pequenos núcleos arredondados e compactos. Posteriormente, tais núcleos coalescem entre si, formando os grânulos mais grossos e com formato irregular.

Os parâmetros de forma de cada intervalo de tamanho de partículas da distribuição de tamanho do produto aglomerado são apresentados pela Figura 5.30. Pode-se observar que as partículas mais finas, com diâmetro de até 135 μm , apresentam uma forma mais arredondada e com superfície regular. As partículas com diâmetro maiores que 135 μm apresentam superfície irregular. O aumento do tamanho de partículas resulta no decréscimo da circularidade, ou seja, a superfície das partículas mais grossas tende a ser mais irregular, devido ao aumento da rugosidade superficial. TURCHIULI *et al.* (2005a) também observaram que a forma das partículas torna-se mais irregular com o aumento de tamanho de partículas durante a aglomeração de partículas de zeína em leito fluidizado. Entretanto, segundo os autores, as partículas com tamanho de 750 μm possuem forma mais irregular que as partículas mais finas ($dp_m < 400 \mu\text{m}$) ou grânulos mais grossos ($dp_m > 1000 \mu\text{m}$).

A estrutura irregular e porosa dos aglomerados é normalmente formada por pequenas pontes sólidas (TURCHIULI *et al.*, 2005a; FUCHS *et al.*, 2006; PALZER, 2008; JINAPONG *et al.*, 2008 e MARTINS e KIECKBUSCH, 2008), que são facilmente solubilizadas quando imersas em água (SCHUBERT, 1993; HLA e HOGEKAMP, 1999; KNIGHT, 2001 e JINAPONG *et al.*, 2008).

Deste modo, pode-se dizer que a transformação estrutural das partículas finas em aglomerados contribuiu para o aumento das propriedades de instantaneização da proteína isolada de soja.

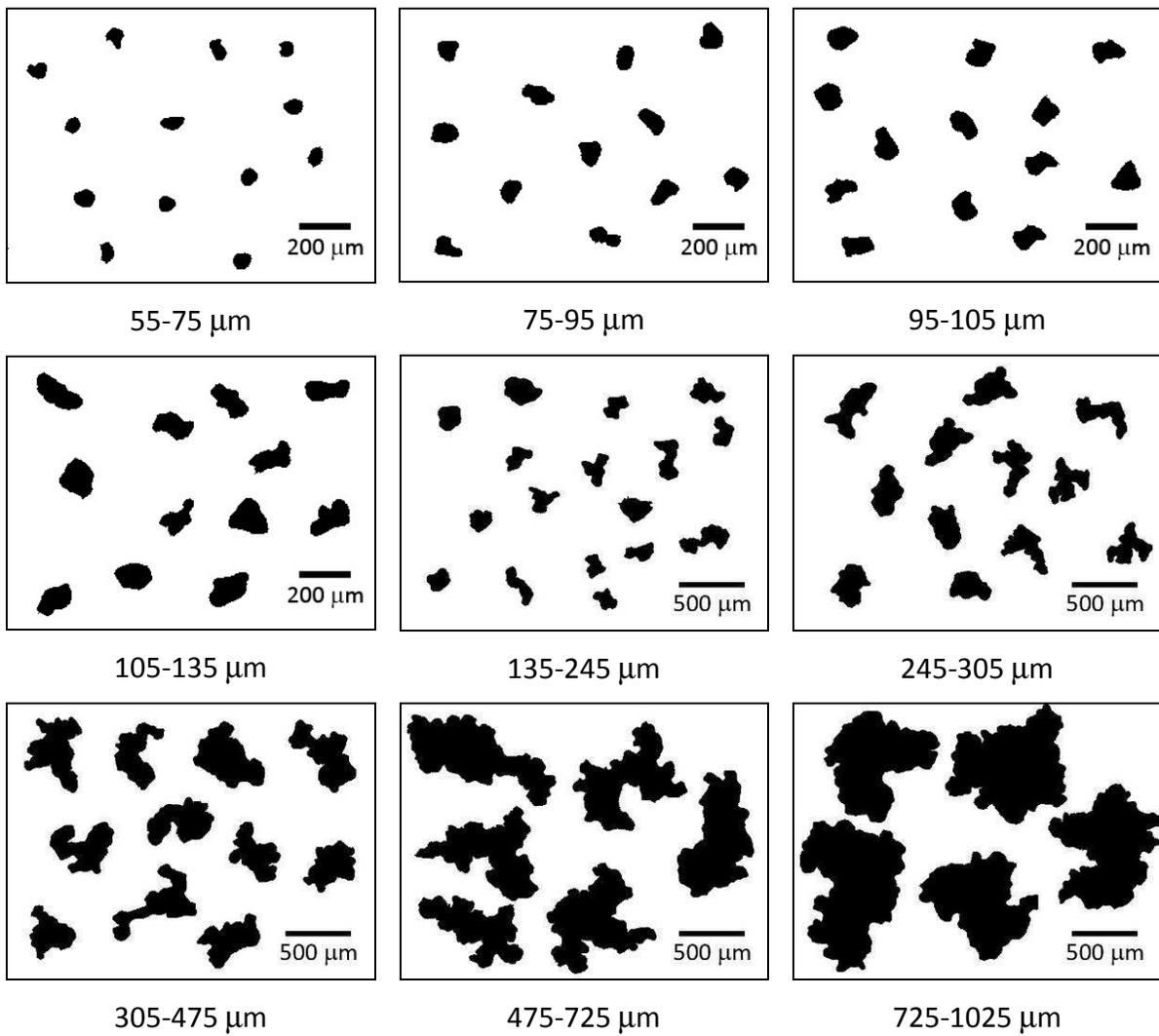


Figura 5.29: Fotografias da área de projeção 2D das partículas de proteína isolada de soja, após o processo de aglomeração, em diferentes intervalos de tamanho.

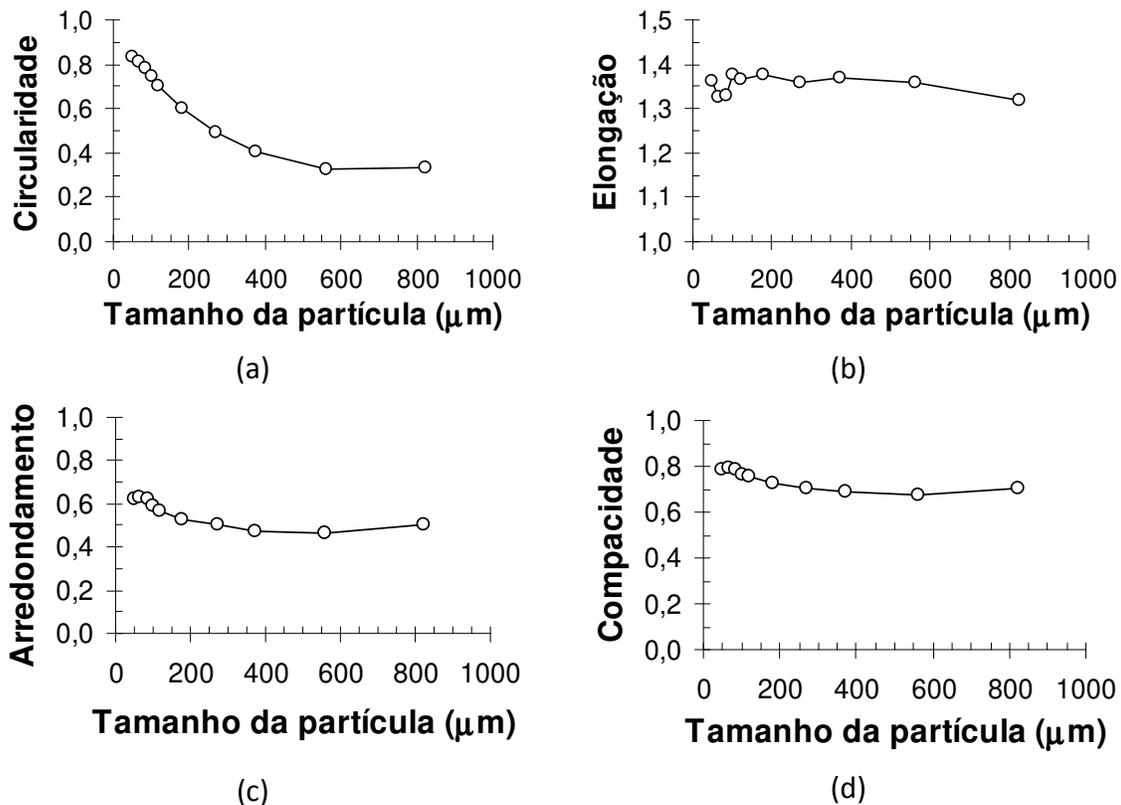


Figura 5.30: Fatores de forma para os diferentes tamanhos de partícula do produto aglomerado: (a) Circularidade, (b) Elongação, (c) Arredondamento e (d) Compacidade.

5.4 CONCLUSÕES

A aglomeração de proteína isolada de soja ocorre devido à pulverização de soluções de maltodextrina, utilizadas como líquido ligante, permitindo a coalescência entre partículas e posterior formação da estrutura aglomerada, posteriormente à secagem.

