



MATHEUS BOEIRA BRAGA

**OBTENÇÃO DE MISTURA LEITE-AMORA PRETA EM PÓ POR
SECAGEM EM LEITO DE JORRO**

CAMPINAS

2014



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

Faculdade de Engenharia Química

MATHEUS BOEIRA BRAGA

**OBTENÇÃO DE MISTURA LEITE-AMORA PRETA EM PÓ POR
SECAGEM EM LEITO DE JORRO**

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia Química da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Engenharia Química.

Orientador: Profa. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DA TESE DEFENDIDA PELO ALUNO MATHEUS BOEIRA BRAGA, ORIENTADO PELA PROFESSORA DRA. SANDRA CRISTINA DOS SANTOS ROCHA

A handwritten signature in black ink, appearing to read "S. Rocha", is written above a horizontal line.

Assinatura do Orientador

**CAMPINAS
2014**

Ficha catalográfica
Universidade Estadual de Campinas
Biblioteca da Área de Engenharia e Arquitetura
Luciana Pietrosanto Milla - CRB 8/8129

B73o Braga, Matheus Boeira, 1982-
Obtenção de mistura leite-amora preta em pó por secagem em leito de jorro /
Matheus Boeira Braga. – Campinas, SP : [s.n.], 2014.

Orientador: Sandra Cristina dos Santos Rocha.
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de
Engenharia Química.

1. Processo de leito de jorro. 2. Amora . 3. Leite. 4. Antocianinas. 5. Polpa de
frutas. I. Rocha, Sandra Cristina dos Santos, 1957-. II. Universidade Estadual de
Campinas. Faculdade de Engenharia Química. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Drying of milk-blackberry pulp mixture in spouted bed

Palavras-chave em inglês:

Spouted bed process

Mulberry

Milk

Anthocyanins

Pulp of fruits

Área de concentração: Engenharia de Processos

Titulação: Doutor em Engenharia Química

Banca examinadora:

Sandra Cristina dos Santos Rocha [Orientador]

Claudia Regina Fernandes de Souza

Carlos Alberto Severo Felipe

Virgínia Aparecida da Silva Moris

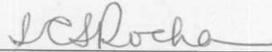
Ana Silvia Prata Soares

Data de defesa: 27-10-2014

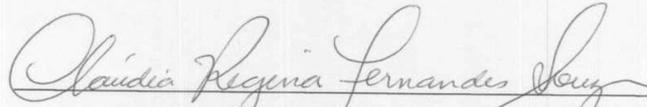
Programa de Pós-Graduação: Engenharia Química

Folha de Aprovação

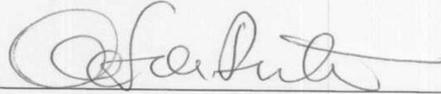
Tese de Doutorado defendida por Matheus Boeira Braga e aprovada em 27 de outubro de 2014 pela banca examinadora constituída pelos doutores:



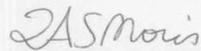
Profa. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha



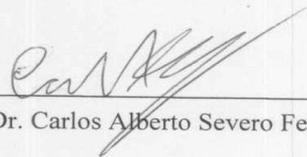
Dra. Claudia Regina Fernandes de Souza



Profa. Dra. Ana Silvia Prata Soares



Profa. Dra. Virgínia Aparecida da Silva Moris



Prof. Dr. Carlos Alberto Severo Felipe

RESUMO

A amora preta é um fruto sazonal, climatérico, altamente perecível, apresenta alta taxa respiratória e alta produção de etileno, o que limita a sua comercialização *in natura* e nos períodos entre safra. O processo de secagem da polpa de amora visa melhorar a conservação, resultando na obtenção de pós com alta estabilidade e longa vida de prateleira, além de facilitar o manuseio, o transporte e o armazenamento deste produto. Neste contexto, destaca-se o processo de desidratação por secagem em leito de jorro. Devido à composição química e à alta concentração de água, a secagem da polpa sem a adição de adjuvantes pode resultar em níveis baixos de rendimento, inviabilizando o processo. A mistura leite-polpa de amora se torna uma alternativa para melhorar a eficiência do processo e, devido às importantes características nutricionais do leite e propriedades emulsificantes somadas às da amora preta, este novo produto, leite-amora em pó, caracteriza-se como um alimento de amplo espectro de utilização. As principais etapas desenvolvidas durante a execução deste projeto foram: (i) análise do processo de secagem da pasta leite-polpa de amora, a uma dada concentração, em leito de jorro cônico-cilíndrico, empregando diferentes polímeros como inerte, com o objetivo de encontrar o melhor desempenho do processo. A atomização e o gotejamento da pasta foram analisados como modos de alimentação. Avaliou-se a influência das variáveis operacionais (temperatura do ar de entrada (T_e), vazão de alimentação de pasta (W_f) e pressão de atomização da pasta), no desempenho do processo. Os melhores resultados foram alcançados quando se empregou alimentação da pasta por gotejamento e o poliestireno como inerte, usando $T_e = 60\text{ }^\circ\text{C}$ e $W_f = 2\text{ mL/min}$, obtendo-se eficiência de produção de pó superior a 60%, baixo teor de umidade do pó e menos de 15% de degradação das antocianinas; (ii) estudo da secagem de polpa de amora preta em leito de jorro cônico-cilíndrico empregando como adjuvante o leite reconstituído a diferentes razões leite-polpa de amora (V/V). Avaliou-se, também, a influência da adição dos adjuvantes (maltodextrina DE 10, caseína e óleo de palma) na mistura leite-polpa de amora e da maltodextrina na polpa de amora (*in natura*). Dentre todas as pastas formuladas, constatou-se que a pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)) foi a mais indicada ao processo de secagem em termos de estabilidade fluidodinâmica, quantidade de polpa de amora empregada e desempenho do processo, além da qualidade do produto obtido; (iii) construção de um secador do tipo leito de jorro retangular (duas entradas distintas de ar, resultando em duas fontes e duas linhas de alimentação), aplicado na secagem de leite e da pasta leite-polpa de amora. A secagem da pasta leite-polpa de amora utilizando partículas de poliestireno e sob as condições operacionais $W_f = 6\text{ mL/min}$, $T_e = 60\text{ }^\circ\text{C}$, resultou em eficiência de produção de pó superior a 75% e na obtenção de pós com baixo teor de umidade. Analisando os resultados de desempenho do processo de secagem das pastas em ambas as configurações de leito de jorro, a vantagem em utilizar o leito de jorro retangular com dupla fenda consistiu na possibilidade de triplicar a vazão de alimentação (empregando menor velocidade superficial do ar de entrada), mantendo-se a estabilidade fluidodinâmica com resultados semelhantes de eficiência de produção de pó. Constatou-se, desta forma, uma potencial capacidade de ampliação de escala do processo.

Palavras chave: Leito de jorro, Amora preta, Leite, Antocianinas, Secagem de polpa de frutas.

ABSTRACT

Blackberry is a seasonal fruit, climacteric and highly perishable, whose availability is limited by the periods between crops. Blackberry drying aims at enhancing its conservation, therefore, the development and application of drying techniques such as spray drying, spouted bed drying and freeze drying, which could increase the shelf life of this product is of great interest. The high reducing sugar and water content of pure blackberry pulp may result in low powder production during the drying process. On the other hand, drying of whole milk has shown good powder yields and product quality. A milk-blackberry mix paste becomes an alternative which may improve the process efficiency, reduce post-harvesting waste, and increase the shelf life of the product without significantly altering its nutritional characteristics. The main steps undertaken during the implementation of this project were: (i) analysis of conical-cylindrical spouted bed drying of a paste mixture of milk and blackberry pulp of fixed concentration, using different kinds of inert beads. Atomization and dripping of the paste were compared as feeding modes. The experimental design used atomization feeding to analyze the effects of air temperature (T_e), paste feeding flow rate (W_f) and paste atomization pressure (P_{at}) on the drying performance. The best results were obtained for drip feeding on polystyrene beads using $T_e = 60$ °C and $W_f = 2$ mL/min, yielding powder production efficiency greater than 60%, low final moisture content of the powder and less than 15 % anthocyanin degradation; (ii) analysis of conical-cylindrical spouted bed drying of milk-blackberry pulp mixture at different ratios (V/V). Afterward, analysis of the effects of addition of adjuvant (maltodextrin 10 DE, casein and palm oil) in the milk-blackberry mixture and maltodextrin in the pure blackberry pulp were made focusing on powder production efficiency. The paste formulated with milk and blackberry at a ratio of 25%: 75% (V/V) was the most appropriate for the drying process in terms of hydrodynamic stability, mass of blackberry pulp used on paste formulation and process performance, and also for the quality of the powder; (iii) analysis of a new spouted bed configuration (rectangular cross-section with air entry through two bottom slots), investigated as a dryer of milk and a paste mixture of milk and blackberry pulp. Drying of milk-blackberry pulp in a slot-rectangular spouted bed using polystyrene beads and the conditions $W_f = 6$ mL/min, and $T_e = 60$ °C resulted in powder production efficiency greater than 75% and low moisture content. Similar results of drying performance were obtained in the slot-rectangular spouted bed as to and conventional spouted bed for the same inert and the same conditions of inlet air temperature and relative humidity. However, the slot-rectangular spouted bed allowed the paste feeding flow rate to be tripled and the bed to be operated at a lower superficial air velocity compared to the conventional geometry, showing its potential for scale-up.

Key Words: Spouted bed, Blackberry, Milk, Anthocyanins, Drying of pulp of fruits.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	01
2. OBJETIVOS	03
2.1Objetivos específicos: leite de jorro cônico-cilíndrico	03
2.2Objetivos específicos: leite de jorro retangular com dupla fenda	04
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA E FUNDAMENTOS	05
3.1 Matéria prima: polpa de amora preta e leite	05
3.1.1 Polpa de amora	05
3.1.1.1 Concentração de antocianinas como parâmetro de qualidade do produto	05
3.1.2 Leite	07
3.2 Leite de jorro	08
3.2.1 Mecanismo fluidodinâmico	11
3.3 Mecanismos de secagem de pastas em leite de jorro	16
3.3.1 Influência da alimentação da pasta nos parâmetros fluidodinâmicos	18
3.3.2 Sistema sólido-líquido-gás e mecanismos de adesão	20
3.4 Secagem de pastas em leite de jorro	23
3.4.1 Secagem de polpa de frutas e de leite em leite de jorro	28
4. MATERIAIS E MÉTODOS	32
4.1 Caracterização física dos inertes e pastas	32
4.1.1 Inertes	32
4.1.2 Pastas	35
4.1.2.1 <i>Preparação e caracterização física das pastas (LFS)</i>	36
4.1.2.2 <i>Preparação das pastas (CHBE)</i>	37
4.2 Caracterização físico-química das pastas e do pó	38
4.2.1 Caracterizações químicas	38

4.2.2 Antocianinas	39
4.2.3 Umidade do pó e da pasta	40
4.2.4 Granulometria do pó	40
4.2.5 Instantaneização	41
4.2.6 Microscopia eletrônica de varredura	41
4.2.7 Reconstituição do pó e teste preliminar de estabilidade do pó	42
4.3 Ângulo de repouso	42
4.4 Caracterização do sistema sólido-suspensão-ar	42
4.5 Sistema experimental	43
4.5.1 Sistema experimental (LFS) – leito de jorro cônico-cilíndrico	43
4.5.1.1 <i>Estudo fluidodinâmico com e sem a presença da pasta no leito cônico-cilíndrico</i>	45
4.5.1.2 <i>Ensaio de secagem no leito cônico-cilíndrico</i>	46
4.5.2 Sistema experimental (CHBE) – leito de jorro retangular com com dupla fenda	47
4.5.2.1 <i>Estudo fluidodinâmico com e sem a presença da pasta no leito retangular</i>	49
4.5.2.2 <i>Ensaio de secagem no leito retangular</i>	51
4.6 Desempenho do processo	51
4.7 Curvas de secagem	52
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	54
5.1 Estudo da influência das variáveis operacionais no desempenho do processo de secagem e conservação do teor de antocianinas	55
5.1.1 Características físicas dos inertes	55
5.1.2 Fluidodinâmica	56
5.1.3 Influência da pasta sobre a fluidodinâmica após o processo	62
5.1.4 Análise da influência da pasta sobre a queda de pressão no leito durante o processo de secagem	67
5.1.5 Caracterização do sistema sólido-suspensão-ar	72
5.1.6 Resultados de desempenho do processo	73

5.1.7 Análise de imagens	83
5.2 Formulações das pastas leite-polpa de amora preta, adição de adjuvantes e caracterizações físico-químicas	86
5.2.1 Formulações das pastas leite-polpa de amora preta e caracterizações físicas e físico-químicas	86
5.2.2 Ensaio de secagem	91
5.2.3 Pastas modificadas	95
5.3 Caracterização físico-química do pó e análise geral do processo	103
5.3.1 Caracterização físico-química do pó	103
5.3.2 Evolução dos parâmetros de desempenho e condições de operação do processo durante a secagem da pasta leite-polpa de amora	106
5.4 Estudo de estabilidade fluidodinâmica e secagem de leite e pasta leite-polpa de amora em leito de jorro retangular com dupla fenda	110
5.4.1 Caracterização física dos inertes empregados nos ensaios de secagem e caracterização físico-química das pastas	110
5.4.2 Estudo fluidodinâmico inicial	111
5.4.3 Estudo fluidodinâmico em leito de jorro retangular com duas câmaras <i>plenum</i> completamente separadas e vazão de ar controlada por duas válvulas	120
5.4.4 Influência da adição de pasta na queda de pressão de jorro estável	127
5.4.5 Testes preliminares	130
5.4.6 Desempenho do processo de secagem	131
6. CONCLUSÕES	144
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	147
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	148

AGRADECIMENTOS

À Professora Sandra Cristina dos Santos Rocha, pela competente orientação e pela confiança.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo - FAPESP, pelo suporte financeiro.

Aos professores Dr. C. Jim Lim e Dr. John R. Grace, pela orientação e suporte financeiro durante a realização do meu estágio no *Chemical and Biological Engineering Department – University of British Columbia*, e ao aluno de doutorado Ziliang Wang pela efetiva ajuda durante a realização da pesquisa.