Por meio das análises de superfície de resposta, pôde-se constatar que o aumento da vazão de ligante atomizado propicia o aumento da taxa de aglomeração. Por outro lado, o aumento da vazão implica no acréscimo da umidade final do produto aglomerado e aumento do rendimento do processo. O uso de ligante em elevadas concentrações também favorece o aumento da taxa de aglomeração, além de produzir grânulos com menor umidade final e proporcionar um acréscimo do rendimento do processo. O aumento ou diminuição da pressão de atomização não propicia alterações significativas da taxa de

aglomeração. Entretanto, o uso de menores pressões de atomização resulta no aumento do rendimento do processo, devido aos menores índices de elutriação de partículas. Assim, o ponto ótimo de processo foi obtido nas condições de elevada concentração de ligante, baixa pressão de atomização e vazão de ligante em níveis próximos ao intermediário, em que foram produzidos grânulos grossos com baixa umidade final e processos com rendimento próximos a 70%.

Os grânulos mais grossos apresentam superfície irregular e possuem a propriedade de penetrar rapidamente na superfície da água, devido à ação de forças capilares da interação sólido-líquido. Deste modo, o produto aglomerado apresentou melhores propriedades de instantaneização, ou maior dispersabilidade em água, que quando comparado com a matéria-prima, proveniente da secagem em spray dryer.

5.5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CRYER S.A., SCHERER P.N., Observations and Process Parameter Sensitivities in Fluid-Bed Granulation, **AIChE Journal**, v. 49 (11), p. 2802-2809, 2003.

DACANAL G.C., Estudo da granulação de suco de acerola desidratado em leito fluidizado, **Dissertação de Mestrado**, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, SP, Brasil, D115e, 2005.

FUCHS M., TURCHIULI C., BOHIN M., CUVELIER M.E., ORDONNAUD C., PEYRAT-MAILLARD M.N. e DUMOULIN E., Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidised bed agglomeration, **Journal of Food Engineering**, v. 75, p. 27-35, 2006.

HAPGOOD K.P., LITSTER J.D., SMITH R., Nucleation regime map for liquid bound granules, **AIChE Journal**, v. 49, n. 2, p. 350-361, 2003.

HEMATI M., CHERIF R., SALEH K., PONT V., Fluidized bed coating and granulation: Influence of process-related variables and physicochemical properties on the growth kinetics, **Powder Technology**, v. 130, n. 1-3, p.18-34, 2003.

- HLA P.K., HOGEKAMP S., Wetting behaviour of instantized cocoa beverage powders. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 34, p. 335-342, 1999.
- 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, 2001a.
- IVESON S.M., WAUTERS P.A.L., FORREST S., LITSTER J.D., MEESTERS G.M.H., SCARLETT B., Growth regime map for liquid-bound granules: Further development and experimental validation, **Powder Technology**, v. 117, n. 1-2, p. 83-97, 2001b.
- JINAPONG N., SUPHANTHARIKA M., JAMNONG P., Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration, **Journal of Food Engineering**, v. 84, p. 194-205, 2008.
- KUNII D., LEVENSPIEL O. **Fluidization Engineering. 2.ed.** Butterworth-Heinemann, 491p, 1991.
- KNIGHT P.C., Structuring agglomerated products for improved performance, **Powder Technology**, v. 119, p. 14-25, 2001.
- LIU L.X., LITSTER J.D., IVESON S.M., ENNIS B.J., Coalescence of Deformable Granules in Wet Granulation Processes, **AIChE Journal**, v. 46, p. 529, 2000.
- MARTINS P.C., KIECKBUSCH T.G., Influence of a lipid phase on steam jet agglomeration of maltodextrin powders, **Powder Technology**, v. 185, p. 258-266, 2008.
- MORT P.R., Scale-up of binder agglomeration processes, **Powder Technology**, v. 150, n. 2, p. 86-103, 2005.
- NITZ M., TARANTO O.P., Film coating of theophylline pellets in a pulsed fluid bed coater, **Chemical Engineering and Processing**, v.47, p.1412-1419, 2008.

- N'DRI-STEMPFER B., OULAHNA D., ETERRADOSSI O., BENHASSAINE A., e DODDS J.A., Binder granulation and compaction of coloured powders, **Powder Technology**, v. 130, p. 247-252, 2003.
- PALZER S., Influence of material properties on the agglomeration of water-soluble amorphous particles, **Powder Technology**, *article in press*, 2008.
- PLANINSEK O., PISEK,R., TROJAK A., SRCIC S., The utilization of surface free-energy parameters for the selection of a suitable binder in fluidized bed granulation, **International Journal of Pharmaceutics**, v. 207, p. 77–88, 2000.
- PONT V., SALEH K., STEINMETZ D., HÉMATI M., Influence of the physicochemical properties on the growth of solid particles by granulation in fluidized bed, **Powder Technology**, v. 120, n. 1-2, p. 97-104, 2001.
- REYES A., MOYANO P., PAZ J., Drying of Potato Slices in a Pulsed Fluidized Bed, **Drying Technology**, v. 25, p. 581–590, 2007.
- SENADEERA W., BHANDARI B., YOUNG G., WIJESINGHE B., Methods for effective fluidization of particulate food materials, **Drying Technology**, v. 18 (7), p. 1537–1557, 2000.
- 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., Instantization of Powdered Foods, **International Chemical Engineering**, v. 33, n. 1, p. 28-45, 1993.
- TAN H.S., SALMAN A.D., HOUNSLOW M.J., Kinetics of fluidized bed melt granulation I: The effect of process variables, **Chemical Engineering Science**, v. 61, p. 1585-1601, 2006

- TURCHIULI C., ELOUALIA Z., MANSOURI N., DUMOULIN E., Fluidised bed agglomeration: Agglomerates shape and end-use properties, **Powder Technology**, v. 157, p. 168-175, 2005a.
- TURCHIULI C., FUCHS M., BOHIN M., CUVELIER M. E., ORDONNAUD C., PEYRAT-MAILLARD M. N., *et al.*, Oil encapsulation by spray drying and fluidised bed agglomeration, **Innovative Food Science and Engineering Technologies**, v. 6, p. 29-35, 2005b.
- TUSKE Z., REGDON G., EROS I., SRCIC S., PINTYE-HODI K., The role of the surface free energy in the selection of a suitable excipient in the course of a wet-granulation method, **Powder Technology**, v. 155, p. 139–144, 2005.
- TURKI D., FATAH N., Behavior and fluidization of the cohesive powders: Agglomerates sizes approach, **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 25 (4), p. 697-711, 2008.
- VU T.O., GALET L., FAGES J., OULAHNA D., Improving the dispersion kinetics of a cocoa powder by size enlargement, **Powder Technology**, v. 130, p. 400-406, 2003.

Capítulo 6

AGLOMERAÇÃO DE ALIMENTOS EM PÓ EM LEITO FLUIDIZADO PULSADO: EFEITO DA FREQUÊNCIA DE PULSAÇÃO

6.1 INTRODUÇÃO

A fluidização pulsada é um modo particular de operação do leito fluidizado em que a vazão de ar oscila periodicamente com o tempo. O comportamento da fluidização pulsante pode ser associado a três tipos de pulsação: fluidização intermitente (baixa frequência); fluidização pistonada (frequência intermediária); e fluidização normal (alta frequência de pulsação). O uso de leitos fluidizados pulsados possui uma série de vantagens em relação aos leitos convencionais, podendo-se destacar: (i) Fácil fluidização de partículas irregulares ou leitos contendo partículas de distintos tamanhos; (ii) Início da fluidização das partículas utilizando vazão de ar cerca de 30 a 50% menor que na fluidização convencional; (iii) Minimização da formação de canais preferenciais; (iv) Fluidização de partículas frágeis; (v) Menor perda de carga durante o escoamento do ar através do leito de partículas (POIRIER *et al.*, 2000). Além disso, o uso de menores vazões de ar no início da fluidização reduz o consumo de ar utilizado nos processos (KUDRA e MUJUMDAR, 2002; GAWRZYNSKI *et al.*, 1999; PRACHAYAWARAKORN *et al.*, 2005). NITZ e TARANTO (2008), em seu estudo sobre recobrimento de partículas de teofilina em leito fluidizado pulsado, também afirmaram que o uso da pulsação é adequado para processar produtos coesivos, uma vez que é possível melhorar a qualidade da fluidização dos finos sem que ocorra a formação de canais preferenciais. Além disso, os autores observaram que o uso da pulsação do ar permite o recobrimento de partículas sem que ocorra aglomeração.

Entretanto, até o presente momento, não foi encontrado estudos sobre o efeito da pulsação do ar durante a aglomeração em leito fluidizado.

Neste capítulo apresenta-se o comportamento fluidodinâmico de sólidos particulados em leito fluidizado cônico, utilizando-se diferentes frequências de pulsação. Os materiais estudados foram polpa de acerola em pó, proteína isolada de soja e maltodextrina. Os perfis de queda de pressão, variando-se a velocidade de fluidização, foram obtidos às frequências de pulsação de 0; 300; 600 e 900 rpm. Ainda neste capítulo, apresentam-se os resultados obtidos para os ensaios de aglomeração de polpa de acerola em pó e proteína isolada de soja, para as frequências de pulsação de 0, 300, 600 e 900 rpm. Outros resultados como rendimento do processo e umidade final do produto, obtidos após o processo de aglomeração, também foram avaliados.

6.2 MATERIAIS E MÉTODOS

6.2.1 Matéria prima

6.2.1.1 Polpa de acerola em pó

A polpa de acerola em pó foi produzida pela secagem em spray dryer e fornecida pela indústria *Grupo Centro-Flora*, localizada na cidade de Botucatu - SP. Amostras contendo 0,20 kg foram utilizadas nos ensaios fluidodinâmicos e ensaios experimentais de aglomeração, realizados a diferentes frequências de pulsação.

6.2.1.2 Proteína isolada de soja

A proteína isolada de soja (Supro[®] 780) utilizada neste trabalho foi obtida pela secagem por spray dryer, adquirida comercialmente e produzida pela empresa *The Solae Company*, Brasil. Amostras contendo 0,15 kg foram utilizadas nos ensaios fluidodinâmicos e ensaios experimentais de aglomeração, realizados a diferentes frequências de pulsação.

6.2.1.3 Maltodextrina

A maltodextrina foi adquirida comercialmente e produzida pela empresa *Corn products do Brasil*, sob a marca MOR-REX, 20% d.e., Brasil. Amostras contendo 0,25 kg foram utilizadas nos ensaios fluidodinâmicos, realizados a diferentes frequências de pulsação. A maltodextrina também foi empregada na preparação de soluções aquosas, posteriormente utilizadas como líquido ligante no processo de aglomeração de proteína isolada de soja.

6.2.2 Caracterização da matéria prima e produto aglomerado

As análises de caracterização da matéria prima e do produto aglomerado foram realizadas a partir das análises de teor de umidade (item 3.1.1) e diâmetro médio e distribuição de tamanho de partículas (item 3.1.5), descritos no Capítulo 3.

6.2.3 Equipamentos

O item 3.3 do Capítulo 3 descreve o equipamento utilizado para a realização dos ensaios de fluidodinâmica para polpa de acerola em pó, proteína isolada de soja e maltodextrina. O mesmo equipamento foi utilizado nos ensaios de aglomeração de polpa de acerola em pó e proteína isolada de soja.

6.2.4 Descrição dos ensaios experimentais

6.2.4.1 Fluidodinâmica em leito fluidizado pulsado

Os perfis de queda de pressão obtidos para a polpa de acerola em pó, proteína isolada de soja e maltodextrina, foram determinados variando-se a vazão do ar fluidizante e medindo-se a diferença de pressão entre a base e o topo do leito, como descrito no item 3.3.4 do Capítulo 3.

6.2.4.2 Aglomeração de acerola em pó em leito fluidizado pulsado

A aglomeração de polpa de acerola em pó em leito fluidizado pulsado foi realizada por meio da atomização de água, a 27 °C, utilizada como ligante. A Tabela 6.1 mostra as condições operacionais utilizadas nos ensaios de aglomeração de polpa de acerola em pó

nas frequências de pulsação de 0; 300; 600 e 900 rpm. As condições operacionais foram iguais às utilizadas na cinética de aglomeração do capítulo 4, definidas como sendo o ponto ótimo do planejamento composto central.

Tabela 6.1: Variáveis fixas utilizadas no processo de aglomeração para a polpa de acerola em pó, para as frequência de pulsação de 0; 300; 600 e 900 rpm.

Variável	Nível
Velocidade de fluidização	0,21 m/s
Temperatura do ar fluidizante	74 °C
Tempo de processo	20 minutos
Vazão de ligante (água)	0,6 ml/min
Pressão de atomização	1 bar
Altura do bico aspersor em relação à base do leito	600 mm
Massa de amostra	0,20 kg

6.2.4.3 Aglomeração de proteína isolada de soja em leito fluidizado pulsado

A aglomeração de proteína isolada de soja em leito fluidizado pulsado foi realizada por meio da atomização de solução aquosa de maltodextrina, a 27 °C, utilizada como líquido ligante. A Tabela 6.2 mostra as condições operacionais utilizadas nos ensaios de aglomeração de proteína isolada de soja nas frequências de pulsação de 0; 300; 600 e 900 rpm. As condições operacionais foram iguais às utilizadas na cinética de aglomeração do capítulo 5, definidas como sendo o ponto ótimo do planejamento composto central.

Tabela 6.2: Variáveis fixas utilizadas no processo de aglomeração para a proteína isolada de soja, para as frequência de pulsação de 0, 300, 600 e 900 rpm.

Variável	Nível
Velocidade de fluidização	0,57 m/s
Temperatura do ar fluidizante	75 °C
Tempo de processo	40 minutos
Vazão de solução ligante	2,7 g/min
Concentração do ligante	49 g maltodextrina/100 g de solução
Pressão de atomização	0,55 bar
Altura do bico aspersor em relação à base do leito	300 mm
Massa de amostra	0,15 kg

6.3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

6.3.1 Fluidodinâmica em leito fluidizado pulsado

6.3.1.1 Estudo da fluidodinâmica da acerola em pó

A acerola em pó possui diâmetro médio de partículas, densidade do leito e densidade do sólido igual a 73,2 μm , 0,58 g/cm^3 e 1,13 g/cm^3 , respectivamente. O comportamento fluidodinâmico deste sistema particulado pode ser classificado pelo grupo A de Geldart. Em leito fluidizado sem uso de pulsação (0 rpm), a velocidade mínima de fluidização foi igual a 0,09 m/s. A Figura 6.1 mostra os perfis de queda de pressão em relação à velocidade do ar de fluidização para a acerola em pó (matéria-prima), em diferentes frequências de pulsação. Pode-se observar que conforme há um aumento da frequência de pulsação o pico de queda de pressão em leito fixo decresce razoavelmente. Para o leito fluidizado sem pulsação, o pico máximo de queda de pressão necessário para fluidizar 0,2 kg de acerola em pó foi de 62 mmH_2O , enquanto utilizando uma frequência de pulsação de 900 rpm, o pico máximo de pressão foi igual a 55 mmH_2O . A Figura 6.2 mostra o decréscimo do pico de queda de pressão em leito fixo com o aumento da frequência de pulsação, mantendo a velocidade do ar em 0,08 m/s. Também se pode

observar que a maior variação da queda de pressão, nesta velocidade do ar, ocorre quando se utilizam frequências entre 300 e 500 rpm. Deste modo pode-se dizer que para frequências menores que 300 rpm, a pulsação do ar não atribuiu alterações significativas na fluidodinâmica da acerola em pó. Durante os testes fluidodinâmicos, também foi observado que a altura do leito expandido foi menor quando se utilizaram frequências de pulsação a 600 e 900 rpm.

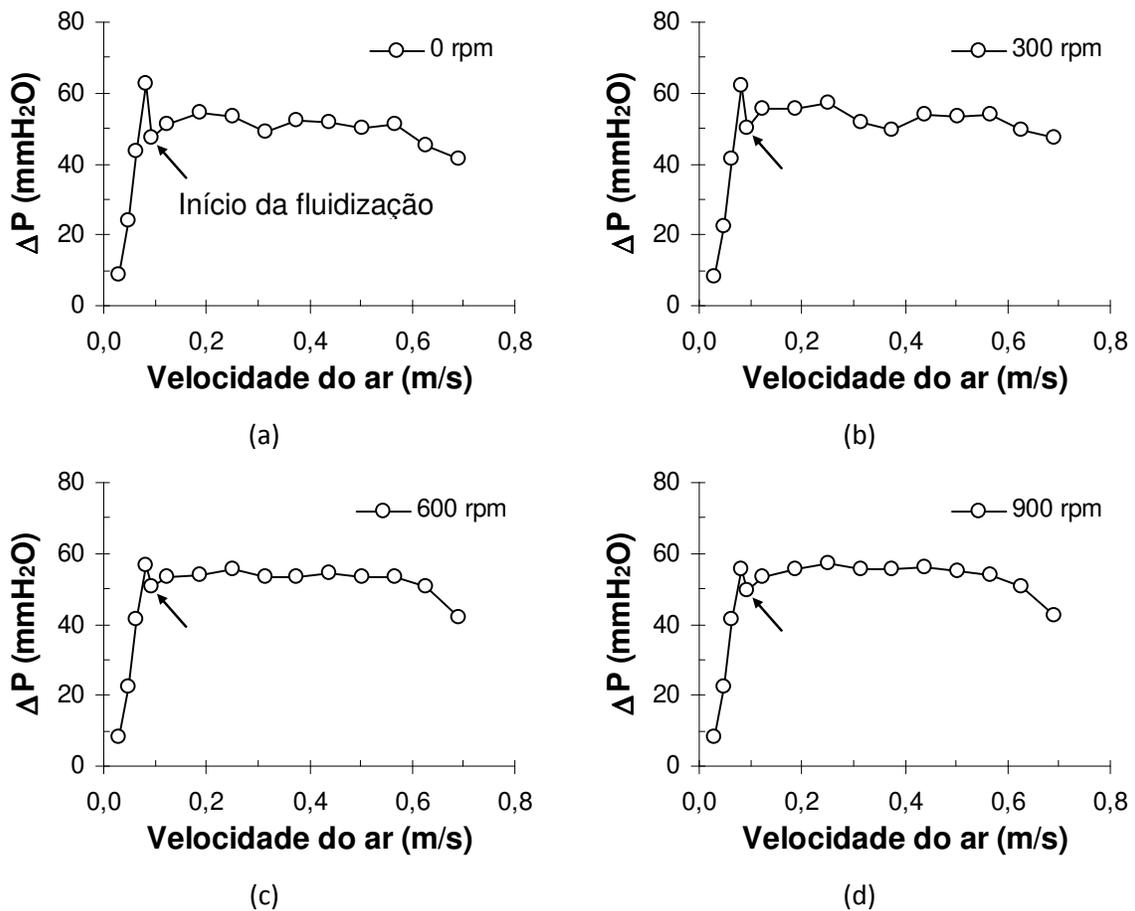


Figura 6.1: Queda de pressão vs. velocidade do ar, durante a fluidização de 0,2 kg de acerola em pó.