NOMENCLATURA

A	absorbância	(-)
C	concentração	(kg/kg)
$C_{ant.}$	concentração total de antocianinas	(mg/100g amostra)
C_s	concentração de sólidos	(kg sólidos/kg pasta)
d_c	diâmetro do tubo capilar	(cm)
D_c	diâmetro da coluna	(cm)
d_{cc}	diâmetro inscrito	(cm)
d_{ic}	diâmetro circunscrito	(cm)
\overline{D}_n	média dos diâmetros das aberturas das peneiras	(mm)
d_p	diâmetro médio da partícula	(mm)
$E_{1\text{ cm}}^{1\%}$	coeficiente de extinção molar	(-)
H	altura de leito fixo	(cm)
H_{max}	altura máxima de leito fixo	(cm)
M	massa das partículas	(kg)
m	índice de consistência	(adimensional)
m_a	massa da amostra	(g)
M_0	massa inicial das partículas	(kg)
M_{ad}	massa das partículas ao final do processo	(kg)
M_{pasta}	massa da pasta adicionada ao leito	(kg)
$M_{pó}$	massa seca coletada	(kg)
n	índice de comportamento	(adimensional)
P	perda de material durante o processo	(%)
P_{at}	pressão de atomização	(psi)
t	tempo	(s)
t_i	início da alimentação	(s)
$t_{inst.}$	tempo de instantaneização	(s)
$T_{amb.}$	temperatura do ambiente	(°)
$T_{amost.}$	taxa de amostragem	(Hz)
T_e	temperatura de entrada do ar no leito	(°C)
T_f	temperatura na região da fonte	(°C)
T_s	temperatura do ar de saída do leito	(°C)
U	velocidade superficial do ar de entrada	(m/s)
U_{jm}	velocidade de jorro mínimo	(m/s)
U_M	velocidade superficial correspondente a ΔP_M	(m/s)

$U_{pó}$	umidade do pó	(kg água/kg amostra)
UR	umidade relativa	(%)
$UR_{amb.}$	umidade relativa do ambiente	(%)
UR_e	umidade relativa de entrada no leito	(%)
UR_s	umidade relativa de saída do leito	(%)
U_T	velocidade total do ar	(m/s)
U_{Tp}	velocidade total do ar empregada no processo	(m/s)
U_{Tjm}	mínima vel. total para manutenção do regime de jorro	(m/s)
$V_{ali.}$	volume da alíquota	(mL)
$V_{dil.}$	volume do diluído	(mL)
$V_{ext.}$	volume do extrato	(mL)
V	volume da pasta	(mL)
Z	comprimento do tubo capilar	(cm)
W_{ad}	trabalho de adesão	(N/m)
W_{ar}	vazão mássica do ar de entrada	(kg/min)
W_{evp}	taxa de evaporação	(kg/min)
W_f	vazão volumétrica de alimentação da pasta	(mL/min)
W_{jm}	vazão mássica de jorro mínimo	(kg/min)
$W_{ar,s}$	vazão mássica de ar seco	(kg ar seco/min)
Y_e	umidade absoluta de entrada do leito	(kg água/kg ar seco)
Y_s	umidade absoluta de saída do leito	(kg água/kg ar seco)

Gregas

ΔP	queda de pressão	(Pa)
ΔP_{jm}	queda de pressão de jorro mínimo	(Pa)
ΔP_M	queda de pressão máxima	(Pa)
ΔP_S	queda de pressão do jorro estável	(Pa)
ΔT_{max}	gradiente de temperatura máximo	(°C)
δ	altura do leito de jorro retangular	(m)
β	espessura do leito de jorro retangular	(m)
λ	espessura do <i>slot</i>	(m)
α	largura do leito de jorro retangular	(m)
ε	porosidade	(%)
ε_{if}	porosidade das partículas em leito fixo	(%)
γ	pseudo taxa de deformação	(s ⁻¹)

ϕ	esfericidade	(adimensional)
τ	tensão de cisalhamento	(N/m ²)
ξ	eficiência do processo	(%)
ψ	pasta aderida a superfície das partículas	(%)
μ_{ap}	viscosidade aparente	(kg/ms)
γ_{sv}	tensão superficial sólido-vapor	(N/m)
γ_{sl}	tensão superficial sólido-líquido	(N/m)
γ_{lv}	tensão superficial líquido-vapor	(N/m)
θ	ângulo de contato	(°)
θ_i	ângulo de repouso antes do processo	(°)
θ_f	ângulo de repouso após o processo	(°)
v	velocidade do fluido no capilar	(m/s)
ρ_{ar}	densidade do ar	(kg/m ³)
ρ_{bulk}	densidade <i>bulk</i>	(kg/m ³)
ρ_{real}	densidade real	(kg/m ³)
ρ_{pasta}	densidade da pasta	(kg/m ³)

Abreviações

max	máximo
PEAD	polietileno de alta densidade
PEBD	polietileno de baixa densidade
PP	polipropileno
PS	poliestireno
PVC	policloreto de vinila

1. INTRODUÇÃO

A amora-preta *in natura* é composta por: água (em torno de 85%), proteínas (1,5%), lipídeos (0,03 a 0,08%), cinzas (0,19 a 0,47%), carboidratos (6 a 13%), e consideráveis concentrações de cálcio, fósforo, potássio, selênio, magnésio, ferro, ácido ascórbico entre outros (REYES-CAMONA *et alli*, 2005). Apresenta ainda, em sua composição, compostos fitoquímicos dos grupos das antocianinas, proantocianidinas e ácidos fenólicos, entre outros flavonoides. Além do alto valor nutricional, o crescente interesse na concentração de antocianinas está relacionado à aplicação como corantes naturais, possíveis benefícios à saúde e, também, aos critérios de controle de qualidade dos frutos e de seus derivados (LEE *et alli*, 2005).

Entretanto, a amora preta é um fruto sazonal, climatérico, altamente perecível, apresenta alta taxa respiratória e alta produção de etileno, o que limita a sua comercialização *in natura* (EMBRAPA, 2008). Consta-se, então, a necessidade da aplicação de técnicas que aumentem o período de armazenamento do produto e que não resultem em perdas nutricionais significativas. Neste contexto, destacam-se os processos de desidratação da polpa para obtenção do produto na forma de pó (secagem em *spray dryer*, leito de jorro, liofilização, etc.).

A produção de polpa de amora preta em pó por secagem da polpa tem como objetivo reduzir o desperdício pós-colheita, gastos com transporte e armazenamento, aumentar a vida útil do produto sem alterar significativamente as características nutricionais e aprimorar as técnicas de conservação de alimentos. Devido à composição química (alta concentração de açúcares redutores) e a alta concentração de água, a secagem da polpa de amora pura pode resultar em níveis baixos de rendimento, inviabilizando o processo para obtenção do produto em pó. Todavia, a secagem de leite integral em leito de jorro tem sido estudada e os resultados apontaram para um bom rendimento de processo e produto final de alta qualidade (OCHOA-MARTINEZ *et alli*, 1993). O emprego do leite como adjuvante na secagem se torna uma alternativa para melhorar o rendimento do processo e, devido às importantes características nutricionais do leite somadas às da amora preta, este novo produto em pó, caracteriza-se como um alimento de alto valor nutricional com amplo espectro de utilização.

A secagem de pastas e suspensões em leito de jorro se torna, em alguns casos, uma alternativa ao *spray dryer*, sendo sua aplicação justificada pelas vantagens tecnológicas inerentes desta técnica: intensa mistura no leito, íntimo contato sólido-líquido-gás, alta taxa de

transferência de calor e massa, facilidade de operação e baixos custos de construção e manutenção (MEDEIROS *et alli*, 2004; PHAM, 1983; ROCHA e TARANTO, 2008).

O leito de jorro convencional (cônico-cilíndrico) é usualmente empregado em escala laboratorial e em pequena escala de produção, porém, raramente é utilizado em processos industriais de grande porte devido a limitações como, por exemplo, a dificuldade de manutenção do regime fluidodinâmico e de previsão do desempenho dos processos (ANDERSON *et alli*, 1984; DOGAN *et alli*, 2000). Por outro lado, leitos de jorro de secção transversal retangular são utilizados com o intuito de eliminar os problemas de ampliação de escala, sendo as vantagens atribuídas a esta configuração a alta eficiência energética nos processos de secagem e a flexibilidade e simplicidade de ampliação de escala pelo simples afastamento das paredes do leito (CUNHA *et alli*, 2006; FREITAS *et alli*, 2000; KALWAR *et alli*, 1992; MUJUMDAR, 1984). A aplicação de múltiplos pontos de entrada de gás resulta na divisão do sistema em leitos de jorro modulares em paralelo, configurando-se como outra possibilidade para ampliação de escala (GRACE e LIM, 2011).

O comportamento fluidodinâmico do leito de jorro durante o processo de secagem de pastas e líquidos é uma função da geometria do leito, das características de molhabilidade e adesão inerte-pasta, das características físicas dos inertes, das propriedades físicas e químicas das pastas, bem como, do modo de alimentação do processo (contínuo/intermitente) (ROCHA *et alli*, 2011).

Neste trabalho, analisou-se a secagem de misturas leite reconstituído-polpa de amora em leito de jorro convencional focando nas condições operacionais que influenciaram o desempenho do processo. As características físicas do inerte e as características físico-químicas das pastas foram relacionadas aos parâmetros de eficiência do processo de secagem. Uma nova configuração de leito de jorro retangular com dupla fenda e alimentação gotejante foi desenvolvida em parceria com o *Chemical and Biological Engineering Department – University of British Columbia* com o intuito de aprimorar o estudo de secagem de pastas e averiguar a viabilidade de ampliação de escala do processo.

2. OBJETIVO

O principal objetivo deste trabalho foi analisar a secagem da pasta leite reconstituído-polpa de amora em leito de jorro cônico-cilíndrico e retangular com dupla fenda.

2.1 Objetivos específicos: leito de jorro cônico-cilindrico

- Estudar a fluidodinâmica do leito de jorro, empregando diferentes massas e tipos de inertes, determinando, desta forma, as condições fluidodinâmicas favoráveis ao processo de secagem;
- Avaliar o processo em termos de energia superficial do sólido e parâmetros de molhabilidade e adesão (empregando-se os inertes PP, PS e o PEBD e a pasta leite-polpa de amora), correlacionando esses parâmetros com a retenção de material sobre a superfície dos inertes;
- Estudar a influência do tipo de inerte e das características físicas do mesmo no desempenho do processo de secagem de misturas de leite reconstituído-polpa de amora;
- Analisar a influência das condições operacionais (pressão de atomização, temperatura, vazão de alimentação) e do modo de alimentação da pasta (atomização ou gotejamento), nos parâmetros de desempenho do processo;
- Definir diferentes formulações das pastas com relação à razão polpa de amora/leite reconstituído com o intuito de otimizar o processo em termos de eficiência de produção e qualidade do pó;
- Analisar a influência das características físicas e físico-químicas das pastas no desempenho do processo;
- A partir da formulação correspondente à maior eficiência de produção de pó, desenvolver formulações com composição modificada (adição de lipídios, proteínas e maltodextrina), avaliando a influência da composição química destas novas pastas no desempenho do processo;
- Determinar as características físico-químicas e físicas do produto resultante das condições ótimas de secagem;

- Quantificar as perdas nutricionais do produto, empregando-se como parâmetro a concentração das antocianinas após o processo de secagem e durante o armazenamento (comparação entre a concentração de antocianinas na polpa de amora *in natura*, na mistura leite-polpa de amora e no pó).

2.2 Objetivos específicos: leito de jorro retangular com dupla fenda

- Construir um secador do tipo leito de jorro retangular (duas entradas distintas de ar de secagem (fendas), resultando em duas fontes, e duas linhas de alimentação da pasta), com o intuito de estudar a possibilidade de ampliação de escala de produção de pó por secagem em leito de jorro;

- Estudar a fluidodinâmica do leito de jorro, empregando diferentes massas e tipos de inertes, determinando, desta forma, as condições fluidodinâmicas favoráveis ao processo de secagem;

- Analisar a influência das condições operacionais (temperatura, vazão de alimentação, massa de inerte) e do tipo de inerte, nos parâmetros de desempenho do processo;

- A partir dos resultados obtidos, analisar de forma abrangente a secagem da pasta leite-polpa de amora preta com o intuito de aprimorar o conhecimento sobre o processo de secagem em leito de jorro.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA E FUNDAMENTOS

3.1 Matéria prima: polpa de amora e leite

3.1.1 Polpa de amora preta

A amoreira preta é uma espécie arbustiva de porte ereto ou rasteiro, geralmente dotada de espinhos, possui flores cuja coloração varia do branco ao rosa. Pertencente à família *Rosaceae*, gênero *Rubus*, produz frutos agregados chamados de drupas. Os frutos apresentam coloração variando entre o branco e o negro, casca lisa e brilhante quando maduros (EMBRAPA, 2008). O cultivo da amoreira preta vem crescendo consideravelmente nos últimos anos no Rio Grande do Sul, principal produtor nacional. Isto se deve aos baixos custos de implantação e manutenção do pomar, reduzida utilização de defensivos agrícolas e rápido retorno financeiro, pois, já no segundo ano o pomar entra em produção (ANTUNES, 2002).

Segundo Reyes-Camona *et alli* (2005) a amora-preta *in natura* é composta por: água (em torno de 85%); proteínas (1,5%); lipídeos (0,03 a 0,08%); fibras (3,5 a 4,7%); cinzas (0,19 a 0,47%); carboidratos (6 a 13%); concentrações consideráveis (mg/100 g) de cálcio, fósforo, potássio, selênio, magnésio, ferro, ácido ascórbico; em menor quantidade vitamina A, vitamina E, vitaminas B-6 e B-12, folato, tiamina, riboflavina, niacina, ácido pantotênico, ácidos graxos saturados, ácidos graxos monoinsaturados e polinsaturados. Fazem parte da composição de açúcares a glicose, frutose, sucrose, maltose a galactose e dos ácidos orgânicos o málico, cítrico, fosfórico, isocítrico e o quínico. O pH varia entre 2 e 4, a acidez total entre 1 e 4% e a concentração de sólidos solúveis entre 7,5 a 16,1%. Apresenta em sua composição, compostos fitoquímicos dos grupos das antocianinas, proantocianidinas e ácidos fenólicos entre outros flavonoides.

3.1.1.1 Concentração de antocianinas como parâmetro de qualidade do produto

As antocianinas ocorrem na natureza como glicosídeos de antocianidinas, sendo responsáveis pela coloração vermelha, roxa e azulada de frutas, verduras, flores e grãos. De forma geral, existem 6 antocianidinas de maior importância em alimentos (pelargonidina,

cianidina, peonidina, delphinidina, petunidina e malvidina), cujas estruturas podem variar a partir da substituição glicosídica nas posições 3 e 5. As demais variações ocorrem pela acilação dos grupos glicosídeos com ácidos orgânicos (FRANCIS, 1989; LEE *et alli*, 2005). A Figura 1 mostra a estrutura básica das antocianinas.

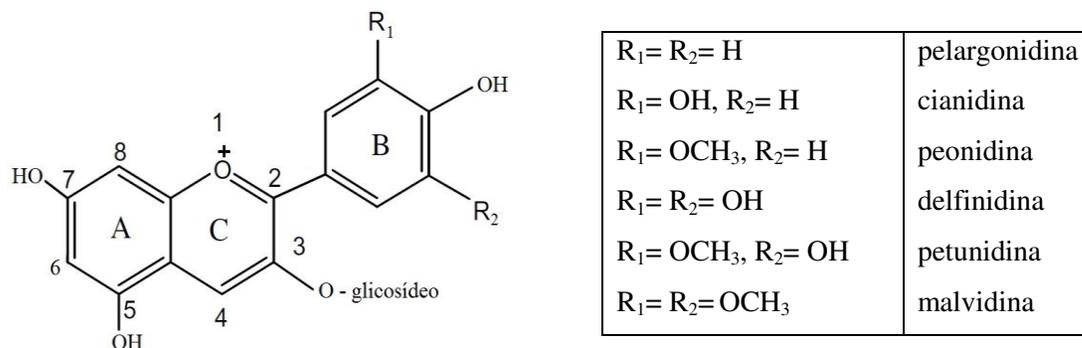


Figura 3.1: Estrutura básica das antocianinas.

As antocianinas são pigmentos instáveis e sua degradação pode ocorrer durante a extração do vegetal, processamento e estocagem do produto. É importante destacar que as antocianinas possuem importantes atividades biológicas, agindo como carreadoras de radicais livres, auxiliando na prevenção de doenças vasculares, inflamatórias, inibição da agregação plaquetária, prevenção do câncer e metástase (VOLP *et alli*, 2007). Além de agregar valor ao produto, estes flavonoides apresentam potencial utilização como corante natural na indústria de alimentos e na indústria farmacêutica, tornando-se um parâmetro de qualidade do fruto e de seus produtos derivados (EMBRAPA, 2008).

Segundo Mizrahi (2004) e Tonon *et alli* (2010) o processamento de um alimento tem por objetivo alterar o produto, resultando em mudanças organolépticas (cor, sabor ou textura) e inativação enzimática ou microbiológica, aumentando a vida útil do mesmo. Vários pesquisadores têm analisado a estabilidade de produtos alimentícios a partir do estudo da cinética das reações de degradação das antocianinas, avaliando a influência de fatores como a atividade de água, temperatura, pH, °Brix, presença de luz, presença de oxigênio, na estabilidade destes compostos durante o período de estocagem (AMR e AL-TAMIMI, 2007; PROVENZI *et alli*, 2000; PROVENZI *et alli*, 2006; TONON *et alli*, 2010).

Wang e Xu (2007) estudaram a degradação das antocianinas durante o processo de aquecimento e armazenagem do suco de amora preta. A termodegradação foi analisada em amostras de suco com °Brix de 8,9 submetidas a temperaturas de 60, 70, 80 e 90 °C nos intervalos de tempo de 10, 40, 70, 100, 130 e 160 min. A estabilidade das antocianinas foi avaliada durante o armazenamento das amostras de suco com °Brix de 8,9 e 65,0 a temperaturas de 5, 25 e 37 °C. Constataram que a cinética de degradação segue reação de primeira ordem em relação à temperatura, aumentando as perdas com o aumento da temperatura e do tempo de exposição ao calor. Durante o armazenamento, observou-se que a degradação das antocianinas aumentou com o aumento da temperatura e °Brix.

3.1.2 Leite

A normativa nº 51 de 18/09/2002 define por leite, sem outra especificação, o produto oriundo da ordenha completa e ininterrupta, em condições de higiene, de vacas sadias, bem alimentadas e descansadas. Segundo a EMBRAPA (2012) a pecuária de leite é uma crescente atividade econômica com forte impacto social no estado do Rio Grande do Sul, cuja produção é de aproximadamente 5 milhões de litros/dia.