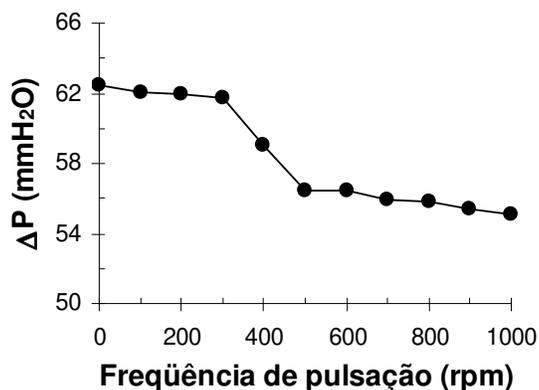
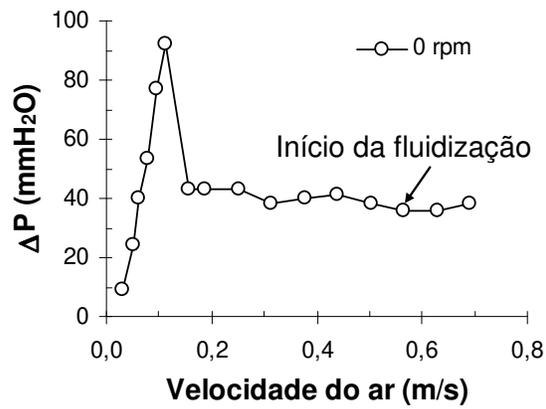


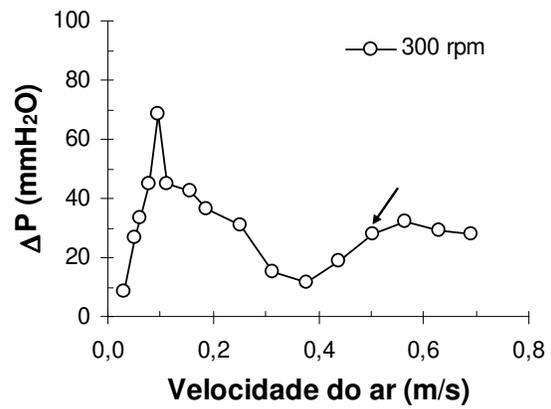
Figura 6.2: Evolução do pico de queda de pressão em diferentes frequências de pulsação para polpa de acerola em leito fixo e velocidade do ar a 0,08m/s.

6.3.1.2 Estudo da fluidodinâmica de proteína isolada de soja

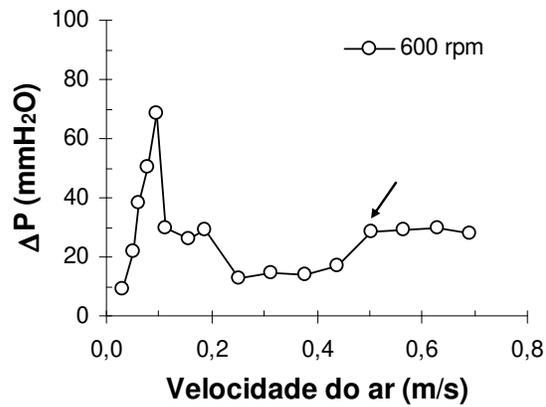
A Figura 6.3 mostra a mudança do perfil da queda de pressão com o aumento da velocidade do ar. O pico de queda de pressão (92 mmH₂O) durante a fluidização sem pulsação (0 rpm) ocorreu à velocidade de 0,11 m/s. Na faixa de velocidade entre 0,11 e 0,57 m/s, ocorre uma pequena expansão do leito fixo e surgimento de canais preferenciais. A formação de canais preferenciais ocorre principalmente no intervalo de velocidade do ar entre 0,2 e 0,45 m/s. Em velocidades mais elevadas, estes canais preferenciais são rompidos e inicia-se a fluidização efetiva do leito. A fluidização das partículas sem o uso da pulsação do ar somente se inicia quando a velocidade do ar atinge 0,57 m/s. Em contrapartida, utilizando-se o sistema de pulsação a 900 rpm, o pico máximo de queda de pressão no leito foi igual a 51 mmH₂O e o início da fluidização das partículas ocorreu à velocidade de 0,38 m/s. Deste modo, pode-se dizer que a qualidade da fluidização foi melhorada com o uso do sistema de pulsação, resultando na minimização da formação de canais preferenciais, utilização de velocidades mais baixas para o início da fluidização e diminuição da queda de pressão no leito. Estes resultados foram semelhantes aos encontrados por REYES *et al.* (2008), que estudaram a secagem de suspensões em leito fluidizado pulsado contendo partículas inertes. Os autores também observaram que a velocidade mínima de fluidização dos inertes decresce com o aumento da frequência de pulsação do ar de 25 para 100 rpm.



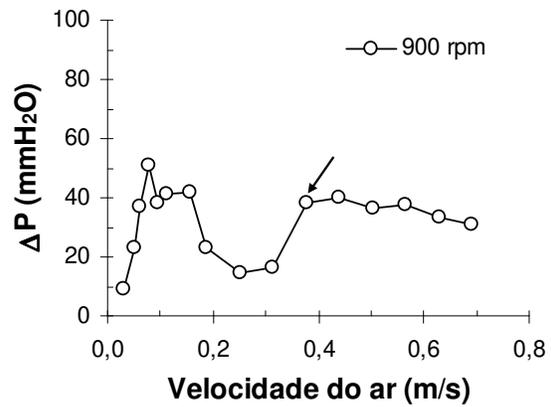
(a)



(b)



(c)



(d)

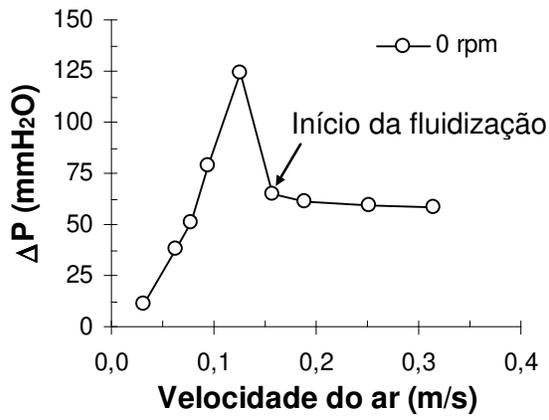
Figura 6.3: Queda de pressão vs. velocidade do ar, durante a fluidização de 0,15 kg de proteína de soja.

6.3.1.3 Estudo da fluidodinâmica de maltodextrina

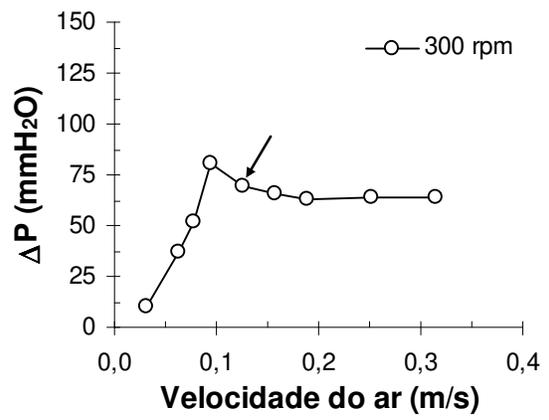
A Figura 6.4 mostra os ensaios de fluidodinâmica para maltodextrina em pó (*Corn products do Brasil*, MOR-REX, 20% d.e., Brasil), utilizando-se frequências de pulsação de 0, 300, 600 e 900 rpm. Pode-se observar que o pico de queda de pressão em leito fixo decresce consideravelmente com o aumento da frequência de pulsação. À velocidade do ar de 0,13 m/s, o pico máximo de queda de pressão a 0 rpm (sem pulsação) foi de 124 mmH₂O, enquanto para a frequência de 900 rpm este pico decresceu para 58 mmH₂O.

Também foi observado que a velocidade de início da fluidização decresceu com o aumento da frequência de pulsação. A velocidade mínima de fluidização foi de 0,16 m/s para o sistema sem pulsação (0 rpm). Porém, em frequências de pulsação de 600 e 900 rpm, a fluidização teve início em velocidade do ar de 0,09 m/s.

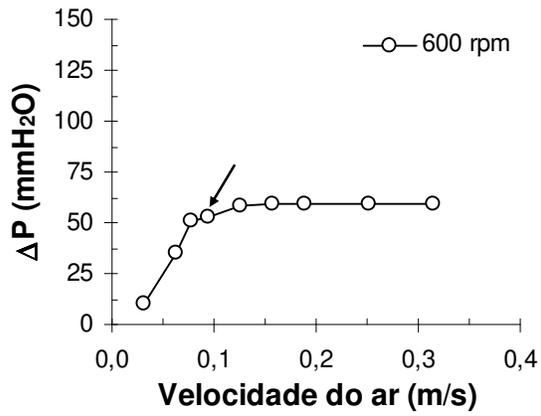
Durante os ensaios, também foi observado, que este decréscimo do pico máximo de queda de pressão e da velocidade de fluidização propiciou a fluidização das partículas sem que ocorra elutriação excessiva das partículas finas. Deste modo, o uso do sistema pulsado no processo de aglomeração de maltodextrina pode ser adequado quando se deseja obter maiores índices de rendimento ao final do processo.