O leite é uma solução aquosa diluída de baixa viscosidade, cujo pH é de aproximadamente 6,7 à temperatura ambiente. Devido à sua alta constante dielétrica, substâncias polares se dissolvem bem e os sais tendem a se dissociarem. Possui alta atividade de água e densidade de aproximadamente 1029 kg/m³ à 20 °C, variando suas características principalmente em função da concentração de gordura. O leite também é caracterizado como uma dispersão de coloração branca, cujos glóbulos de gordura possuem uma membrana que age tanto como uma barreira entre a fase aquosa e os lipídios, como evitando a coalescência dos glóbulos. A Tabela (3.1) apresenta a composição química média do leite integral (WALSTRA *et alli*, 2006).

Devido à composição química e características físicas do leite, o mesmo se torna susceptível a alterações microbianas variáveis e intensas. Frente às condições de elaboração, conservação e qualidade dos nutrientes, tal fato não ocorre com seus produtos derivados, sujeitos a menor incidência de problemas de flora microbiana indesejável. A baixa concentração de umidade no leite em pó garante condições contrárias à proliferação de microrganismos, a não ser por mofo quando o teor de umidade atinge cerca de 8% (EVANGELISTA, 1999). O leite em pó é

um produto de grande importância na alimentação e na economia brasileira e mundial. Dentre os estágios do processo, é na secagem da emulsão de leite que as características finais do pó são definidas, o que torna o domínio desta tecnologia essencial para obtenção de produtos com alta qualidade (BIRCHAL *et alli*, 2004).

Tabela 3.1: Composição química média presente no leite integral (WALSTRA *et alli*, 2006)

Componente	Conteúdo médio presente no leite (% p/p)	Conteúdo médio em base seca (% p/p)
Água	87,1	-
Sólidos sem gordura	8,9	-
Lactose	4,6	36
Gordura	4,0	31
Caseína	2,6	20
Minerais	0,7	5,4
Ácidos orgânicos	0,17	1,3
Outros	0,15	1,2

Devido à composição química e características físicas do leite, o mesmo se torna susceptível a alterações microbianas variáveis e intensas. Frente às condições de elaboração, conservação e qualidade dos nutrientes, tal fato não ocorre com seus produtos derivados, sujeitos a menor incidência de problemas de flora microbiana indesejável. A baixa concentração de umidade no leite em pó garante condições contrárias à proliferação de microrganismos, a não ser por mofo quando o teor de umidade atinge cerca de 8% (EVANGELISTA, 1999). O leite em pó é um produto de grande importância na alimentação e na economia brasileira e mundial. Dentre os estágios do processo, é na secagem da emulsão de leite que as características finais do pó são definidas, o que torna o domínio desta tecnologia essencial para obtenção de produtos com alta qualidade (BIRCHAL *et alli*, 2004).

3.2 Leite de jorro

O termo leite de jorro foi apresentado pela primeira vez em 1954 por Gishler e Mathur.

Estes pesquisadores desenvolveram esta técnica, inicialmente, como um método para a secagem de trigo, sendo posteriormente ampliada a outros processos, tais como: craqueamento de óleos crus, mistura de sólidos, lavagem de gás, secagem de diversos sólidos sensíveis ou não ao calor, combustão e gaseificação de carvão e resíduos, granulação, recobrimento e secagem de líquidos e pastas (MARKOWSKI e KAMINSKI, 1983). Após algumas investigações, concluiu-se que o mecanismo dinâmico do jorro atingiu o mesmo propósito da fluidização, mas no tratamento de partículas com maior diâmetro.

O leito de jorro convencional é formado por uma coluna cilíndrica com base cônica onde são adicionadas as partículas, geralmente com tamanho igual ou superior a 1 mm de diâmetro Figura 3.2.

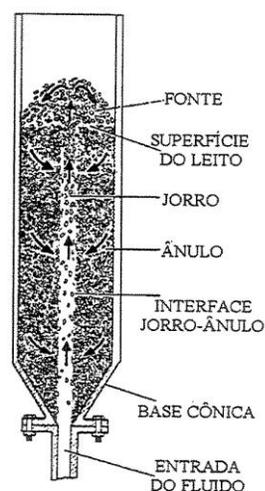


Figura 3.2: Esquema de leito de jorro convencional.

FONTE: MATHUR e EPSTEIN (1974).

Na base do leito está localizado um pequeno orifício pelo qual o fluido é injetado. Quando a vazão do fluido é suficientemente alta ocorre a formação de um fluxo ascendente de partículas por um canal central. Estas partículas, após atingirem a superfície do leito formam uma fonte e posteriormente deslocam-se para a periferia do mesmo incorporando-se à região anular, que compreende o espaço entre o núcleo do canal e as paredes do leito. Ao caírem dentro da região anular, as partículas movem-se lentamente em sentido contrário ao fluxo do canal até que, chegando à base do leito ocorre o reencontro destas com o fluxo do fluido, desenvolvendo-se um

movimento sistemático, contínuo e cíclico das partículas (EPSTEIN e GRACE, 2011; MATHUR e EPSTEIN, 1974).

Segundo Dogan *et alli* (2000) devido as limitações de aumento de escala do leito de jorro convencional, tais como, dificuldades em manter a estabilidade fluidodinâmica e prever o desempenho do processo, autores como Anderson *et alli* (1984) e Passos *et alli* (1993) sugerem a utilização do leito de jorro de seção transversal retangular como uma alternativa, eliminando-se, assim, os problemas de ampliação de escala.

O leito de jorro retangular é constituído por paredes planas verticais e base divergente, o ar ascendente escoo através de uma abertura na base do equipamento, Figura 3.3. As vantagens atribuídas a esta configuração são a alta eficiência energética nos processos de secagem e a flexibilidade e simplicidade de ampliação de escala pelo afastamento das paredes do leito, aumento da largura (α) e/ou espessura (β) do leito (CUNHA *et alli*, 2006; GRACE e LIM, 2011; KALWAR *et alli*, 1992).

Outra possibilidade para a ampliação de escala é a implementação de múltiplos pontos de entrada de gás (multiplas fendas) o que resulta na divisão do sistema em leitos de jorro modulares em paralelo (GRACE e LIM, 2011).

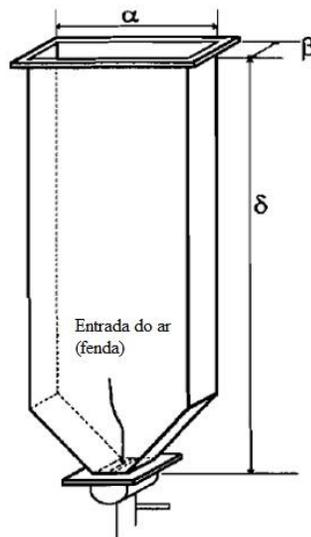


Figura 3.3: Esquema do leito de jorro retangular com *slot*.

FONTE: Adaptado de DOGAN *et alli* (2000)

interno. O arco de sólidos empacotados presente acima do jorro interno promove uma queda de pressão no leito, que aumenta até atingir um valor máximo (ΔP_M) referente ao ponto (B). A velocidade superficial correspondente é chamada U_M ;

- Conforme a velocidade do fluido aumenta, a altura do jorro interno torna-se maior do que a das partículas acima do mesmo, o que acarreta no decréscimo da queda de pressão ao longo dos pontos (B-C);

- Uma grande concentração de sólidos é deslocada do centro do leito devido à expansão do sistema. Esta expansão do leito é geralmente acompanhada por alternada expansão e contração do jorro interno, o resultado da instabilidade é a flutuação na queda de pressão;

- Com um pequeno aumento da vazão além do ponto (C), o qual é chamado de nascente da fonte, o jorro interno rompe através da superfície do leito. Quando isto acontece a concentração de sólidos acima do jorro decresce brutalmente, causando uma considerável redução na variação da pressão até o ponto (D), no qual o leito torna-se móvel e um jorro estável é obtido. O ponto (D) representa o início do jorro;

- Com um aumento da velocidade do fluido após o ponto (D), ocorre um aumento no tamanho da fonte sem significativo efeito sobre a queda de pressão total. A queda de pressão de jorro estável (ΔP_S) após o ponto (D) continua praticamente constante.

A velocidade do jorro incipiente (C) e o início do jorro (D) dependem das características do leito e não são facilmente reprodutíveis. Uma velocidade mais reprodutível é a velocidade de jorro mínimo (U_{jm}), que é obtida diminuindo gradativamente a vazão do fluido, mantendo o leito nas condições de jorro, isto é, até atingir o ponto (C'), que representa a mínima condição de jorro.

Após atingir este ponto, uma pequena diminuição da velocidade do gás ocasionará o colapso do jorro com rápida elevação da queda de pressão até se atingir o ponto (B'). Uma subsequente diminuição na vazão promoverá uma diminuição gradual da queda de pressão ao longo da trajetória (B'-A).

Os valores de queda de pressão de interesse durante o projeto e a operação de um leito de jorro são os correspondentes aos pontos (B) e (D). A queda de pressão máxima (ΔP_M), que ocorre no ponto (B), está geralmente associada à entrada de um jato de gás em altas velocidades através do leito. Esta máxima queda de pressão está relacionada à energia requerida para que o jato de gás rompa a estrutura dos sólidos do leito e forme um jorro interno (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

Quando o jorro estabiliza-se, a queda de pressão de jorro estável (ΔP_s) surge de duas resistências paralelas: a do jorro propriamente dito em que o transporte está ocorrendo em fase diluída; e do ânulo, que é caracterizado pelo movimento descendente das partículas em contracorrente com o gás ascendente (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

Para que um leito apresente um regime de jorro é necessária uma mínima velocidade de fluido, denominada velocidade de jorro mínimo (U_{jm}), que depende das propriedades dos sólidos e do fluido e da geometria do leito. Em uma coluna cilíndrica preenchida com determinadas partículas, a U_{jm} aumenta com o aumento da profundidade do leito e com o decréscimo do diâmetro da coluna (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

Dogan *et alli* (2000) estudaram a fluidodinâmica e estabilidade do leito de jorro retangular de fina espessura. Os experimentos foram realizados em um leito feito de Plexiglas[®] com as seguintes dimensões: largura $\alpha= 0,15$ m, espessura $\beta= 0,029$ m e altura $\delta= 0,7$ m. O ângulo da base divergente foi de 30° , o orifício de entrada do ar (fenda) possuía largura de $0,029$ m e espessura variando de 2, 6, 10 e 20 mm, empregou-se partículas de vidro (três diâmetros distintos) e polietileno. Uma câmara de seção transversal de 43×100 mm e altura de 20 mm foi instalada abaixo da base do leito para regular e homogeneizar o fluxo de ar. A altura de leito fixo variou de 3 a 30 cm e a vazão de ar de 0 a $0,015$ m³/s.

Empregando partículas de vidro com diâmetro médio de 1,44 mm, foram realizados experimentos variando a espessura da fenda e a altura do leito fixo, identificando-se 8 regimes fluidodinâmicos distintos descritos a seguir, Figura 3.5.

Leito fixo (a): em baixas vazões, o gás apenas passou pelas partículas sem movê-las;

Jato interno (b): com o aumento da vazão do fluido, a velocidade do jato tornou-se suficientemente alta a ponto de elevar as partículas vizinhas à entrada do gás, gerando uma cavidade acima da fenda. Com o aumento da altura do leito estático a altura do jato também aumentou até atingir um valor máximo;

Jato em leito fluidizado (c): após a formação do jato interno, o aumento na vazão de gás resultou na fluidização da parte superior do leito. Para vazões mais brandas, observou-se a formação de bolhas e estabelecimento do regime borbulhante, enquanto que, para altas vazões o regime predominante foi o *slugging*;

Jorro (d): este regime apresentou comportamento similar ao leito de jorro convencional, fluidodinâmica estável e fonte bem definida;

Jorro de fase diluída (e): para altura de leito fixo relativamente pequena e altas vazões de gás (velocidade do ar de entrada $U = 2.U_{jm}$), observou-se a formação do regime de jorro de fase diluída, onde a concentração de partículas na região anular foi similar à concentração de partículas na região central e da fonte;

Slugging (f): caracterizou-se pela formação de grande bolha acima do jato interno, elevando uma camada de partículas no topo do leito até que as mesmas caíssem em ciclos regulares de frequência;

Jorro incoerente (g): este regime foi observado quando se empregou altas vazões de gás e alturas de leito fixo intermediárias, sendo caracterizado por extrema pulsação. As partículas foram predominantemente transportadas como pequenos aglomerados se concentrando na parte superior da fonte. Os sólidos presente na região anular superior se moveram intermitentemente no sentido oposto do fluxo ascendente de gás e a fonte apresentou altura pulsante e variável;

Transição: caracteriza-se como uma mistura dos regimes jato em leito fluidizado e jorro incoerente, sendo a transição entre estes obtida gradualmente.

Constatou-se que a altura máxima de leito fixo (H_{max}) diminuiu com o aumento do diâmetro das partículas de vidro. Observou-se um inicial aumento de (H_{max}) com o aumento da espessura da fenda na faixa de 2 a 6 mm, posteriormente, o aumento da espessura da fenda acarretou em um decréscimo no valor de (H_{max}). Tal fato, esta relacionado aos diferentes regimes fluidodinâmicos encontrados pelos autores: para espessura da fenda= 2 mm, o aumento da altura do leito resultou em uma direta transição do regime de jorro para o *slugging*, empregando-se outros valores de espessura da fenda o aumento de (H) resultou na transição para o regime incoerente.

Freitas *et alli* (2000) estudaram os efeitos do aumento da espessura do leito (β) na fluidodinâmica e estabilidade do leito de jorro retangular com fenda. Os experimentos foram realizados em um leito feito de Plaxiglass[®] com as seguintes dimensões: largura $\alpha = 0,15$ m, comprimento $\delta = 0,7$ m e β com variação de 0,03 m, 0,053 m, 0,076 m e 0,10 m. O ângulo da base divergente foi de 30°, o orifício de entrada do ar possuía largura igual a (β) e espessura com variação de 2, 6 e 10 mm, utilizou-se partículas de vidro (três diâmetros distintos) e de polietileno.

Empregando partículas de vidro com diâmetro médio de 1,44 mm, foram realizados experimentos variando α/β (5, 3, 2 e 1,5), ou seja, variou-se a espessura do leito, e a espessura da

fenda (2, 6 e 10 mm), com o intuito de identificar os regimes fluidodinâmicos. Comparando ao estudo de Dogan *et alli* (2000), observou-se a presença de dois novos regimes fluidodinâmicos para $\alpha/\beta < 5$, entretanto, não se observou a presença do regime jorro de fase diluída.

Múltiplas fontes (h): neste regime se evidencia a presença de pelo menos duas fontes provenientes de diferentes posições na fenda. Embora tais fontes sejam estáveis e bem definidas, não apresentam necessariamente a mesma altura;

Múltiplas fontes imergentes (i): é reportado como um sub-regime instável do regime de Múltiplas fontes. Neste caso, duas ou mais fontes adjacentes emergem para formar uma única fonte.

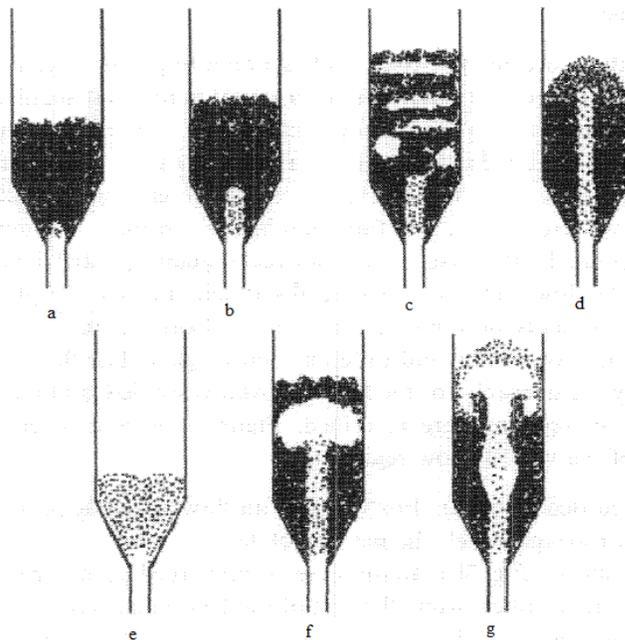


Figura 3.5: Regimes fluidodinâmicos para o leito de jorro retangular com fenda.

FONTE: DOGAN *et alli* (2000)

Os autores concluíram que a variação da espessura do leito de jorro retangular resultou em variações nos parâmetros fluidodinâmicos. O aumento de α/β causou aumento na altura máxima de leito fixo (H_{max}) e na velocidade de jorro mínimo, demonstrando que a manutenção do regime de jorro para leitos com altos valores de α/β requer vazões de ar maiores quando comparadas ao leito de jorro convencional cilíndrico.

Segundo Mathur e Epstein (1974) a secagem de pastas e líquidos em leito de jorro

empregando partículas inertes foi inicialmente desenvolvida no Instituto de Tecnologia de Leningrado (URSS) como uma alternativa em processos de secagem. Esta técnica, mostrou-se adequada para a secagem de uma grande variedade de pastas e suspensões, resultando na obtenção de pós finos e homogêneos. A secagem de pastas e líquidos em leito de jorro com inertes apresenta vantagens e limitações. Como vantagens, pode-se citar: movimento cíclico das partículas, resultando em intensa mistura dos inertes; íntimo contato gás-sólido, resultando em alta taxa de transferência de massa e calor; operações contínuas, semi-contínuas e batelada; equipamento de baixo custo e facilmente operável; secagem de material termicamente sensível. Como desvantagens, pode-se citar: difícil ampliação de escala; capacidade máxima de secagem limitada; vazão de alimentação limitada (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

Em relação ao processo, a instabilidade dinâmica, a aglomeração de partículas e a deposição de pó na coluna são os maiores problemas encontrados no emprego de leitos móveis. Portanto, com o intuito de amenizar tais problemas, verifica-se a necessidade de se obter as melhores condições operacionais para cada material empregado.

3.3 Mecanismos de secagem de pastas em leito de jorro

A secagem de soluções ou suspensões aqui chamadas genericamente de pastas, em leito de jorro ocorre na presença de partículas inertes que agem tanto como um suporte para as pastas como uma fonte de calor para a secagem. No processo de secagem, a pasta empregada pode ser atomizada através de um bico atomizador de simples ou duplo fluido ou gotejada sobre o leito móvel de partículas (FREIRE *et alli*, 2011).

Geralmente a pasta é introduzida no topo do leito, posição onde, segundo a literatura, é possível manter um regime fluidodinâmico estável durante o processo em determinadas condições operacionais, Figura 3.6. A introdução da pasta na base do leito de jorro também se encontra disponível na literatura (BARRET e FANE, 1990; FREIRE *et alli*, 2011; ROCHA *et alli*, 2009; SOUZA e OLIVEIRA, 2005).

Durante o processo de secagem, o leito se torna úmido e a pasta recobre gradativamente a superfície dos inertes formando uma fina camada de material. O filme sobre a superfície da partícula é seco devido à transferência de calor da própria partícula (condução) e convectivamente a partir do ar quente que entra no leito. Durante a secagem, as pontes líquidas

desaparecem gradativamente, diminuindo a força de adesão sólido-pasta, tornando a camada de revestimento frágil e friável. Neste ponto, o recobrimento atinge um nível crítico a partir do qual o filme é removido da superfície das partículas, na forma de pó, devido ao atrito entre as mesmas e com a parede do leito (BARRET e FANE, 1990; FREIRE *et alli*, 2011; OCHOA-MARTINEZ *et alli*, 1993; ROCHA *et alli*, 2009).

O pó elutriado é geralmente recolhido por um equipamento de separação, tal como um ciclone. A medida em que o leito é alimentado continuamente, os estágios de formação do filme, secagem, fratura do filme e elutriação ocorrem simultaneamente. O tempo necessário para um ciclo completo depende das características físicas da pasta, parâmetros de molhabilidade e adesão, friabilidade, entre outros fatores. Na prática, a taxa de produção e remoção do pó deve ser sempre maior ou igual a taxa de alimentação da suspensão evitando a aglomeração e acumulação de pasta no leito (BARRET e FANE, 1990; FREIRE *et alli*, 2011; PHAM, 1983).

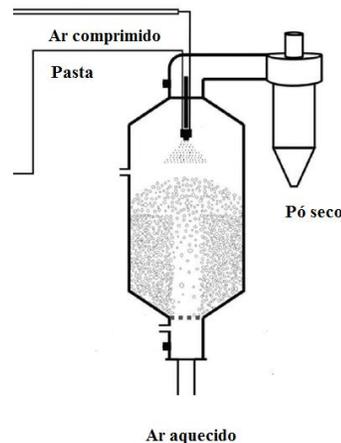


Figura 3.6: Esquema de um secador em leito de jorro cônico cilíndrico com atomização no topo do equipamento.

FONTE: Adaptado de ROCHA e TARANTO (2008).

O desempenho da secagem em leito de jorro é determinada por dois fatores: as taxas de transferência de massa e calor, relacionadas diretamente com a secagem, e a friabilidade do filme aderido à superfície do inerte. A estabilidade dinâmica do processo pode ser limitada por um destes fatores, uma vez que, depende não somente da taxa de secagem como das propriedades mecânicas do filme, pois, quando aderido fortemente à superfície do

inerte resultará em um processo de recobrimento (MEDEIROS, 2001; ROCHA e TARANTO, 2008).

A secagem do filme que recobre os inertes ocorre principalmente a taxa constante, portanto, a evaporação é a etapa limitante do processo, uma vez que a pasta que está sendo seca possui elevado teor de umidade (FREIRE *et alli*, 2009). Segundo Passos e Mujumdar (2000), as principais variáveis que afetam a taxa de secagem são a temperatura do ar de entrada (T_e) e a vazão de entrada do ar (W_p), ambas, comandam a transferência de calor e a taxa de circulação dos sólidos. Em contrapartida, a vazão de alimentação da pasta (W_f) e a massa de inertes (M) controlam os mecanismos de remoção do filme e afetam diretamente a estabilidade dinâmica do leite.

3.3.1 Influência da alimentação da pasta nos parâmetros fluidodinâmicos

A influência da alimentação da pasta na dinâmica e, portanto, nos parâmetros fluidodinâmicos (queda de pressão de jorro estável e velocidade de jorro mínimo), foram analisados por Freire *et alli* (2009) e Freire *et alli* (2011), a partir de vários trabalhos encontrados na literatura, constatando-se que: na maior parte das pesquisas a queda de pressão de jorro diminuiu frente à adição das pastas, independentemente do processo ser contínuo ou em batelada (BACELOS *et alli*, 2005; CUNHA, 1999; MEDEIROS, 2001; PATEL *et alli*, 1986; SCHNEIDER e BRIDGWATER, 1993). Segundo Patel *et alli* (1986) e Schneider e Bridgwater (1993) isto está relacionado ao aumento das forças de interação entre as partículas e a gradual diminuição da vazão de ar na região anular na medida em que a pasta é adicionada ao leite, canalizando o ar para a região do jorro e, conseqüentemente, reduzindo a queda de pressão total.

Rocha *et alli* (2011) estudaram a secagem de diferentes polpas de frutas em leite de jorro (alimentação a batelada) e observaram que para a maioria das pastas, um forte decréscimo na queda de pressão foi obtido logo após o início da alimentação. Conforme ocorreu a secagem, a queda de pressão aumentou até atingir um valor estável, pouco menor do que o valor inicial. Segundo os autores, ignorando o efeito instantâneo da alimentação da polpa, observações confirmaram a influência da polpa na dinâmica do leite mesmo quando praticamente toda a água já tinha sido evaporada, sendo atribuído à retenção do pó sobre a superfície da partícula (formação de pontes sólidas).

Porém, alguns autores verificaram um aumento e posterior decréscimo da queda de pressão de jorro estável. Segundo Passos e Mujumdar (2000) este comportamento está atribuído a duas diferentes interações interpartícula: a primeira associada ao baixo conteúdo de líquido que atuaria como lubrificante, facilitando a circulação das partículas e aumentando a queda de pressão; a segunda, associada à alta concentração de umidade no leito, acarretando na formação de pontes líquidas entre as partículas e, assim, dificultando a movimentação no leito.

Os resultados obtidos para a velocidade de jorro mínimo também foram contraditórios, principalmente quando empregado o glicerol. Schneider e Bridgwater (1993) observaram que a U_{jm} aumentou com o aumento do conteúdo de glicerol no leito até atingir um valor crítico, a partir do qual decresceu. Os autores Patel *et alli* (1986) e Bacecos *et alli* (2005) constataram que a U_{jm} decresceu com o aumento de glicerol e, Passos e Mujumdar (2000) verificaram que, na faixa de saturação, a U_{jm} aumentou com o aumento do conteúdo de glicerol.

Patel *et alli* (1986) concluíram que a redução na U_{jm} é resultante da presença do líquido, acarretando em dificuldades de deslizamento das partículas presentes na região anular, devido a formação de pontes líquidas. Portanto, uma maior quantidade de ar é direcionada para região de jorro, resultando em uma menor vazão de ar para manter o regime de jorro. Passos e Mujumdar (2000), não apresentaram justificativas para os resultados encontrados.

Para outras pastas e líquidos, vários autores observaram um decréscimo na U_{jm} com o aumento da concentração de umidade no leito (SPITZER NETO *et alli*, 2002; BACELOS *et alli*, 2005). Segundo BACELOS *et alli* (2005) este comportamento pode ser atribuído ao tipo de ponte que se forma entre as partículas durante o processo: enquanto somente pontes líquidas foram formadas com o glicerol, para pastas “reais”, foram formadas pontes de pó. Os autores observaram que durante a secagem, a umidade presente no filme era muito próxima da presente no pó, indicando que a camada de revestimento é formada por um filme de pó e não por um líquido.

Embora os resultados obtidos em diferentes pesquisas sejam aparentemente contraditórios, constata-se a influência da presença da pasta na dinâmica do leito de jorro. Em muitos casos, tal presença compromete a estabilidade do sistema levando ao colapso do leito. Segundo Rocha e Taranto (2008), as principais conclusões a respeito dos efeitos da introdução de pastas na fluidodinâmica do leito são:

- Existe uma vazão de alimentação crítica, acima da qual as forças de coesão são significativas;

- As forças de coesão dependem das propriedades da pasta e do inerte;

- Se as forças de coesão puderem ser negligenciadas, a vazão de jorro mínima diminui com a alimentação da pasta (uma fina camada de pasta sob a superfície das partículas melhora o deslizamento das mesmas, resultando em melhorias para o regime de jorro).

É importante ressaltar que além da pasta (características físicas e composição química), as características físicas das partículas, a geometria do leito e a carga de inertes também influenciam os parâmetros fluidodinâmicos do leito de jorro (ROCHA e TARANTO (2008).

3.3.2 Sistema sólido-líquido-gás e mecanismos de adesão

A partir das mudanças no comportamento fluidodinâmico do leito e na eficiência da secagem, empregando-se diferentes pastas e materiais inertes, verifica-se a necessidade de investigar a relação entre as características de superfície e o desempenho do processo. Em outras palavras, a secagem de pastas/recobrimento de partículas é uma função das características de molhabilidade e adesão inerte-pasta-ar (ROCHA e TARANTO, 2008).

Segundo Freire e Oliveira (1992), as forças de adesão podem ser classificadas como: a) forças intermoleculares, não possuem importância significativa no recobrimento, dentre as possíveis forças intermoleculares se destacam as de Van der Waals; b) forças eletrostáticas, sempre estão presentes nos sistemas particulados e são produzidas pelo atrito entre as partículas e as paredes do equipamento. A principal função das forças eletrostáticas é manter ou orientar as partículas em uma ampla região de contato, para que outros tipos de ligação se concretizem; pontes líquidas, quando um líquido está em contato com um sólido as forças predominantes se devem a tensão superficial. Na situação em que apenas uma pequena quantidade de água é adicionada, suficiente para a formação de um filme, não há formação de pontes líquidas, mas ocorre um aumento das forças de adesão. Com um pequeno aumento da quantidade de líquido, ocorre a formação das pontes líquidas entre as partículas, aumentando ainda mais as forças de adesão; c) pontes sólidas, a presença de líquido somente é importante nos estágios iniciais da operação de recobrimento, sendo necessária a conversão de pontes líquidas em estruturas permanentes ou pontes sólidas, que podem ocorrer pela cristalização de materiais dissolvidos,

endurecimento de ligantes, fusão das partículas ou pontos de fusão localizados, solidificação de materiais fundidos e reação química.

A deposição de revestimento sobre uma superfície sólida gera uma interface. As características deste novo sistema envolvem os conceitos de molhabilidade, espalhamento sobre o sólido e adesão. A molhabilidade de um sólido por um líquido pode ser quantificada pelo ângulo de contato (θ), em nível macroscópico, obtido a partir do equilíbrio entre as tensões superficiais do sistema sólido-líquido-gás (DECKER *et alli*, 1999; SOBCZAR e ASTHANA, 2000).

A determinação do ângulo de contato é um dos métodos mais simples e utilizados para determinação das tensões superficiais, sólido-vapor (γ_{sv}) e sólido-líquido (γ_{sl}), em um sistema sólido-líquido-gás (VLADOIU *et alli*, 2008; ZHANG *et alli*, 2002). A determinação do ângulo de contato é facilmente realizada estabelecendo a tangente (ângulo) de uma gota sésil de líquido em contato com a base de uma superfície sólida. A possibilidade de estimar a tensão superficial do sólido a partir do ângulo de contato está embasada na Equação de Young (3.1). O ângulo de contato de uma gota de líquido com uma superfície sólida é definido a partir do equilíbrio mecânico desta gota frente à ação das três tensões superficiais: sólido- vapor (γ_{sv}), sólido- líquido (γ_{sl}) e líquido-vapor (γ_{lv}) (KWOK e NEUMANN, 1999).

$$\gamma_{lv} \cdot \cos(\theta) = \gamma_{sv} - \gamma_{sl} \quad (3.1)$$

A equação de Young foi desenvolvida para superfícies sólidas ideais: perfeitamente lisas; quimicamente homogêneas; rígidas; insolúveis; não reativas (MARMUR, 1996). Na Figura 3.7 é representado o balanço das tensões superficiais a partir do qual o ângulo de contato é determinado segundo a equação de Young. Quando a base da superfície sólida é receptiva ao líquido o ângulo de contato é inferior a 90° , indicando que o sólido é molhado pelo líquido. Para superfícies não receptivas, o ângulo de contato é superior a 90° , indicando que o líquido não molha bem o sólido. Nas condições limites, $\theta = 0^\circ$ e $\theta = 180^\circ$ a molhabilidade é completa e não há molhabilidade, respectivamente.

O efeito da molhabilidade pode ser quantificado, também, a partir do trabalho de adesão (W_{ad}), Equação (3.2).

$$W_{ad} = \gamma_{lv} \cdot (1 + \cos(\theta)) \quad (3.2)$$

Valores altos de trabalho de adesão indicam um bom molhamento, enquanto que valores baixos indicam baixo molhamento (NEUMANN e GOOD, 1979; SOBCZAR e ASTHANA, 2000).

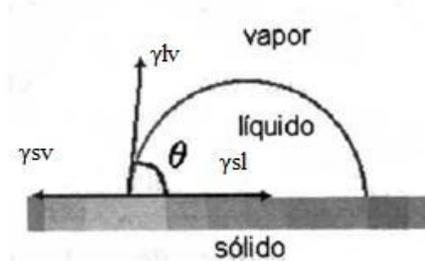


Figura 3.7: Ângulo de contato do sistema sólido-líquido-gás.

A energia superficial do sólido, também chamada de tensão superficial do sólido, é uma propriedade relacionada às forças intermoleculares do sólido. Quanto maior a força intermolecular, maior a energia de superfície do sólido e maior a receptividade de um líquido pelo sólido. A tensão superficial do sólido pode ser determinada a partir de uma equação de estado em conjunto com a equação de Young. A equação de estado aproximada (3.3) é uma modificação da regra de combinação de Berthelot que é baseada na interação molecular de um par de moléculas.

$$\gamma_{sl} = \gamma_{lv} + \gamma_{sv} - 2 \cdot (\gamma_{lv} \cdot \gamma_{sv})^{0,5} \cdot e^{[-\Omega \cdot (\gamma_{lv} - \gamma_{sv})^2]} \quad (3.3)$$

Onde: $\Omega =$ é uma constante.