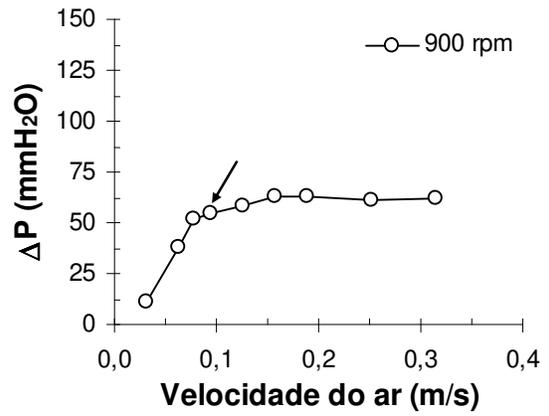
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 6.4: Queda de pressão vs. velocidade do ar, durante a fluidização de 0,25 kg maltodextrina.

6.3.2 Aglomeração de polpa de acerola em pó em leito fluidizado pulsado

A aglomeração de acerola em pó também foi estudada utilizando-se diferentes frequências de pulsação. Os ensaios foram realizados nas condições operacionais de ponto ótimo de processo. A Figura 6.5 mostra a variação do diâmetro médio de partículas para aglomeração utilizando-se frequências de pulsação de 300; 600 e 900 rpm.

O uso frequências de pulsação de 300 e 600 rpm nos processos de aglomeração, resultou no aumento do diâmetro médio de partículas de cerca de 30%, em relação ao processo sem uso do sistema pulsante. Entretanto, para a frequência de 900 rpm, o diâmetro médio de partículas passou a ser menor que para menores frequências ou sem frequência de pulsação. Este comportamento pode ser melhor visualizado por meio da Figura 6.6, que mostra a distribuição de tamanho de partículas do produto aglomerado em diferentes frequências. Pode-se observar que o pico da distribuição tende a ser mais estreito com o uso das frequências de 300 e 600 rpm. Para a frequência de 900 rpm, a distribuição de tamanho possui maior fração de finos que quando comparado com os demais processos de aglomeração. O uso de elevadas frequências de pulsação do ar provoca um aumento da vibração do leito, resultando em maiores taxas de quebra e/ou abrasão dos grânulos e subsequente aumento da fração de finos. Deste modo, pode-se concluir que a taxa de aglomeração pode aumentar ou diminuir, dependendo da frequência utilizada.

O efeito das diferentes frequências de pulsação para a resposta de umidade do produto é apresentado pela Figura 6.7 mostra. Para a matéria prima inicial, a umidade do produto foi igual a 4,7%. As umidades finais mais elevadas foram obtidas às frequências de 300 e 600 rpm, mais especificamente em 6,2 e 6,0%, respectivamente. Para as frequências de 0 e 900 rpm, a umidade do aglomerado manteve-se próxima a 5,4%. Deste modo, em relação à matéria prima inicial, a umidade final aumentou em todos os processos, apresentando um valor máximo em 300 rpm, onde também ocorreu maior aumento de tamanho de partículas.

O rendimento do processo foi pouco influenciado pela variação da frequência de pulsação, como mostra a Figura 6.8. Para as frequências de 0; 300; 600 e 900 rpm foram obtidos rendimentos de processo iguais a 67; 73; 71 e 71%, respectivamente, ou seja, os

ensaios realizados a frequência de pulsação de 300; 600 e 900 rpm obtiveram rendimento ligeiramente maior que os ensaios sem pulsação.

Desta forma, pode-se concluir que o processo de aglomeração foi melhorado com o uso da pulsação do ar fluidizante a 300 e 600 rpm, que permitiram a produção de grânulos com maior diâmetro médio, além de se obter rendimento do processo e umidade final do produto próximos aos obtidos para os processos sem pulsação.

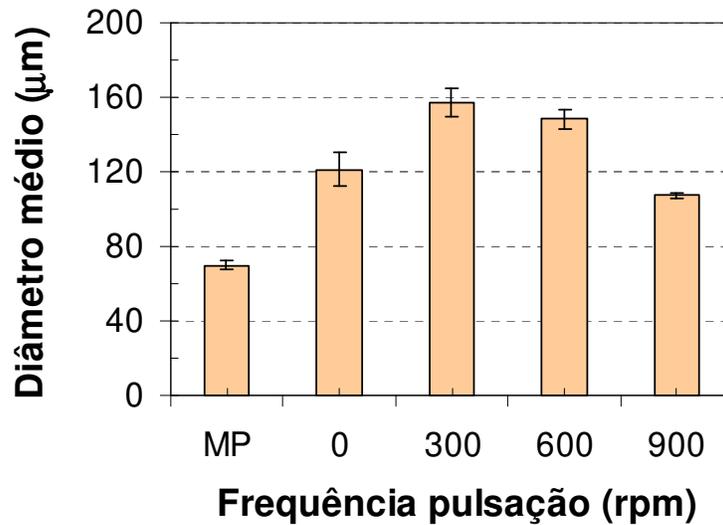


Figura 6.5: Efeito da frequência de pulsação para a resposta de diâmetro médio partículas.

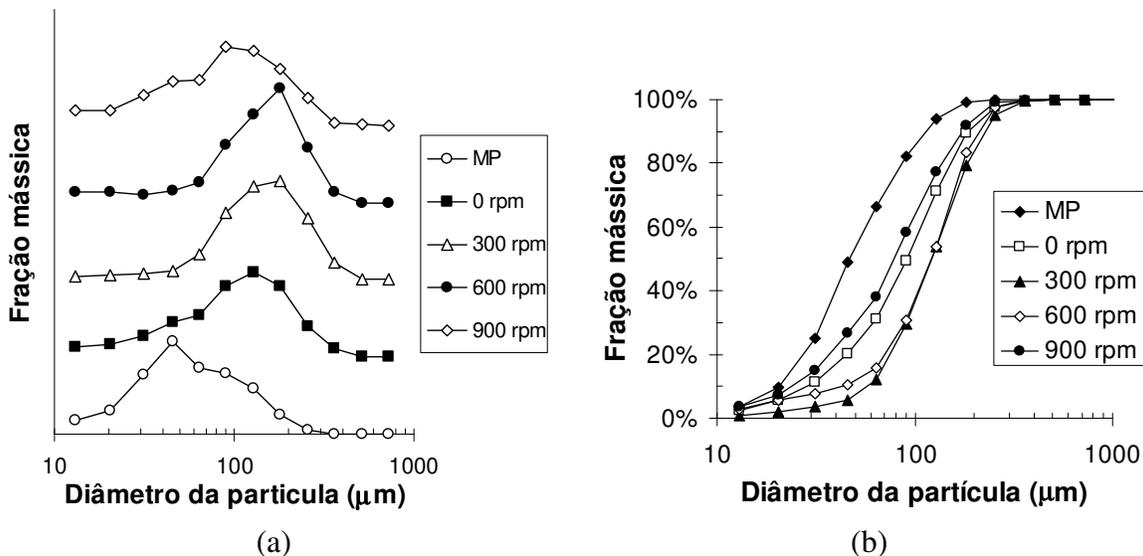


Figura 6.6: Distribuição de tamanho de partículas: (a) distribuição de tamanho e (b) percentual cumulativo, para o produto aglomerado em diferentes frequências de pulsação e para a matéria prima (MP) polpa de acerola em pó.

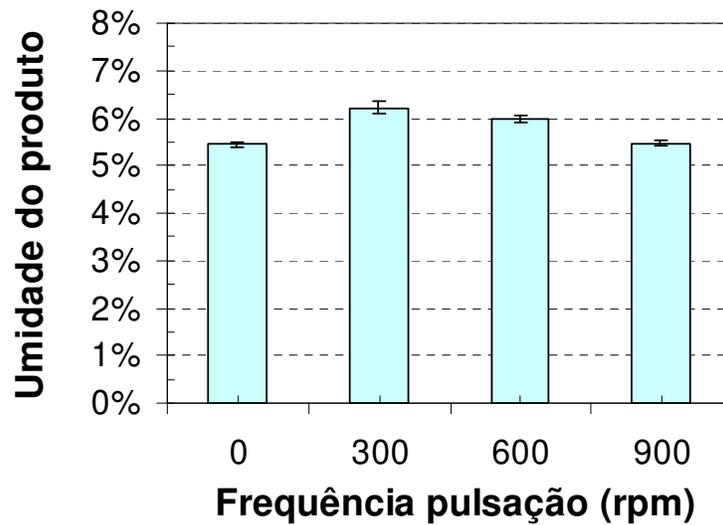


Figura 6.7: Efeito da frequência de pulsação para a resposta de umidade do produto.

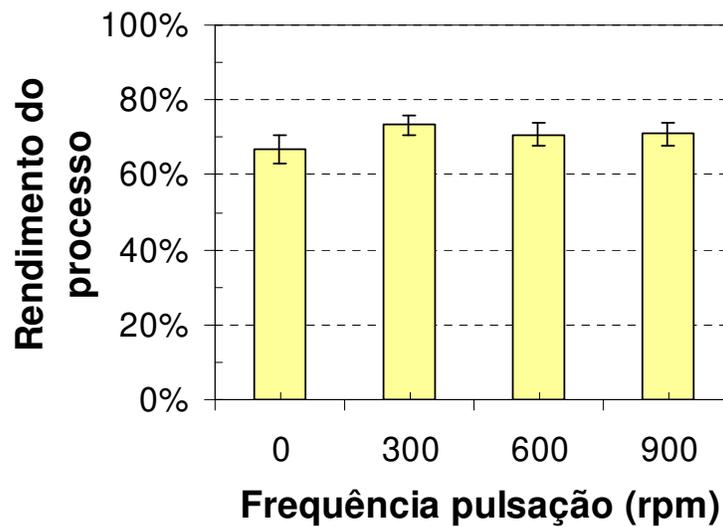


Figura 6.8: Efeito da frequência de pulsação para a resposta de rendimento do processo.