Combinando a equação (3.3) com a equação (3.1), temos:

$$\cos(\theta) = -1 + 2 \cdot (\gamma_{sv} / \gamma_{lv})^{0,5} \cdot e^{[-\Omega \cdot (\gamma_{lv} - \gamma_{sv})^2]} \quad (3.4)$$

A partir da Equação (3.4) a tensão superficial do sólido pode ser estimada através do ângulo de contato experimental e da tensão superficial do líquido quando Ω é conhecido. Para um conjunto de γ_{lv} e θ , obtido em uma superfície sólida, as constantes Ω e γ_{sv} podem ser determinadas pelo método dos mínimos-quadrados (KWOK e NEUMANN, 1999). A Figura 3.8 apresenta curvas geradas a partir da Equação (3.4). Cada curva representa um valor constante de

tensão superficial sólido-vapor. Assim, plotando-se o valor do ângulo de contato, obtido através de um goniômetro, e o valor da tensão superficial líquido-vapor, é possível determinar a tensão superficial do sólido (KWOK e NEUMANN, 1999).

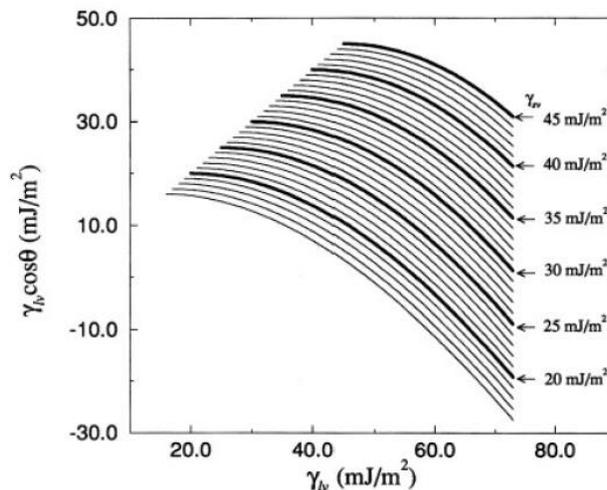


Figura 3.8: Gráfico gerado a partir da equação de Young que correlaciona a tensão superficial do líquido com o ângulo de contato para obtenção da energia superficial do sólido.

FONTE: KWOK e NEUMANN (1999).

3.4 Secagem de pastas em leito de jorro

Vários pesquisadores analisaram o processo de secagem de pastas em leito de jorro com foco na fluidodinâmica do leito e nos parâmetros operacionais relacionando-os aos parâmetros de eficiência e qualidade de processo e de produto. Dentre os trabalhos nesse tema, pode-se citar:

Pham (1983) foi um dos primeiros pesquisadores a estudar as mudanças no comportamento dinâmico do leito de jorro frente à presença de pastas. Durante o processo de secagem de sangue bovino em leito de jorro cônico, utilizando partículas de polipropileno, visualizou a formação de “zonas mortas” inexistentes em leitos secos. Constatou a existência de uma vazão de alimentação máxima, acima da qual ocorre instabilidade no leito após um curto período de processo, para cada conjunto de parâmetros operacionais. Desenvolveu um modelo matemático para o processo de secagem, relacionando as condições operacionais ao rendimento e

as propriedades do produto. O autor obteve pós com umidade final abaixo de 6% em base seca e com qualidade comparável ao processo *spray-dryer*.

Ré e Freire (1989) analisaram a secagem de sangue animal e de várias pastas de origem vegetal (extratos de alcachofra, guaraná, cascara sagrada, arnica do Brasil, *pteridium*), termicamente sensíveis em leito de jorro cônico-cilíndrico utilizando partículas de polipropileno como inertes. Com o objetivo de maximizar o rendimento da produção de pó de sangue animal e minimizar a degradação térmica, os parâmetros operacionais (temperatura, agente de secagem, vazão do ar, massa de inertes e vazão de alimentação), foram avaliados. A partir da análise dos resultados, os autores concluíram que foi possível determinar as condições ótimas do processo para a máxima produção de pó de sangue animal sem perdas na qualidade do produto. Em relação aos extratos vegetais, concluiu-se que a técnica de secagem foi viável, resultando em pós com características organolépticas preservadas e com umidade apropriada para o uso farmacêutico. Constatou-se, também, a influência das propriedades físicas das pastas no tamanho das partículas do produto: o sangue em pó apresentou distribuição de tamanho mais uniforme quando comparado aos pós dos extratos vegetais, isto devido à alta concentração de resina presente nos materiais de origem vegetal.

Schneider e Bridgwater (1989) investigaram a secagem de líquidos e pastas (água destilada, soluções de cloreto de sódio e suspensões de alumina a diferentes concentrações) em leito de jorro cônico-cilíndrico empregando como inertes, esferas de vidro, esferas de resina acrílica e cilindros de PVC. Para o processo em batelada, observou-se que a taxa de secagem permaneceu constante até que aproximadamente toda a água fosse evaporada, a partir deste ponto, constatou-se uma rápida queda deste fator. O filme aderido à superfície dos inertes não foi removido, devido ao atrito, antes do período de queda na taxa de secagem. Para o processo contínuo, a umidade do ar de saída do leito pode ser ajustada a partir da taxa de alimentação da pasta, todavia, próximo a condição de saturação o regime de jorro se tornou instável.

Barret e Fane (1990) estudaram a secagem de materiais líquidos em leito de jorro com alimentação na base, focando o trabalho nos fatores que comandam o processo (taxa de evaporação e taxa de remoção do filme). A taxa de secagem foi analisada através dos parâmetros de transferência de calor, para tanto, a vazão do ar e as temperaturas do ar e dos inertes foram determinadas. A taxa de remoção do filme foi analisada indiretamente pelo método que determina a taxa de retenção de material no leito. Os autores concluíram que: para a secagem das

pastas com alimentação na base, a transferência de calor e a secagem ocorrem predominantemente na base do leito e na região de jorro; a taxa de retenção de material no leito foi influenciada por todas as variáveis estudadas (vazão de ar, temperatura de entrada do ar, vazão de alimentação e altura do leito); o emprego de uma placa defletora acima do jorro central aumentou o atrito das partículas e conseqüentemente diminuiu a taxa de retenção.

Cunha (1999) estudou a secagem de pastas e líquidos (água, ovo homogeneizado e suspensão de goma xantana a 1%) em leito de jorro cônico-cilíndrico empregando partículas de vidro como inertes. Analisando os parâmetros fluidodinâmicos em função da vazão de alimentação, o autor constatou que: para todas as suspensões empregadas, conforme foi aumentada a quantidade de pasta no leito, maior foi a vazão de ar necessária para manter o regime estável; houve um decréscimo na queda de pressão estável com o aumento da vazão de alimentação das pastas; para o ovo homogeneizado, houve variações significativas nos parâmetros fluidodinâmicos, alcançando 30% para a U_{jm} e 50% para a queda de pressão de jorro estável, quando comparado ao leito seco; os parâmetros fluidodinâmicos foram afetados não só pela presença mas também pela quantidade de pasta existente nos poros do leito.

Bacelos *et alli* (2004) analisaram a secagem de pasta de ovos e glicerol em leito de jorro cônico-cilíndrico empregando esferas de vidro como inertes. A pasta de ovos foi adicionada ao leito de forma contínua a diferentes taxas de alimentação, enquanto o glicerol foi adicionado em batelada. A velocidade de jorro mínimo (U_{jm}), queda de pressão de jorro mínimo (ΔP_{jm}), saturação da pasta e o teor de umidade do filme foram avaliados. Os resultados mostraram que U_{jm} e ΔP_{jm} diminuíram com o aumento da saturação por glicerol, entretanto, a U_{jm} apresentou comportamento oposto para a pasta de ovos. O teor de umidade do filme e a saturação da pasta se mantiveram uniformes em vários pontos do leito. Os autores concluíram que o tipo de pasta pode afetar de diferentes maneiras o comportamento da U_{jm} como uma função da saturação da pasta.

Vieira *et alli* (2004) estudaram a influência da interação sólido-líquido em processos de recobrimento e secagem de pastas em leito de jorro. Os sólidos analisados foram: poliestireno (PS), polipropileno (PP), polietileno de baixa densidade (PEBD), placebo, ABS[®] e esferas de vidro. Para cada sistema, sólido-suspensão, foi determinado o respectivo ângulo de contato (θ) através de um goniômetro. Concluíram que utilizando os inertes com altos valores de ângulo de contato com a suspensão, $> 80^\circ$ (PP, PEBD e PS), não ocorreu o recobrimento com a suspensão

polimérica, pois não houve adesão suficiente dos filmes sobre as mesmas. Para as demais partículas estudadas, com ângulos de contato inferiores a 80°, satisfatórios valores de eficiência de recobrimento, até 90,37%, e crescimento relativo das partículas, de 0,97 a 2,79%, foram obtidos.

Souza e Oliveira (2005) analisaram os efeitos da posição do bico atomizador e das condições operacionais no desempenho do processo (taxa de retenção, recuperação do produto, elutrição e eficiência térmica) e nas propriedades do produto (umidade, distribuição de tamanho, degradação de flavonoides e propriedades de fluxo), durante a secagem de *Bauhinia forficata* em leito de jorro. Os parâmetros estudados foram: posição do bico atomizador (topo ou base do leito de jorro); temperatura do ar de entrada no leito (80 e 150 °C); vazão mássica de alimentação do extrato concentrado em relação à capacidade de evaporação do secador (15 a 100%).

Os autores concluíram que a secagem de materiais com alta sensibilidade térmica e ricos em açúcares e resinas, tais como, extrato de plantas medicinais é tecnicamente viável. O fenômeno de adesão, intrinsecamente relacionado com a degradação do produto, baixa recuperação do produto e instabilidade do processo, torna-se um problema comum na secagem destes materiais, porém, isto pode ser minimizado a partir da correta seleção das condições operacionais e do equipamento como um todo.

As propriedades do produto e o desempenho do processo são dependentes das condições operacionais e da configuração do equipamento. As maiores taxas de retenção foram obtidas quando a atomização se deu na base do leito. Nesta configuração, a taxa de retenção aumentou com o aumento da vazão mássica de alimentação do extrato concentrado em relação à capacidade de evaporação do secador. O melhor desempenho do processo foi obtido quando se empregou atomização no topo do leito, acarretando em um processo estável e com baixo acúmulo de material. As condições ótimas do processo foram: temperatura do ar de entrada= 150 °C; vazão mássica de alimentação do extrato em relação à capacidade de evaporação do secador= 45%; alimentação no topo do leito de jorro.

Benali e Amazouz (2005) analisaram a eficiência energética da secagem de pastas de amido vegetal e a qualidade do produto, em leito de jorro do tipo cônico empregando partículas inertes cúbicas de Teflon®. As concentrações de sólidos das pastas variaram de 25% a 40%, investigou-se a melhor posição para o bico atomizador (base ou topo do leito), a temperatura do ar de entrada variou de 140 °C a 240 °C enquanto que a temperatura da pasta variou de 10 °C a 15

°C, partículas de Teflon[®] foram empregadas nos ensaios devido à alta capacidade de acúmulo de calor. A qualidade do produto (pó) foi avaliada a partir da variação da cor e da degradação do amido, diretamente relacionado com a capacidade de absorção de água e características de mistura. Os autores concluíram que: a eficiência da secagem, como uma função (temperatura do ar de entrada- temperatura do ar de saída) para uma dada vazão de alimentação e concentração de sólidos, aumentou com o aumento da diferença de temperatura; a alta eficiência de secagem resultou do rápido e intenso movimento das partículas de Teflon[®], da grande área de contato e da diferença de temperatura; a concentração de sólidos influenciou ligeiramente a eficiência energética; a temperatura ambiente influenciou a temperatura das partículas; o consumo específico de energia aumentou com o aumento da diferença de temperatura e da concentração de sólidos; a degradação do amido e alteração da cor permaneceram acima dos padrões comerciais; a eficiência energética de secagem chegou a $90 \pm 3\%$; o método de secagem apresentou-se viável para a secagem de pastas de amido.

Rocha *et alli* (2009) analisaram o desempenho do recobrimento de partículas e da secagem de líquidos/pastas em leito de jorro como uma função dos parâmetros de molhabilidade e força de adesão em sistemas (sólido-suspensão-ar). Para cada sistema, foram determinados a energia superficial do sólido, a tensão superficial da suspensão e o respectivo ângulo de contato. Foram utilizados quatro sólidos distintos (esferas de vidro, polipropileno (PP), poliestireno (PS) e ABS[®]) e três formulações de suspensões poliméricas. Os autores concluíram que a força de adesão entre a suspensão e as partículas inertes foi determinante para a ocorrência do processo de recobrimento das partículas ou de secagem da suspensão. Os materiais que apresentaram maior energia de superfície possuem maior receptividade e maior capacidade de formação de camada sobre sua superfície. Para o vidro e ABS[®], ocorreu o recobrimento, pois os sistemas apresentaram valores de ângulo de contato inferiores a 70° e elevados valores de trabalho de adesão. Os demais sólidos, com ângulos de contatos superiores a 76° e baixos valores de trabalho de adesão, atuaram como inertes no processo de secagem das suspensões. A eficiência do recobrimento e da secagem foi maior quando a suspensão utilizada apresentou baixo valor de tensão superficial, o que aumentou a adesão da suspensão sobre a partícula.

Dotto *et alli* (2011) relacionaram a influência da temperatura e da geometria do equipamento à qualidade do produto (peso molecular, grau de desacetilação, diâmetro das partículas do pó e coloração) e aos parâmetros recuperação do produto e massa retida no leito,

durante o processo de secagem de quitosana em leito de jorro (cônico cilíndrico e base triangular-retangular). A pasta foi seca a diferentes temperaturas (90, 100 e 110 °C) empregando *pellets* de polietileno como inertes. Independente da temperatura ou geometria do leito, o grau de desacetilação não foi afetado, mantendo-se na ordem de aproximadamente 85%, a umidade final do pó se manteve nos padrões comerciais, faixa de 10%. Os autores observaram que o aumento da temperatura implicou na diminuição da recuperação do pó e no aumento da massa retida no leito, do diâmetro das partículas de pó, do peso molecular e do escurecimento do produto, indicando que as temperaturas de 100 e 110 °C causaram a polimerização da quitosana. A secagem em leito com base triangular-retangular produziu pós finos, os maiores valores de recuperação do produto e os menores valores de massa retida no leito.

3.4.1 Secagem de polpa de frutas e de leite

Ochoa-Martinez *et alli* (1993) estudaram a secagem de leite desnatado e leite integral não homogeneizado em leito de jorro, empregando como inertes esferas de polipropileno ($d_p= 3,9$ mm). Observaram que durante a secagem do leite desnatado, o mesmo se manteve aderido à superfície das partículas não ocorrendo o desprendimento do pó. Em contrapartida, para o leite não homogeneizado integral o processo de secagem foi bem sucedido com fácil liberação do pó. Experimentos utilizando soluções de caseína e lactose a diferentes concentrações demonstraram que somente quando as soluções de caseína e lactose foram individualmente submetidas ao processo de secagem, ocorreu o desprendimento do pó, contudo, mais facilmente para a caseína. Análises por microscopia eletrônica de varredura sugeriram que a gordura presente no leite integral foi o fator determinante para liberação da estrutura do material aderido à superfície dos inertes. As propriedades funcionais do leite integral em pó obtido em leito de jorro se compararam às do leite integral em pó obtido via *spray dryer*.

Ramos *et alli* (1997) estudaram a secagem de diferentes polpas de frutas em leito de jorro em função da eficiência da produção de pó (ξ) e qualidade do produto. Empregou-se 2,5 kg de partículas inertes de poliestireno de baixa densidade e para alimentação da polpa (50 g), utilizou-se uma seringa. Os ensaios de secagem foram conduzidos a uma vazão de ar de 0,0245 m³/s e temperatura do ar de entrada de 60 °C. A eficiência de produção de pó variou em uma faixa de 8,11 a 71,95 % e a umidade do pó de 4,5 a 5,7% b.u. sob mesmas condições

operacionais: umbu (*Spondias tuberosa*), $\xi= 63,5\%$; cajá (*Spondia lutea*), $\xi= 71,95\%$; cajá-manga (*Spondias dulcis*), $\xi= 19,75\%$; pinha (*Armona squamosa*), $\xi= 8,11\%$; seriguela (*Spondia pupurea*), $\xi= 26,51\%$; manga (*Mangifera indica*), $\xi= 37,5\%$. Os autores concluíram que embora todos os ensaios de secagem tenham sido realizados sob condições operacionais fixas, a variação da eficiência indicou a grande influência da composição química das polpas no desempenho do processo.