6.3.3 Aglomeração de proteína isolada de soja em leite fluidizado pulsado

A fim de avaliar a influência da frequência de pulsação no processo de aglomeração de proteína isolada de soja, foram realizados quatro ensaios no ponto ótimo de processo, utilizando frequências de pulsação a 0; 300; 600 e 900 rpm. Os resultados médios para o diâmetro médio de partículas, umidade final do produto e rendimento do processo foram graficados, e são apresentados pelas figuras 6.9; 6.11 e 6.12, respectivamente.

O maior diâmetro médio de partículas foi obtido para a frequência de pulsação de 600 rpm, seguido pelas frequências de 300; 0 e 900 rpm (Figuras 6.9 e 6.10). Desta forma, a taxa de aglomeração foi maximizada em 600 rpm. Para frequências inferiores a 600 rpm (0 e 300 rpm) ocorreu menor agitação e homogeneização do leite, que resultou na deficiente distribuição do ligante e decréscimo do aumento de tamanho de partículas. Em frequências mais elevadas (900 rpm), a agitação do leite fluidizado tornou-se mais intensa, propiciando a quebra das partículas previamente aglomeradas e formação de finos. Em relação à matéria-prima inicial, todos os ensaios tiveram aumento de tamanho de partículas em mais de 250%, ou seja, a alteração da frequência de pulsação não implica em consideráveis variações da taxa de aglomeração.

O efeito das diferentes frequências de pulsação para a resposta de umidade do produto é apresentado pela Figura 6.11. Assim como para o diâmetro médio, a maior umidade do produto foi obtida para a frequência de 600 rpm. Para as frequências de 300 e 900 rpm, a umidade média do produto foram semelhantes à da matéria prima inicial. Também se pode constatar que o uso da frequência de 600 rpm produziu grânulos mais úmidos, enquanto a aglomeração sem uso de pulsação (0 rpm) produziu amostras com umidade inferior à inicial.

O rendimento do processo também foi influenciado pela variação da frequência de pulsação, como mostra a Figura 6.12. O maior rendimento de processo foi obtido na condição de 600 rpm (92,2%). Entretanto, para todos os ensaios de aglomeração de proteína isolada de soja, o rendimento final foi superior a 80%, índice satisfatório para um processo industrial. Em modo geral, as condições operacionais que resultaram em um máximo diâmetro médio de partículas, também resultaram nos maiores rendimentos de processo e

nas maiores umidades finais do produto. As partículas com menor tamanho possuem maior área superficial por grama, o que possibilita maior eficiência de secagem durante o processamento. Esta constatação também foi feita por NITZ e TARANTO (2008), durante recobrimento de partículas de teofilina em leito fluidizado pulsado.

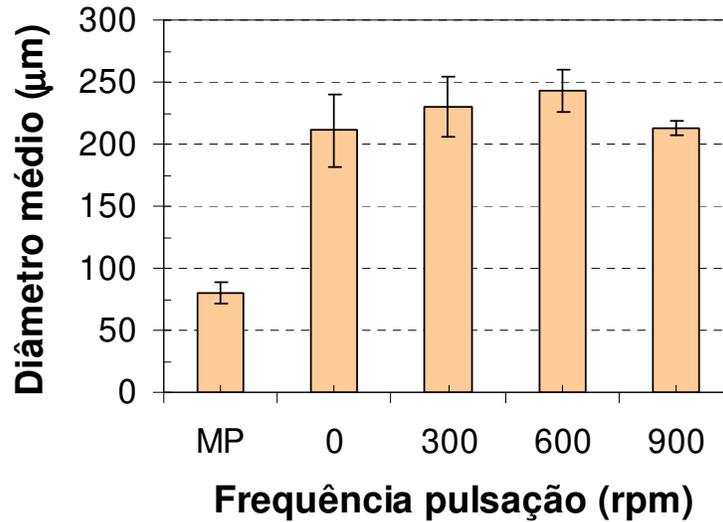


Figura 6.9: Efeito da frequência de pulsação para a resposta de diâmetro médio partículas.

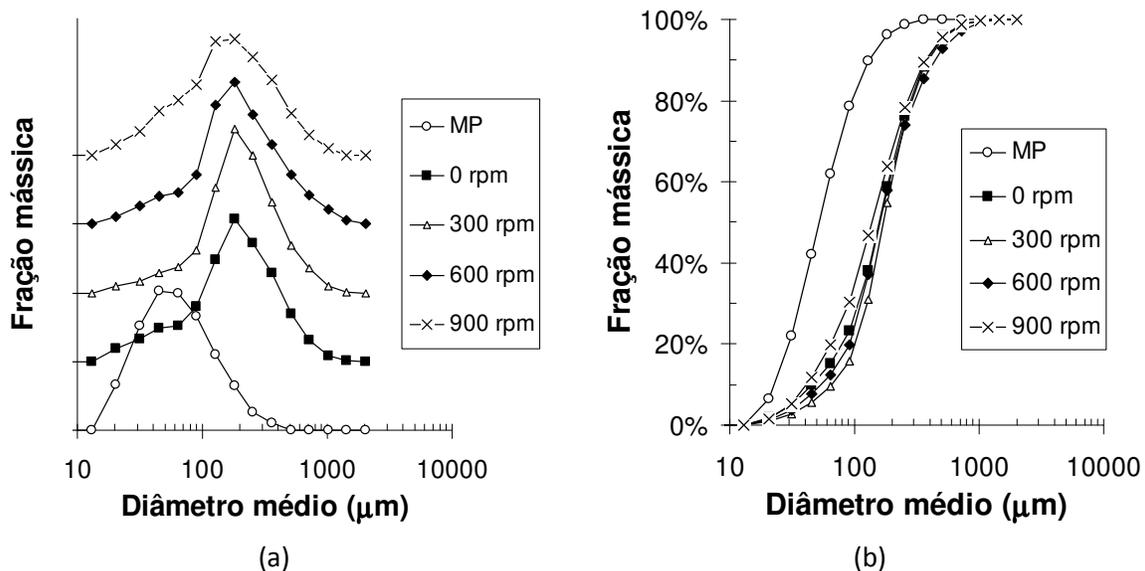


Figura 6.10: Distribuição de tamanho de partículas: (a) distribuição de tamanho e (b) percentual cumulativo, para o produto aglomerado em diferentes frequências de pulsação e para a matéria prima (MP) proteína isolada de soja.

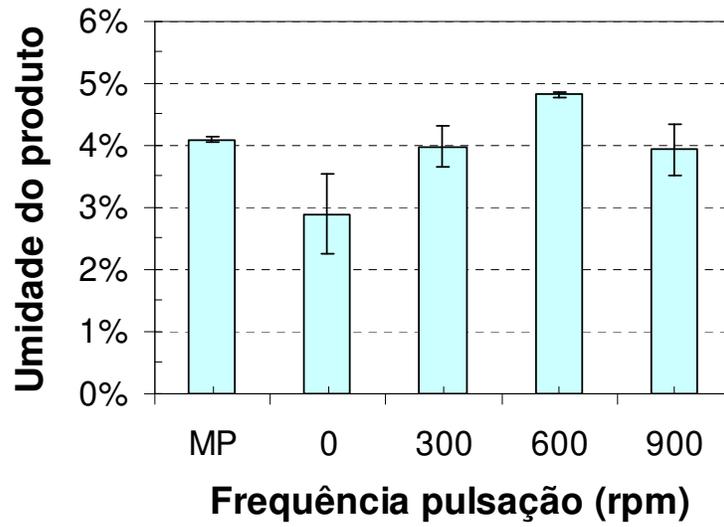


Figura 6.11: Efeito da frequência de pulsação para a resposta de umidade do produto.

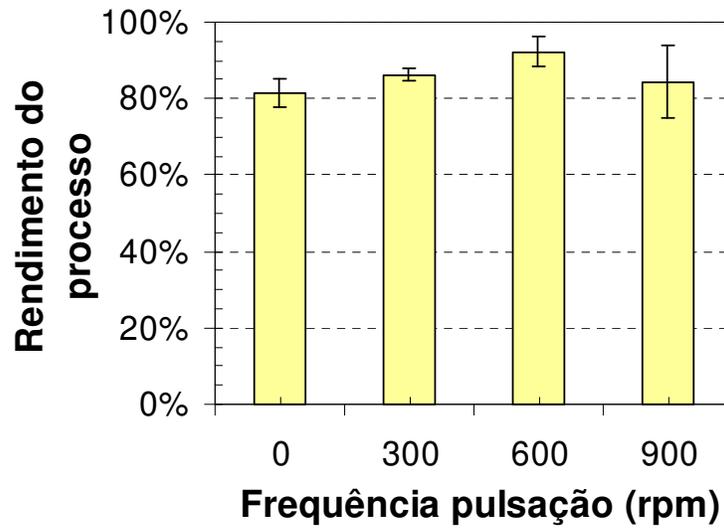


Figura 6.12: Efeito da frequência de pulsação para a resposta de rendimento do processo.