Cunha *et alli* (2006) estudaram a influência das variáveis operacionais na secagem de polpa de manga em leito de jorro fluidizado bidimensional. Neste trabalho, esferas de vidro ($d_p= 3,8$ mm, $M= 2,8$ kg) foram utilizadas como inertes durante os ensaios de secagem em um leito com a seguinte geometria: espessura de 0,05 m; largura de 0,32 m; na base do equipamento, orifício de entrada do ar para região de jorro de 0,05 x 0,05 m e a remanescente área utilizada para passagem de ar para a região anular; ângulo de inclinação da base de 45°; altura do leito de 0,5 m.

Inicialmente, avaliou-se o efeito da concentração de açúcares na estabilidade fluidodinâmica empregando soluções com diferentes concentrações de sacarose. Observou-se que o aumento da vazão de alimentação das soluções resultou no decréscimo do tempo de estabilidade fluidodinâmica, assim como, o aumento na concentração de açúcares. Constatou-se o efeito negativo deste típico constituinte de polpas de fruta, devido ao efeito de adesão à superfície dos inertes e paredes do leito durante os processos de secagem.

Com o intuito de evitar o colapso do leito, o estudo de secagem de polpa de manga se deu por alimentação intermitente. O tempo de alimentação correspondeu à análise visual do decréscimo da velocidade de circulação das partículas na região anular. Após a normalização do regime fluidodinâmico, devido à secagem e desprendimento do material aderido aos inertes, a alimentação era retomada. As variáveis operacionais estudadas foram: temperatura do ar de entrada (55 a 75 °C); vazão de alimentação da polpa (0,5 a 2,5 g/min); vazão de ar para região de jorro (15,0 a 16,4 L/s); vazão de ar para região anular (22,6 a 24,1 L/s). Os autores constataram que a eficiência da produção de pó variou entre 26,7 e 75%, sendo que o aumento da eficiência foi associado à baixa vazão de ar para região de jorro, alta temperatura do ar de entrada e alta razão (massa alimentada/tempo de secagem). A partir de análise estatística, observou-se que a temperatura foi a variável que mais influenciou o processo de secagem de polpa de manga. A alta

temperatura de processo resultou na maior eficiência de produção de pó e retenção de carotenoides, bem como, diminuição da mudança de cor e umidade do pó.

Tonon (2009) estudou o processo de secagem de suco de açaí em *spray drying* (capacidade de secagem do equipamento de 1 kg de água/h). Avaliou-se a influência das condições operacionais do processo (temperatura do ar de secagem, 138 a 202 °C; vazão mássica de alimentação, 5 a 25 g/min; concentração de agente carreador maltodextrina 10DE, 10 a 30%), sobre as características físico-químicas dos pós (umidade, higroscopicidade e retenção de antocianinas) e rendimento do processo. Definidas as condições operacionais otimizadas (temperatura do ar de secagem= 140 °C, vazão mássica de alimentação= 15 g/min e 6% de agente carreador), quatro diferentes tipos de agentes carreadores foram testados: maltodextrina 10DE, maltodextrina 20DE, goma arábica e fécula de mandioca. Os pós obtidos foram analisados em relação às seguintes propriedades: umidade; atividade de água; densidade; porosidade; solubilidade; molhabilidade; distribuição do tamanho de partículas; morfologia; cor; polifenóis totais; concentração de antocianinas; atividade antioxidante. Verificou-se que os pós produzidos com maltodextrina 20DE e com goma arábica apresentaram maiores valores de umidade e atividade de água, e menor tamanho de partículas, enquanto que os pós produzidos com fécula de mandioca apresentaram menor solubilidade e porosidade e maior densidade aparente e molhabilidade, maior diâmetro médio e maior perda de polifenóis e antocianinas durante o processo de secagem.

Rocha *et alli* (2011) avaliaram a secagem de polpa de frutas tropicais em leite de jorro, analisando os efeitos da composição das polpas na fluidodinâmica e desempenho do processo e, o desenvolvimento de formulações de novos produtos a partir de mistura de polpas com variadas composições. Verificou-se que altas concentrações de amido e lipídios favoreceram a estabilidade fluidodinâmica e a alta eficiência de produção de pó, enquanto altas concentrações de açúcares redutores ocasionaram comportamentos opostos. A eficiência da produção de pó foi relacionada com a composição da polpa por meio de modelo estatístico. Os resultados do desempenho da secagem, fluidodinâmica e testes sensoriais de iogurtes enriquecidos com os pós revelaram promissor potencial de produção de pós de alta qualidade em leite de jorro, controlando a composição das polpas e misturas alimentadas ao leite.

Segundo Bhandari *et alli* (1997) e Tonon (2009) a pegajosidade dos produtos ricos em açúcares e ácidos está diretamente relacionada à presença de açúcares de baixo peso molecular

(glicose, frutose, sacarose, etc.), e de ácidos orgânicos (málico, cítrico, tartárico, etc.), que usualmente constituem mais de 90% dos sólidos presentes nos sucos e polpas de frutas. É importante destacar que durante a atomização das pastas, a rápida remoção de umidade resulta na formação de pós completamente amorfos, ou ainda em pós com algumas regiões microcristalinas dispersas no material amorfo. Os açúcares e ácidos presentes nos sucos e polpas possuem uma baixa temperatura de transição vítrea e alta higroscopicidade em seu estado amorfo, o que implica em uma rápida perda da capacidade de escoamento do pó em conteúdos de umidade mais elevados (ROOS e KAREL, 1991). De acordo com Bhandari e Howes (2000) a temperatura de transição vítrea dos sucos e polpa de frutas ricos em açúcar é tão baixa que a secagem destas pastas *in natura* se torna economicamente inviável. Destaca-se, portanto, a necessidade da adição de adjuvantes com alto peso molecular e alta temperatura de transição vítrea a este tipo de pastas.

Ferrari *et alli* (2012) analisaram os efeitos das condições operacionais nas características físico-químicas do pó de amora preta obtido por secagem em *spray dryer* (capacidade de secagem do equipamento de 1 kg de água/h). Os experimentos foram conduzidos sob as seguintes condições: $W_f = 1,36 \times 10^{-4}$ kg/s; vazão do ar de secagem (W_{ar})= 35 m³/h; T_e entre 140 e 180 °C; concentração de maltodextrina entre 5 e 25 g por 100 g de polpa de amora (m/m). O objetivo do estudo foi analisar os efeitos da temperatura do ar de entrada e concentração de adjuvante na umidade do pó, higroscopicidade, concentração de antocianinas, coloração, morfologia e diâmetro das partículas. Concluiu-se que altas temperaturas de entrada do ar aumentaram significativamente a higroscopicidade do pó, diminuíram a $U_{pó}$ e acarretaram na formação de partículas grandes e com superfícies lisas. Os pós obtidos com altas concentrações de maltodextrina apresentaram uma menor higroscopicidade, coloração vermelha menos intensa e menores valores de $U_{pó}$. A concentração de antocianinas foi afetada principalmente pela temperatura do ar de entrada, devido a sua susceptibilidade ao calor. As melhores condições operacionais para o processo de secagem foram T_e entre 140 e 150 °C e concentração de maltodextrina entre 5 e 7%.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo constam os materiais e métodos empregados nas atividades de pesquisa realizadas no Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem (LFS) - UNICAMP e no *Chemical and Biological Engineering Department (CHBE) - The University of British Columbia - UBC*. Em alguns casos a metodologia e/ou material utilizado para uma determinada análise não foi a mesma nas duas instituições (devido à disponibilidade dos equipamentos e/ou procedimentos adotados pelos laboratórios de suporte), portanto, uma nota especial será apresentada destacando o método e/ou material e a instituição, quando for o caso.

As principais etapas desenvolvidas no Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem (LFS), empregando como equipamento de secagem o leito de jorro cônico-cilíndrico foram: análise do processo de secagem em termos de eficiência de produção de pó e preservação da concentração de antocianinas a partir do estudo da influência das variáveis operacionais do processo usando análise estatística; estudo da influência da composição das pastas no desempenho do processo de secagem; caracterização físico-química do pó (obtido a partir da formulação correspondente ao melhor resultado de desempenho do processo); análise geral do processo de secagem em leito de jorro cônico-cilíndrico.

As principais etapas da pesquisa desenvolvidas no *Chemical and Biological Engineering Department (CHBE)* foram: projeto e construção do leito de jorro retangular com dupla fenda, montagem da linha de secagem (tubulações, isolamento térmico, instalação dos transdutores, termopares, válvulas, *software*, linha de alimentação das pastas, etc.); emprego do equipamento em ensaios de secagem de pastas com o intuito de averiguar a viabilidade de ampliação de escala do processo.

4.1 Caracterização física dos inertes e pastas

4.1.1 Inertes

A escolha das partículas a serem empregadas como inerte nos experimentos de secagem se baseou nos parâmetros de molhabilidade e adesão, nas suas características físicas, e nas interações com o alimento. Embasado na literatura, empregou-se poliestireno (PS), polipropileno

(PP), polietileno de baixa densidade (PEBD), policloreto de vinila (PVC) e polietileno de alta densidade (PEAD) (KWOK e NEUMANN, 1999; VIEIRA *et alli*, 2004).

A Figura 4.1 apresenta imagens dos inertes empregados nos ensaios de secagem. Os mesmos foram caracterizados pelas seguintes propriedades: granulometria, esfericidade, densidade real, densidade *bulk*, porosidade do leito fixo.

Para determinação da distribuição de tamanhos e do diâmetro médio das partículas (PEBD e PP) foi utilizada análise granulométrica em peneiras da série Tyler com tempo de vibração de 20 minutos, conforme especificação do equipamento Produtest, Brasil. O diâmetro médio (d_p) foi calculado a partir da definição de *Sauter*. Equação (4.1).

$$d_p = 1.(\sum(\Delta x/D_n))^{-1} \quad (4.1)$$

Onde: Δx = fração mássica retida na peneira; D_n = média dos diâmetros das aberturas das peneiras superior e inferior (mm).

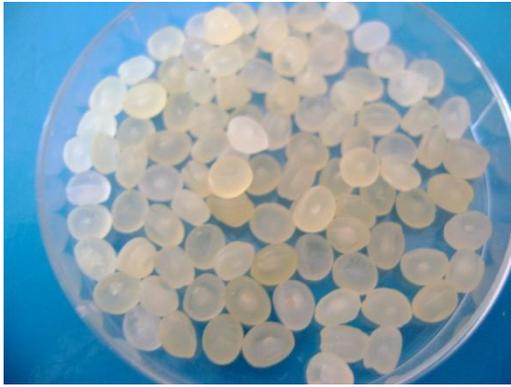
Para determinar o diâmetro médio dos inertes PVC, PS e PEAD, empregou-se um paquímetro (Paquímetro Digital da marca Mitutoyo, Brasil). Foram realizadas duas medidas em 40 partículas sendo que o valor do (d_p) adotado correspondeu à média das mesmas.

A densidade real das partículas (ρ_{real}), definida como a razão entre a massa da partícula e o volume que a estrutura dessa massa ocupa, excluindo os seus poros, foi determinada por picnometria a gás Hélio usando o equipamento Accupyc 1330 da marca Micromeritics, USA.

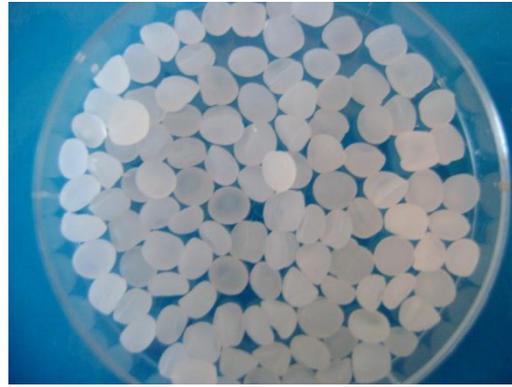
A densidade *bulk* (ρ_{bulk}) foi determinada pela razão entre a massa de partículas e o volume que as mesmas ocupam em um recipiente graduado, quando em arranjo normal. Como em outros trabalhos, foram realizadas 10 medidas nessa determinação, sendo adotada a média como o valor da densidade *bulk* (DONIDA, 2004; MARQUES, 2007).

A porosidade do leito fixo (ϵ_{lf}) é determinada a partir da densidade *bulk* e da densidade aparente das partículas. Entretanto, a porosidade das partículas empregadas nesta pesquisa é muito baixa, o que permite assumir que a densidade real e aparente não apresentam diferenças significativas. Portanto, utilizaram-se os valores de densidade real na determinação da ϵ_{lf} , Equação (4.2).

$$\epsilon_{lf} = 1 - (\rho_{bulk}/\rho_{real}) \quad (4.2)$$



(A) PP



(B) PEBD



(C) PS



(D) PEAD



(E) PVC

Figura 4.1. Imagens das partículas empregadas nos ensaios de secagem: (A) polipropileno; (B) polietileno de baixa densidade; (C) poliestireno; (D) polietileno de alta densidade; (E) policloreto de vinila.

A esfericidade das partículas (Φ) foi determinada pelo método de Peçanha e Massarani (1986), que a define como a razão entre o maior diâmetro inscrito (d_{cc}) e o menor diâmetro circunscrito (d_{ic}) na área projetada da partícula em um plano estável, Equação (4.3). A esfericidade das partículas foi determinada por projeção aleatória de 40 partículas, sendo considerado o valor da esfericidade média obtida.

$$\Phi = d_{ic}/d_{cc} \quad (4.3)$$

4.1.2 Pastas

Segundo Freire e Oliveira (1992), reologicamente, as pastas podem ser consideradas como sendo um sistema sólido-líquido constituído de partículas microscópicas e ou coloidais dispersas em um meio líquido. Compreendem um grande número de materiais em diferentes formas físicas, como: pastas duras (tortas de filtração e precipitados); pastas fofas (pastas de amido e polpas em geral); emulsões (leite integral e maionese); suspensões (leite de cal, soro do leite, suspensões aquosas de hidróxido de alumínio); soluções (açúcar em água, sangue, salmoura) (STRUMILO *et alli*, 1983). Portanto, no presente trabalho foi considerado como sendo pastas alimentícias o leite reconstituído, a polpa de amora *in natura* e a mistura leite reconstituído-polpa de amora preta (modificada ou não). As características físicas analisadas foram: densidade, concentração de sólidos, tensão superficial e reologia.

4.1.2.1 Preparação e caracterização físicas das pastas (LFS)

A polpa de amora preta *in natura* foi obtida a partir de frutas congeladas da marca DeMarchi (DeMarchi, Jundiaí, São Paulo), seguindo o procedimento: descongelamento das amoras, trituração das frutas, prensagem empregando filtro de pano, homogeneização e congelamento a -18 °C. A polpa não foi submetida a tratamento enzimático, sendo diretamente congelada. O período de armazenamento variou de 3 a 11 meses.

Empregou-se leite reconstituído como adjuvante nos processos de secagem com intuito de aumentar a concentração de sólidos (diminuindo o conteúdo de água a ser evaporado) e melhorar o desempenho do processo.

O leite em pó reconstituído foi obtido misturando o leite em pó da marca Nestlé® (leite em pó Ninho®) e água até completa homogeneização. Denomina-se neste trabalho leite em pó reconstituído altamente concentrado (para 100 g): 50 g de leite em pó: 50 g de água. Denomina-se leite em pó reconstituído (para 100 g): 20 g de leite em pó: 80 g de água.

As pastas leite-polpa de amora foram obtidas a partir da mistura (polpa de amora *in natura* + leite reconstituído altamente concentrado), a diferentes razões volumétricas.

As pastas modificadas foram obtidas a partir da adição de adjuvantes à pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)) e de maltodextrina à polpa de amora *in natura*. Os adjuvantes utilizados foram a caseína, o óleo de palma refinado e a maltodextrina MOR-REX® 1910 ($9 \leq DE \leq 12$, *Corn Products*, Mogi-Guaçu, Brasil). É importante ressaltar que tais pastas foram caracterizadas apenas em relação a concentração de sólidos.

A densidade das pastas (ρ_{pasta}) foi determinada através do método de picnometria líquida, utilizando picnômetros de 25 mL. A tensão superficial das pastas (γ_{lv}) foi medida pelo tensiômetro automático de Du Noüy marca Sigma 701, KSB Instruments®, Finlândia, utilizando o método da placa Wihelmy. A tensão superficial foi determinada através de sucessivas medidas da força requerida para romper um filme líquido da suspensão formado na placa.

A reologia de cada pasta foi determinada através da curva pseudo-reológica obtida em um reômetro capilar. A metodologia consiste em medir diferentes vazões da suspensão em escoamento laminar no capilar e as respectivas quedas de pressão. Através da Equação (4.4) é determinada a tensão de cisalhamento (τ), e através da Equação (4.5), a pseudo taxa de deformação ($\dot{\gamma}$).

$$\tau = d_c \Delta P / 4.Z \quad (4.4)$$

$$\dot{\gamma} = 8.v/d_c \quad (4.5)$$

Onde: d_c = diâmetro do tubo capilar; ΔP = queda de pressão; Z = comprimento do tubo capilar; v = velocidade do fluido no capilar. A partir dos valores obtidos das Equações (4.4) e (4.5), a curva pseudo-reológica é construída de acordo com a Equação (4.6).

$$\ln(\tau) = \ln(k) + n'.\ln(\dot{\gamma}) \quad (4.6)$$

Se o gráfico gerado for uma reta, a suspensão é caracterizada como um fluido Newtoniano ou não Newtoniano seguindo o modelo Lei da Potência. Quando $n' = 1$, o fluido é Newtoniano e, quando $n' \neq 1$, o modelo reológico é o Lei da Potência. Se $n' > 1$ o fluido é classificado como dilatante, e se $n' < 1$, é classificado como pseudoplástico. Segundo Bird *et alli* (1960), os parâmetros reológicos do modelo Lei da Potência, quais sejam os índices de consistência, m , e de comportamento, n , são obtidos a partir dos coeficientes linear e angular da regressão por meio das Equações (4.7) e (4.8), chamadas de Equações de *Rabinowisch*.

$$n = n' \quad (4.7)$$

$$k = m \cdot ((3 \cdot n + 1) / 4 \cdot n)^n \quad (4.8)$$

4.1.2.2 Preparação das pastas (CHBE)

Duas pastas foram utilizadas nos ensaios de secagem em leito de jorro retangular com dupla fenda, leite reconstituído e leite-polpa de amora (25%: 75% (m/m)). A polpa de amora preta *in natura* foi obtida a partir de frutas congeladas da marca Bremner's (Bremner Foods, Delta, Canadá), seguindo o procedimento: descongelamento das amoras, trituração das frutas, peneiramento da polpa, filtração, homogeneização e congelamento. A polpa não foi submetida a tratamento enzimático, sendo diretamente congelada a -20 °C. O período de armazenamento variou de 1 a 3 meses. A pasta leite-polpa de amora foi obtida pela mistura (25% leite reconstituído altamente concentrado: 75% polpa de amora *in natura* (m/m)).

Durante a realização dos testes preliminares, além das pastas acima citadas, empregou-se água à temperatura ambiente com o intuito de avaliar o comportamento dinâmico do leito de jorro retangular com dupla fenda em função da umidificação do leito. A Figura 4.2 apresenta as imagens da amora preta congelada e da polpa de amora *in natura*.



(A)



(B)

Figura 4.2. (A) amora preta congelada da marca Bremner's e (B) polpa de amora *in natura*.

4.2 Caracterização físico-química das pastas e do pó

4.2.1 Caracterizações químicas

Caracterizações das pastas e pós obtidos no LFS: a determinação da acidez titulável (neutralização pelo hidróxido de sódio na presença de indicador fenolftaleína até o ponto de equivalência) seguiu a metodologia 33.2.06 (AOAC, 1995). Os açúcares redutores foram quantificados a partir do Método 4.13.2 (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 1976). A determinação do °Brix (sólidos solúveis) foi feita através da leitura direta em refratômetro digital marca Leica, modelo AR 200, sendo aparelho calibrado com água destilada e temperatura corrigida para 20 °C, Método 010/IV (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 1985).

A determinação das cinzas fundamenta-se na perda de massa ocorrida quando a amostra é incinerada a 550 °C, com destruição da matéria orgânica, sem apreciável decomposição dos constituintes do resíduo mineral, Método 33.2.10 (AOAC, 1995). Os lipídios presentes nas pastas e no pó foram quantificados pelo método de Bligh e Dyer, extração de gordura a frio, utilizando uma mistura de três solventes, clorofórmio-metanol-água (BLIGH e DYER, 1959).

O pH foi mensurado em potenciômetro previamente calibrado, Método 017/IV (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 1985). As proteínas foram determinadas avaliando-se o nitrogênio total da amostra pelo método Kjeldahl. Neste método, determina-se o nitrogênio contido na matéria orgânica incluindo o nitrogênio proteico propriamente dito e outros compostos

nitrogenados não proteicos, tais como: amidas, lecitina, aminas, aminoácidos, nitrilas. Neste caso o resultado é apresentado como proteína bruta ou total (AOAC, 1995).

Caracterizações das pastas e pós obtidos no CHBE: os açúcares redutores foram quantificados a partir do Método 968.28. O °Brix (sólidos solúveis) foi determinado através da leitura direta em refratômetro digital, Método 68-60. O pH foi mensurado em potenciômetro previamente calibrado, Método 981.12. As proteínas foram determinadas seguindo o Método 991.20. Os lipídios foram quantificados através da hidrólise ácida, Método 933.05 (AOAC, 1995).

4.2.2 Antocianinas

Caracterizações realizadas no LFS: devido às etapas de preparação das pastas e o subsequente processo de secagem, torna-se importante avaliar a degradação deste flavonoide frente ao tratamento térmico imposto, bem como analisar os efeitos das interações matriz alimentícia-antocianinas. A concentração de antocianinas totais ($C_{ant.}$) foi determinada a partir do método pH-único e pH-diferencial, adaptados de Fuleki e Francis (1968a,1968b), respectivamente. Como não se constatou diferença significativa nos valores obtidos, optou-se por adotar o método pH-único, devido à sua menor complexidade.

A extração das antocianinas (pasta ou pó) foi realizada seguindo o procedimento: pesagem das amostras (2 a 5 g); adição de 25 mL de solução extratora, etanol e HCl 1,5N (85: 15 (V/V)); armazenagem (24 h, 4 °C, ausência de luz); filtragem em papel Whatman n° 1; lavagem da torta e papel filtro com solução extratora para máxima remoção das antocianinas; disposição do filtrado em balão volumétrico de 50 mL para a pasta e 75 mL para o pó, completando o volume com a solução extratora (formando-se, assim, o extrato).

O método do pH-único consistiu na transferência de uma alíquota (500 µL) do extrato para balão volumétrico de 10 mL, completando o volume com a solução extratora. O extrato diluído foi armazenado ao abrigo da luz por 2 horas, efetuando-se em seguida a leitura em comprimentos de onda de 535 nm e 700 nm (espectrofotômetro UV-Vis, Varian, Gary 1G, USA). A concentração de antocianinas totais, método do pH-único, foi determinada a partir da Equação (4.9).

$$C_{\text{ant.}} \text{ (mg/100 g amostra)} = (A \cdot V_{\text{ext}} \cdot V_{\text{dil}} \cdot 1000) / (V_{\text{ali}} \cdot m_{\text{a}} \cdot E_{1\text{cm}}^{1\%}) \quad (4.9)$$

Onde: A = absorvância = $(A_{535} - A_{700})_{\text{pH } 1,0}$; V_{ext} = volume do extrato; V_{dil} = volume do extrato diluído; V_{ali} = volume da alíquota; m_{a} = massa da amostra; $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ = coeficiente médio de extinção (982); 100 = fator de correção para que o resultado seja expresso em 100 g de amostra; 10 = constante para correção do coeficiente de extinção para expressar o resultado em mg/100g de amostra.

Caracterizações realizadas no CHBE: a concentração de antocianinas foi determinada usando HPLC, conforme o método descrito em (BAJ *et alli*, 1983).

4.2.3 Umidade do pó e da pasta

Caracterizações realizadas no LFS: a umidade do pó ($U_{\text{pó}}$) foi determinada a partir da secagem das amostras em estufa a vácuo de 20 inHg por 24 horas a 70 °C. Devido à baixa produção de pó em determinadas condições operacionais, a umidade foi determinada empregando-se 1 g de amostra, em duplicata. A concentração de sólidos das pastas (C_s) foi determinada a partir da secagem de amostras de 3 g em estufa a $(103 \pm 2 \text{ °C})$ até peso constante, em triplicata.

Caracterizações realizadas no CHBE: a umidade dos pós foi determinada a partir da secagem das amostras de 1 g em estufa com ventilação forçada a 80 °C até peso constante, em duplicata. A concentração de sólidos das pastas foi determinada a partir da secagem de amostras de 3 g em estufa com ventilação forçada a $(105 \pm 1,5 \text{ °C})$ até peso constante em triplicata.

4.2.4 Granulometria do pó

A granulometria do pó foi determinada através do equipamento Mastersizer S (Malvern, Inglaterra), específico para análise da distribuição do tamanho de partículas na faixa de 0,05 μm até 900 μm . A técnica consiste no espalhamento do laser de comprimento de onda de 488 nm pelas partículas da amostra, sendo o tamanho inversamente proporcional ao desvio do ângulo da luz espalhada.

4.2.5 Instantaneização

Refere-se ao processo de dispersão do pó em líquido, seguindo as etapas de: embebição (penetração do líquido para o interior da estrutura porosa), imergibilidade das partículas ou porções de pó no líquido, dispersabilidade das partículas no líquido e solubilidade (dissolução das partículas solúveis no líquido) (SCHUBERT, 1993).

O tempo de instantaneização ($t_{inst.}$), tempo requerido para a submersão de todas as partículas após serem colocadas sobre a superfície de um líquido, foi determinado pelo método descrito em Martins (2006). O método consiste na determinação do tempo necessário para submergir 3,5 g de amostra em 77 mL de água, à temperatura de 25 °C. A Figura 4.3 apresenta o esquema do equipamento para a determinação do tempo de instantaneização.

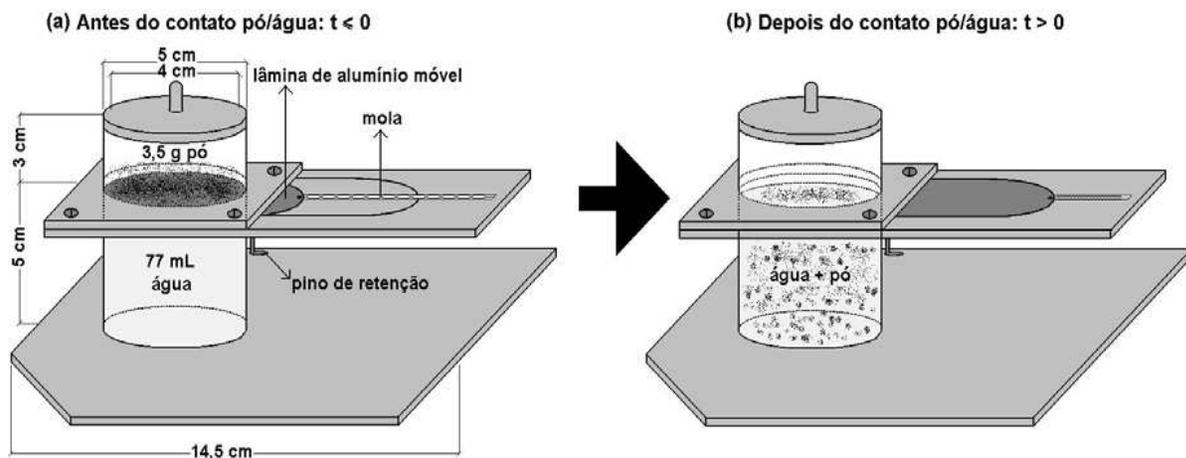


Figura 4.3: Esquema do equipamento utilizado para a determinação do tempo de instantaneização dos pós.

FONTE: MARTINS (2006).

4.2.6 Microscopia eletrônica de varredura

Imagens do leite-polpa de amora em pó foram obtidas através do microscópio eletrônico de varredura (MEV) (modelo LEO 440i, LEO Electron Microscopy, Inglaterra), com o objetivo de analisar o produto em termos de formação, uniformidade e características da superfície de suas partículas.

4.2.7 Reconstituição do pó e teste preliminar de armazenamento do pó

O pó foi reconstituído conforme descrito no Método 452/IV, específico para leite em pó (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 1985).

Após o processo de secagem, o leite-amora em pó proveniente da melhor condição operacional foi armazenado por um período de aproximadamente 140 dias à temperatura ambiente em uma lata típica de armazenamento de leite em pó. Esta lata, por sua vez, foi acomodada em um armário do laboratório sem a incidência de luz. O propósito foi simular a estocagem comum em uma residência após a abertura da embalagem do produto. Durante este período foram realizadas análises de concentração de antocianinas (a cada 15 dias, aproximadamente) com intuito de estudar o efeito do armazenamento do produto tendo como parâmetro a degradação deste flavonoide. A temperatura e a umidade relativa do ambiente foram monitoradas durante o período de teste.

4.3 Ângulo de repouso

O ângulo de repouso das partículas inertes foi determinado pelo método do tambor rotatório, utilizando o equipamento *Solids Study Handling Bench*, marca Armfield England. Foram realizadas 10 medidas para cada análise.

4.4 Caracterização do sistema sólido-suspensão-ar

Como exposto previamente, um dos objetivos deste trabalho foi verificar a influência das características de superfície no desempenho do processo de secagem. Para tanto, o ângulo de contato do sistema sólido-pasta-ar foi determinado utilizando o goniômetro (Tentec Contact Angle Meter, USA). Nesse equipamento, uma gota de líquido é depositada sobre a superfície de uma lâmina do sólido a ser utilizado como inerte e sua imagem é projetada em um plano devidamente graduado, e a partir desta imagem o ângulo de contato é medido com um transferidor.

Relacionando o valor medido de ângulo de contato e tensão superficial da suspensão, o trabalho de adesão, Equação (3.2), e a energia superficial do sólido pelo método gráfico (KWOK e NEUMANN, 1999), foram estimados.

4.5 Sistemas experimentais

4.5.1 Sistema experimental (LFS) – leito de jorro cônico-cilíndrico

Os ensaios de secagem foram conduzidos em leito de jorro do tipo cônico-cilíndrico construído em acrílico Plexiglas[®], com as seguintes dimensões: diâmetro do leito de 20 cm, altura da coluna cilíndrica de 30 cm, altura da base cônica de 17 cm, diâmetro do orifício de entrada do ar de 3 cm e ângulo de inclinação da base cônica de 60°. Na parte superior do leito de jorro está conectado um ciclone *Lapple* em aço inox.

No leito de jorro, dois pontos de tomada de pressão (localizados 17 cm acima e 5,5 cm abaixo do orifício de entrada de ar no leito), estão conectados a um transdutor diferencial de pressão por meio de mangueiras com comprimento de 66 cm. A Figura 4.4 mostra o esquema do sistema experimental, disponível no Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem da Faculdade de Engenharia Química – UNICAMP.

O conjunto soprador (IBRAM modelo CR-10 com 7,5 cv potência), inversor de frequência, trocador de calor e aquecedor elétrico (constituído de três resistências com potência total de 1220 W) com controlador de temperatura, produzem a vazão de ar de jorro na temperatura do processo. O leito de sílica gel foi utilizado para absorver parte da umidade do ar que passa pela tubulação de aço galvanizado de 53,2 mm de diâmetro interno.

O processo foi monitorado através do uso de instrumentos como termohigrômetros (Cole Parmer, com faixa de medida de 0,5 a 100% para umidade relativa e temperatura de 10 a 90 °C, precisão de $\pm 1,5\%$ e $\pm 0,2$ °C respectivamente), e termopar de cobre-constantan ligado ao controlador de temperatura. A vazão do ar foi controlada por um inversor de frequência (WEG, modelo CFW 08). O bico atomizador de duplo fluido, localizado no topo do leito de jorro, foi alimentado com ar proveniente da linha de ar comprimido (compressor PRIMAX modelo 40V10 com 10 cv potência, deslocamento de $0,01833$ m³/s e pressão máxima de $12,3 \times 10^3$ cm de H₂O). A pasta foi enviada ao bico atomizador através de uma bomba peristáltica (Masterflex, modelo

L/S 7523-20, USA, com capacidade de 2 a 130 mL/min). Para os processos com alimentação gotejante a pasta foi simplesmente gotejada, a partir da extremidade da mangueira (diâmetro interno da mangueira de 1,6 mm), sobre a fonte de partículas inertes em regime de jorro estável.