6.4 CONCLUSÕES

Por meio dos ensaios fluidodinâmicos para polpa de acerola, proteína isolada de soja e maltodextrina em pó, observou-se que o uso de frequências de pulsação contribuiu para a melhora da qualidade da fluidização destes sólidos particulados. O uso de frequências de pulsação permitiu o início da fluidização utilizando-se menores velocidades do ar fluidizante, além de propiciar a redução do pico de queda de pressão no leito, necessária para início da fluidização. A pulsação do ar fluidizante também resultou na minimização da formação de canais preferenciais. Deste modo, o uso da pulsação do ar, permite processar os sólidos finos em velocidades de fluidização mais baixas, que possibilitam obter menores índices de elutriação de partículas.

Tanto para a polpa de acerola como para a proteína isolada de soja, o aumento de tamanho de partículas aglomeração em leito fluidizado pulsado foi favorecido quando se utilizaram pulsação do ar a 300 e 600 rpm. Por outro lado, os processos que utilizaram sistemas sem pulsação (0 rpm) ou com pulsação a elevadas frequências (900 rpm), obtiveram menores taxas de aglomeração. Para sistemas sem pulsação a intensidade de agitação do leito fluidizado é baixa e resulta em ineficaz distribuição do ligante sobre as partículas e menores taxas de aglomeração. Para sistemas que utilizam elevadas frequências de pulsação, a agitação do leito torna-se intensa e propicia a quebra das partículas previamente aglomeradas e formação de finos. Deste modo, o uso de frequências intermediárias de pulsação permite aglomerar sólidos particulados finos e coesivos, utilizando-se menores velocidades de fluidização, além de propiciar um aumento da taxa de aglomeração.

6.5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

GAWRZYNSKI Z., GLASER R., KUDRA, T. Drying of powdery materials in a pulsed fluid bed dryer, **Drying Technology**, v. 17 (7-8), p. 1523–1532, 1999.

KUDRA T., MUJUMDAR A., **Advanced Drying Technologies**, Marcel Dekker: New York, p. 459, 2002.

NITZ M., TARANTO O.P., Film coating of theophylline pellets in a pulsed fluid bed coater, **Chemical Engineering and Processing**, v. 47, p. 1412-1419, 2008.

POIRIER M., KUDRA T., PLATON R., Drying of vegetables in a pulsed fluid-bed dryer. Newsletter No 3, 2000, Disponível em: http://www.caddet.org/public/uploads/pdfs/newsletter/003_04.pdf

PRACHAYAWARAKORN S., TIA W., POOPAIBOON K., SOPINRONNARIT S., Comparison of performances of pulsed and conventional fluidized bed dryers, **Journal of Stored Products Research**, v. 41 (5), p. 479–497, 2005.

REYES A., HERRERA N. E VEGA R., Drying suspensions in a pulsed fluidized bed of inert particles, **Drying Technology**, v.26 (1), p.122-131, 2008

Capítulo 7

CONCLUSÕES FINAIS

A aglomeração de alimentos em pó em leito fluidizado é normalmente realizada por meio da atomização de água ou de um líquido ligante.

No caso de produtos solúveis em água, que possuem características hidrofílicas (ex.: polpa de acerola em pó), a aglomeração pode ser realizada por meio de aspersão de água, resultando na formação de uma película úmida e pegajosa e subsequente coalescência entre partículas. Nestes sistemas, o controle da umidade relativa do ar no interior do leito torna-se prioritário para que não ocorram perdas de produto por incrustação ou por formação de torrões, durante o processo. A umidade relativa do ar no interior do leito é basicamente governada pelas variáveis: temperatura do ar fluidizante, vazão do ar fluidizante (velocidade de fluidização) e vazão de líquido atomizado. Deste modo, faz-se necessário o uso de balanços de energia e de umidade para avaliar a capacidade de secagem do sistema, e então se obter as condições operacionais que estabelecem as condições adequadas de processamento. De modo geral, as condições ótimas de aglomeração por umedecimento são encontradas nas condições onde existe um equilíbrio ideal entre as etapas de umedecimento e de secagem do produto.

Quando se deseja aglomerar produtos insolúveis ou parcialmente insolúveis em água, que apresentam características hidrofóbicas ou parcialmente hidrofóbicas (ex.: proteína isolada de soja), então devem empregar-se soluções aquosas contendo polissacarídeos e/ou biopolímeros (ex.: soluções aquosas de maltodextrina). O mecanismo de aglomeração é realizado por meio das gotículas de ligante, que propiciam a coalescência entre as partículas e posterior formação da estrutura aglomerada, devido à subsequente

etapa de secagem dos grânulos. Para que o crescimento de partículas seja bem controlado nestes sistemas, também é necessário realizar um monitoramento das etapas de umedecimento e secagem do produto. O aumento da vazão de ligante resulta no aumento da taxa de crescimento de partículas, porém, nestas condições, a umidade final do produto também se eleva, podendo resultar em perdas de produto devido à formação de torrões. Durante a aglomeração de partículas parcialmente hidrofóbicas, as perdas de produto por incrustação são normalmente desprezíveis. A concentração do líquido ligante também delinea o mecanismo de aglomeração. O uso de elevadas concentrações do ligante resultam no aumento da taxa de aglomeração, sem que ocorra aumento da umidade final do produto.

Os grânulos obtidos durante a aglomeração em leito fluidizado são morfologicamente caracterizados por apresentarem superfície irregular. Estas partículas possuem a propriedade de penetrar rapidamente na superfície da água, devido à ação de forças capilares, decorrentes da tensão superficial do líquido e do ângulo de contato entre o líquido e a superfície da partícula. Deste modo, quando comparados com a matéria-prima proveniente da secagem em spray dryer, os produtos aglomerados apresentam melhores propriedades de instantaneização, como por exemplo, maior solubilidade (quando solúveis), menor tempo de penetração na superfície da água e rápida dispersão em líquidos.

Independentemente da natureza das partículas, a aglomeração de alimentos em pó, utilizando-se leito fluidizado, é capaz de produzir grânulos com elevadas propriedades de instantaneização. Entretanto, os alimentos em pó são normalmente obtidos pela secagem em spray, e são caracterizados como sendo finos, coesivos e apresentam difícil fluidização. Uma das alternativas para o processamento destes produtos coesivos, apresentada neste trabalho, é utilizar pulsação do ar fluidizante. Tal sistema possibilita um aumento da movimentação destas partículas coesivas e uma melhora da qualidade da fluidização destes sólidos particulados. A pulsação do ar permite o início da fluidização em menores velocidades do ar fluidizante, além de propiciar a redução do pico de queda de pressão no leito, necessária para início da fluidização. A pulsação do ar fluidizante também resulta na minimização da formação de canais preferenciais. Deste modo, foi possível aglomerar

produtos coesivos utilizando-se baixas velocidades de fluidização, além de se obter reduzidos níveis de elutriação de partículas durante o processamento.

SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

- Contrapor os resultados obtidos para o processo de aglomeração de acerola em pó com as isotermas de sorção do produto. Tal estudo possibilitaria identificar as faixas de umidade relativa do ar onde ocorre, efetivamente, o umedecimento da superfície do produto e a aglomeração entre partículas, levando a um maior controle do processo e melhor entendimento dos mecanismos de aglomeração.
- Determinação dos pontos ótimos de processo para a aglomeração de proteína isolada de soja. As condições de maior desejabilidade encontradas neste trabalho foram obtidas próximas aos pontos axiais do planejamento, região onde geralmente a predição dos resultados apresenta uma maior margem de erro. Desta forma, baseando-se nos resultados deste trabalho, poderia ser realizado um novo estudo experimental a fim de identificar as faixas de operação onde são obtidos diâmetros médios de partículas maiores, mantendo-se a umidade final do produto próximo a 4%.
- Inclusão de uma etapa de secagem dos grânulos posterior ao processo de aglomeração. Visto que na maioria dos ensaios experimentais, até então estudados, o aumento do diâmetro médio de partículas também resulta num aumento da umidade do produto, seria válido implantar uma etapa de secagem dos grânulos, em leito fluidizado, ao final da aglomeração. Um ponto importante neste estudo seria avaliar o aumento da fração de finos, ocasionado pela quebra e abrasão das partículas aglomeradas.
- Estudo da agitação do leito fluidizado em diversas faixas de pulsação do ar fluidizante. Nos ensaios de aglomeração em leito pulsado, foi observado que o diâmetro médio de partículas pode aumentar ou diminuir, dependendo da frequência utilizada. Tendo em vista que a movimentação das partículas em leito sem pulsação é delineada por uma determinada frequência de oscilação, o uso de pulsação do ar tende a alterar a fluidodinâmica das partículas, devido às mudanças na amplitude e na frequência de oscilação do leito. Desta forma, seria importante realizar estudos que levam a um maior

entendimento da fluidodinâmica de produtos coesivos em leito fluidizado pulsado, e então contrapor estas informações com os mecanismos de aglomeração em leito fluidizado pulsado.

ANEXO A

Programa desenvolvido para o cálculo da umidade relativa do ar na saída leito fluidizado, utilizando-se o software Engineering Equation Solver, v.7.450-3D.

```

*****
"EES - Engineering Equation Solver - v.7.450-3D"
*****

"A) Parametros de processo"
Vel=0,57                                "[m/s] Velocidade de fluidização"
Dtub=0,075                              "[m] Diâmetro da tubulação"
Qlb=1,73                                 "[ml/min] Vazão de água no bico aspersor"
Tlb=T1                                   "[°C] Temperatura do líquido ligante"

"B) Dados de entrada: AR AMBIENTE"
P1=0,95                                  "[bar] Pressão atmosférica"
T1=27                                    "[°C] Temperatura ambiente"
B1=22                                    "[°C] Temperatura de bulbo úmido"
"RH1=55/100"                             "[-] Umidade relativa do ar ambiente"

"C) Dados de entrada: AR AQUECIDO"
T2=75                                    "[°C] Temperatura do ar fluidizante"
*****

"D) Conversão de Unidades"
Qlb1=Qlb*(1/(60*10^6))                  "[m³/s] Vazão de água no bico aspersor"
Mlb=DENSITY(Water;T=Tlb;P=P1)*Qlb1     "[kg/s] Vazão mássica de água no bico aspersor"
*****

"1) Calculo das propriedades do ar ambiente"
RH1=RELHUM(AirH2O;T=T1;P=P1;B=B1)      "[-] Umidade relativa do ar ambiente"
H1=ENTHALPY(AirH2O;T=T1;P=P1;R=RH1)    "[kJ/kg] Entalpia do ar ambiente"
W1=HUMRAT(AirH2O;T=T1;P=P1;R=RH1)     "[-] Umidade absoluta do ar ambiente"
V1=VOLUME(AirH2O;T=T1;P=P1;R=RH1)     "[m³/kg] Volume específico do ar ambiente"
Q1=Vel*P1*(Dtub^2)/4                   "[m³/s] Vazão volumétrica de Ar"
M1=Q1/V1                                "[kg/s] Vazão mássica de Ar"
Mair1=M1*1/(W1+1)                       "[kg/s] Vazão mássica de Ar Seco"
Mw1=M1-Mair1                            "[kg/s] Vazão mássica de Umidade (Água)"

"2) Calculo das propriedades do ar fluidizante"
P2=P1                                    "Pressão no leito = Pressão atmosférica"
W2=W1                                    "Balanço de massa para a umidade do ar (água)"
H2=ENTHALPY(AirH2O;T=T2;P=P2;w=W2)    "[kJ/kg] Entalpia do ar aquecido"
RH2=RELHUM(AirH2O;T=T2;P=P2;w=W2)     "[-] Umidade relativa do ar aquecido"
M2=M1                                    "Balanço de massa para o ar"
Mair2=Mair1                              "Balanço de massa para o ar"
Mw2=Mw1                                  "Balanço de massa para o ar"

"3) Calculo das propriedades do ar umedecido na saída do leito"
P3=P1
M3=Mair2+Mw2+Mlb                         "[kg/s] Vazão mássica do ar úmido"
W3=(Mw2+Mlb)/(Mair2)                     "[-] Umidade absoluta do ar úmido"
Hlb=ENTHALPY(Water;T=Tlb;P=P1)          "[kJ/kg] Entalpia do líquido ligante (água)"
H3=((H2*M2+Hlb*Mlb)/M3)                  "[kJ/kg] Entalpia do ar úmido"
RH3=RELHUM(AirH2O;h=H3;P=P3;w=W3)     "[-] Umidade relativa do ar úmido"
T3=TEMPERATURE(AirH2O;h=H3;P=P3;R=RH3) "[-] Temperatura do ar úmido"
*****

```

ANEXO B

Segundo GELDART (1986) as partículas podem ser classificadas em quatro diferentes perfis fluidodinâmicos:

Grupo C: Partículas coesivas e muito finas. Normalmente a fluidização é extremamente difícil, devido às forças de adesão serem maiores que a resultante da ação do fluido. Em leitos de pequeno diâmetro estas partículas tendem a elevar-se como um bloco de sólidos, ao passo que em leitos de grande diâmetro, ocorre a formação de canais preferenciais, não havendo fluidização dos sólidos.

Grupo A: Corresponde a partícula relativamente fina ($20 < dp_m < 100 \mu\text{m}$) e relativamente leve ($\rho_s < 1,4 \text{ g/cm}^3$). Possui uma grande faixa de fluidização entre a velocidade de mínima fluidização, U_{mf} , e a velocidade mínima de borbulhamento, U_{mB} , proporcionando alta expansão do leito e alto grau de mistura do fluido com o sólido. As partículas desta categoria apresentam uma fluidização particulada antes da formação das bolhas, a velocidade mínima de borbulhamento é superior à velocidade de mínima fluidização. Quando a velocidade do fluido aumenta acima de U_{mB} , a fluidização é borbulhante e é caracterizada por:

- as bolhas têm movimentos ascendentes mais rápidos que o fluido;
- as bolhas surgem após o distribuidor, dividem-se e coalescem quando sobem em direção à superfície do leito;
- em leito raso, só há uma boa mistura das partículas quando poucas bolhas estão presentes;
- quando estas bolhas atingem o diâmetro do leito, o regime muda para pistão.

Grupo B: Para estas partículas, as forças de adesão são desprezíveis e o fenômeno de bolhas começa no início da fluidização. Não há evidência do tamanho máximo de bolhas, de modo que a coalescência é o fenômeno predominante. O diâmetro das bolhas aumenta

com a altura do leito e a velocidade em excesso do fluido ($U-U_{mf}$). A expansão do leito é pequena e uniforme.

Grupo D: Referem-se aos materiais densos e de grandes diâmetros ($dp_m > 600 \mu\text{m}$). Requerem alta velocidade para fluidizar e proporcionam baixa expansão do leito e baixa mistura de sólidos. Para fluidizar estas partículas utiliza-se distribuidor particular favorecendo a operação do tipo leito de jorro. As bolhas têm movimentos ascendentes mais lentos que o fluido e quando atingem o diâmetro do leito, observa-se o “*slugging*” ou regime pistonado.

As figuras B1 e B2 mostram a classificação das partículas de polpa de acerola e de proteína isolada de soja no diagrama de Geldart.

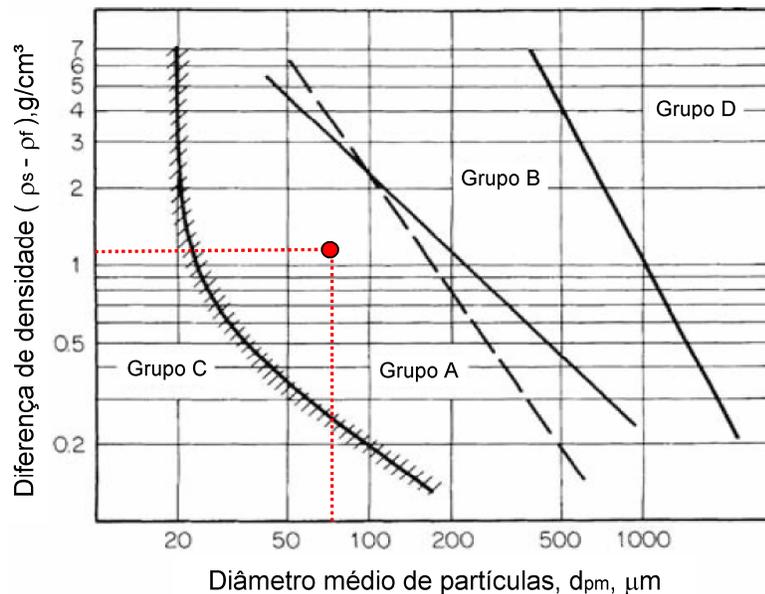


Figura B1: Diagrama de Geldart para a polpa de acerola em pó, em que ρ_s é a densidade da partícula (sólido), ρ_f a densidade do ar e dp_m o diâmetro médio de partículas.

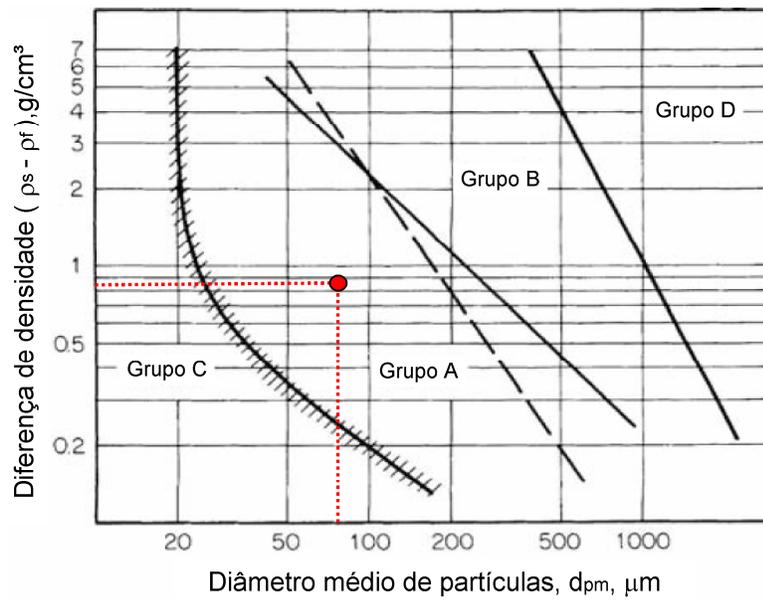


Figura B2: Diagrama de Geldart para a proteína isolada de soja, em que ρ_s é a densidade da partícula (sólido), ρ_f a densidade do ar e $d_{p,m}$ o diâmetro médio de partículas.

GELDART, D. Gas fluidization technology, John Wiley & Sons, Inc. New York, 1986.