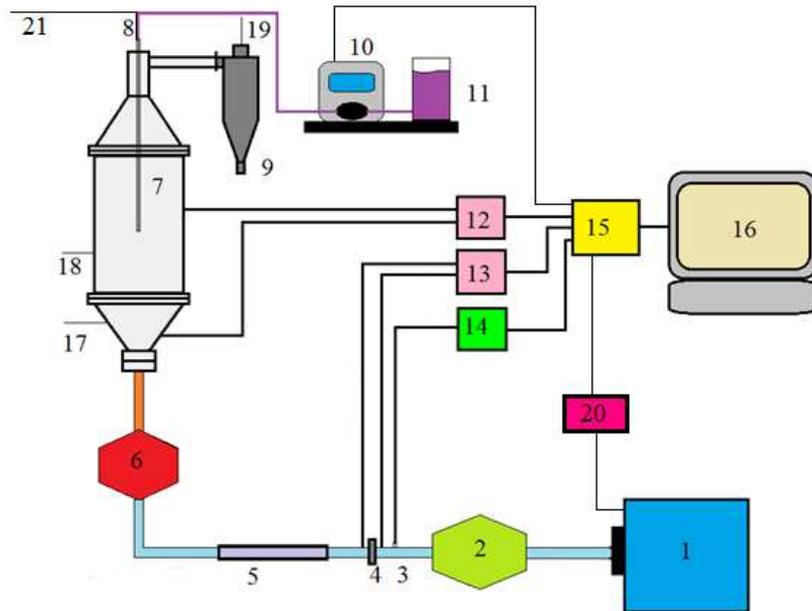


Figura 4.4: Esquema experimental do leito de jorro cônico-cilíndrico. (1) soprador; (2) trocador de calor casco e tubos; (3) tomada de pressão estática; (4) tomada de pressão na placa de orifício; (5) leito de sílica gel; (6) aquecedor; (7) leito de jorro cônico-cilíndrico; (8) linha de alimentação da pasta (atomização ou gotejamento); (9) ciclone *Lapple*; (10) bomba peristáltica; (11) pasta; (12 e 13) transdutores diferenciais; (14) transdutor absoluto; (15) sistema de aquisição de dados; (16) microcomputador; (17, 18 e 19) termohigrômetros; (20) inversor de frequência; (21) linha de ar comprimido.

O sistema de aquisição de dados era composto por três transdutores de pressão, dois transdutores diferenciais (Cole e Parmer modelo 68014-18 com faixa de leitura de 0 a 6229 Pa, sinal de saída de 4 a 20 mA e tempo de resposta de 250 ms), e um transdutor absoluto (Cole e Parmer modelo 07356-0 com faixa de leitura de 0 a 210 KPa e sinal de saída de 1 a 5 V). Ao receberem os sinais pneumáticos de pressão do leito, da placa de orifício e da linha, respectivamente, os transdutores de pressão transformam estes sinais em analógicos, enviando-os

para o sistema de aquisição de dados (*National Instruments*TM, NIcDAQ 9172, Finlândia), que através de um conversor (A/D) transforma os sinais analógicos em digitais e, os enviam por conexão USB (*Universal Serial Bus*) para o microprocessador (Intel CoreTM i3 com memória RAM de 4 Gb e HD de 500 Gb).

Os sinais analógicos que retornam para o inversor de frequência e a bomba peristáltica são enviados do microprocessador para o sistema de aquisição de dados que converte os sinais digitais para analógicos (D/A). A interface entre o processo e o *hardware* é feita através do *software* LabviewTM 8.6 (*Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench*). Para a obtenção dos dados do processo em tempo real, um diagrama de blocos capaz de adquirir e armazenar os valores das principais variáveis (queda de pressão no leito, queda de pressão na placa de orifício e pressão estática na linha) foi elaborado. Foram coletados 2048 pontos, a uma taxa de amostragem de 400 Hz, com um tempo de amostragem de aproximadamente 5,1 segundos para a determinação de cada medida. A escolha do número de pontos e da taxa de amostragem foi tomada com base em trabalhos anteriores desenvolvidos no (LFS) da Faculdade de Engenharia Química da UNICAMP (BUTZGE, 2012).

4.5.1.1 *Estudo fluidodinâmico com e sem a presença da pasta no leito cônico-cilíndrico*

O objetivo do estudo fluidodinâmico foi obter as curvas de queda de pressão no leito (ΔP) em função da vazão mássica de ar de jorro (W_{ar}) e, a partir das mesmas, avaliar e determinar as melhores condições operacionais para um dado processo em regime dinâmico estável, conforme indica a literatura (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

A análise fluidodinâmica dos inertes (PS, PEBD e PP) em leito de jorro foi realizada com uma carga de sólidos de 1,4 kg, baseando-se nos trabalhos de Vieira *et alli* (2004) e Rocha *et alli* (2009). Inicialmente carregou-se o leito com a carga de inertes, mediu-se a altura do leito fixo, ligou-se o soprador e o trocador de calor tipo casco e tubo (resfriador), este último para manter a temperatura ambiente do ar na linha. Aumentou-se gradativamente a vazão de ar até o limite do equipamento ou o início da elutriação das partículas, e a cada variação de vazão os valores de queda de pressão na placa de orifício, no leito e de pressão estática foram determinados pelo sistema de aquisição de dados. Em seguida, o procedimento inverso de diminuição da vazão de ar foi adotado, obtendo-se dessa maneira os gráficos $\Delta P \times W_{ar}$ para

vazões crescentes e decrescentes. A vazão mássica de ar foi determinada a partir da expressão desenvolvida por Ower e Pankhurst (1977). Uma análise visual também foi realizada, distinguindo-se os diferentes regimes fluidodinâmicos.

Analisou-se a influência da pasta leite-polpa de amora sobre os parâmetros fluidodinâmicos W_{jm} e ΔP_s , a partir da construção e comparação das curvas de vazão decrescente antes e após os ensaios de secagem. Avaliou-se, também, a influência da pasta sobre a queda de pressão no leito durante os experimentos. A Tabela 4.1 apresenta as condições operacionais e o tipo de inerte empregados nos ensaios de secagem analisados.

Tabela 4.1: Condições operacionais e tipo de inerte empregados nos ensaios de secagem submetidos as avaliações fluidodinâmicas.

Ensaio	Processo (W_f , T_e , Inerte, P_{at})	Ensaio	Processo (W_f , T_e , Inerte, P_{at})
A.1	2 mL/min, 60 °C, PP, 10 psig	A.9	3 mL/min, 70 °C, PP, 15 psig
A.2	2 mL/min, 60 °C, PP, 20 psig	A.10	3 mL/min, 70 °C, PP, 15 psig
A.3	2 mL/min, 80 °C, PP, 10 psig	A.11	3 mL/min, 70 °C, PP, 15 psig
A.4	2 mL/min, 80 °C, PP, 20 psig	A.12	2 mL/min, 60 °C, PP, GOT
A.5	4 mL/min, 60 °C, PP, 10 psig	A.13	2 mL/min, 60 °C, PP, GOT
A.5*	4 mL/min, 60 °C, PP, 10 psig	A.14	2 mL/min, 60 °C, PS, GOT
A.6	4 mL/min, 60 °C, PP, 20 psig	A.15	2 mL/min, 60 °C, PS, GOT
A.7	4 mL/min, 80 °C, PP, 10 psig	A.16	2 mL/min, 60 °C, PEBD, GOT
A.8	4 mL/min, 80 °C, PP, 20 psig	A.17	2 mL/min, 60 °C, PEBD, GOT

* duplicata; **GOT= alimentação por gotejamento da pasta

4.5.1.2 Ensaios de secagem no leito cônico-cilindrico

Inicialmente o leito foi carregado com a carga de sólidos (PP, PS ou PEBD, $M= 1,4$ kg), pré-fixada a partir da análise fluidodinâmica. A vazão do ar foi ajustada também de acordo com o resultado do estudo fluidodinâmico e testes preliminares, acima da vazão de jorro mínimo ($W_{ar}= 1,2.W_{jm}$). O ar foi aquecido por um conjunto de resistências, sendo controlada a temperatura do ar à entrada do leito (T_e). Ainda, a temperatura e umidade relativa do ar foram acompanhadas na entrada e saída do leito durante o processo. Quando o sistema entrou em regime permanente de

temperatura do ar de entrada e saída, o processo de secagem foi iniciado com a alimentação da pasta. A pasta foi atomizada sobre os inertes através do bico atomizador de duplo fluido ou simplesmente gotejada sobre a fonte de partículas. A partir de testes preliminares, fixou-se a altura dos dispositivos de alimentação em aproximadamente 13 cm acima da superfície do leito fixo.

Ao atingir o tempo especificado para o processo (igualmente definido a partir de testes preliminares), a alimentação da pasta e o sistema de aquecimento foram respectivamente desligados e os inertes foram removidas do leito. Ao fim do processo, os inertes (massa total de inertes + material retido sobre os mesmos), foram pesados e submetidos à secagem em estufa a vácuo de 20 inHg por 24 horas à 70 °C. Posteriormente, foram submetidos à análise de retenção de sólidos.

Para as condições de operação que resultaram na maior eficiência de processo, determinou-se a cinética de acúmulo de sólidos sobre a superfície das partículas inertes por amostragem de aproximadamente 3 g retiradas do leito durante o processo em intervalos de tempo de 10 min. A metodologia para a determinação da retenção de material sob a superfície dos inertes se encontra no item 4.6.

4.5.2 Sistema experimental (CHBE) – leito de jorro retangular com dupla fenda

Os experimentos foram realizados em um leito feito de policarbonato com as seguintes dimensões: largura $\alpha = 0,3$ m, espessura $\beta = 0,1$ m e altura $\delta = 0,6$ m, ângulo da base divergente de 60°, fendas de entrada do ar de 0,03 m de comprimento e espessura de 0,006 m. Uma placa defletora com 30 cm de altura foi posicionada a aproximadamente 2,5 cm acima do leito fixo de partículas inertes com o objetivo de manter a dinâmica do leito, evitando uma possível convergência entre as duas fontes.

Para melhorar o entendimento do estudo fluidodinâmico, dividiu-se o leito em duas câmaras chamadas de câmara direita (R) e câmara esquerda (L). A Figura 4.5 apresenta o esquema da coluna do leito de jorro retangular com dupla fenda.

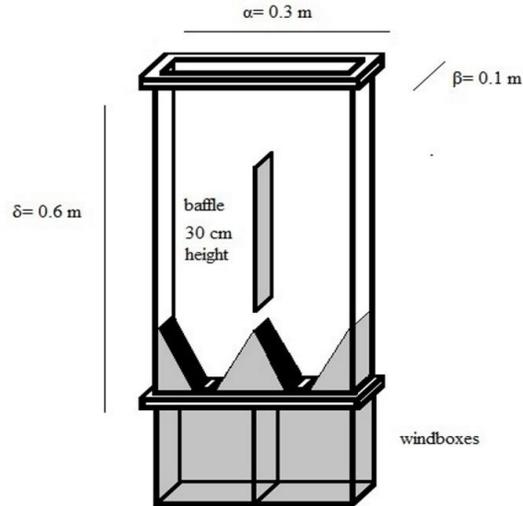


Figura 4.5. Esquema da coluna do leito retangular com dupla fenda empregado nos ensaios de secagem: emprego de duas câmaras *plenum* completamente separadas.

Inicialmente, o ar de jorro foi controlado por uma única válvula e homogeneizado em uma única câmara *plenum* (0,3 x 0,1m e altura de 0,20 m), também chamada de *windbox*. O objetivo foi analisar a estabilidade dinâmica visando uma possível aplicação da geometria retangular com dupla fenda em processos de secagem de pastas e líquidos. Empregaram-se neste estudo inicial partículas inertes de vidro e PS. A partir dos dados fluidodinâmicos obtidos, constatou-se a necessidade de modificações no projeto da linha de secagem, portanto, a câmara *plenum* foi dividida em duas câmaras (seção transversal de 0,15 x 0,1 m e altura de 0,20 m), completamente isoladas uma da outra. Desta forma a linha de ar foi dividida em duas e controlada separadamente por duas válvulas. Um novo estudo fluidodinâmico foi realizado empregando três diferentes tipos de polímeros (PVC, PS e PEAD). A Figura 4.6 apresenta o esquema do sistema experimental do leito de jorro retangular com dupla fenda empregado nos experimentos de secagem.

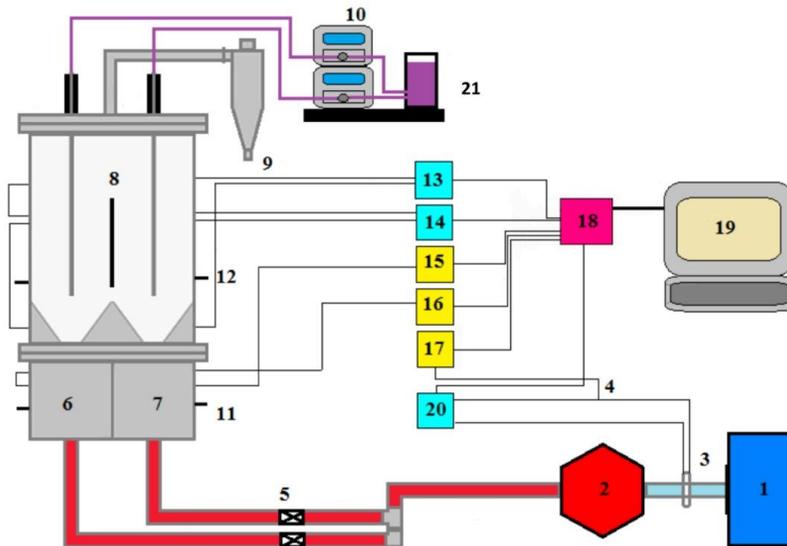


Figura 4.6: Esquema experimental do leito de jorro retangular com dupla fenda. (1) soprador; (2) aquecedor; (3) tomada de pressão na placa de orifício; (4) tomada de pressão estática; (5) válvulas; (6 e 7) câmaras *plenum*; (8) leito de jorro retangular; (9) ciclone *Lapple*; (10) bombas peristálticas; (11 e 12) termopares; (13, 14 e 20) transdutores diferenciais; (15, 16, 17) transdutores absoluto; (18) sistema de aquisição de dados; (19) microprocessador; (21) pasta.

4.5.2.1 Estudo fluidodinâmico com e sem a presença da pasta no leito retangular

Inicialmente carregou-se o leito com uma determinada carga de inertes, mediu-se a altura do leito fixo e ligou-se o soprador. Aumentava-se gradativamente a velocidade do ar e a cada variação, realizou-se a leitura dos valores de queda de pressão no leito e na placa de orifício e de pressão estática. O mesmo procedimento foi conduzido no decréscimo gradual da vazão de ar, obtendo-se dessa maneira os gráficos $\Delta P \times U_T$ para velocidades totais crescentes e decrescentes, conforme indica a literatura (MATHUR e EPSTEIN, 1974). Devido à configuração do sistema, não foi possível determinar a velocidade do ar de entrada em cada fenda e, portanto, não foi possível determinar a velocidade de jorro mínimo em cada câmara. Entretanto, como indicativo da estabilidade dinâmica do sistema, relacionou-se a velocidade total do ar na linha ao início do regime de jorro (mínima velocidade total para início do regime de jorro (U_{Tjm})), para ambas as câmaras. A velocidade total do ar (U_T) foi determinada a partir de uma placa de orifício, conforme apresentado na Figura 4.6 item 3.

No primeiro projeto do leito retangular, utilizou-se uma única câmara *plenum* (estudo fluidodinâmico inicial). Nesse equipamento, os dados de queda de pressão no leito foram obtidos a partir de um transdutor absoluto (Omega, PX142-OOSGOSV), sendo os dados tratados pelo *software Visual Basic*. Baseado em Chen (2008) o tempo de amostragem empregado foi de 5 s a uma frequência de 2500 Hz.

Baseando-se nos resultados da fluidodinâmica, que não foram promissores, o leito foi modificado para operar com duas câmaras *plenum*. Para esse leito, os dados de queda de pressão no leito foram obtidos a partir de transdutores diferenciais e do *software LabView* (2012) a diferentes taxas de amostragens (de 1 Hz a 60 Hz). Para um tempo de amostragem de 10 s a média dos pontos apresentou baixos valores de desvio padrão validando, portanto, a escolha da taxa de amostragem. Devido às características geométricas do equipamento, os pontos de tomada da queda de pressão foram fixados a 4,7 cm e 56,2 cm acima da entrada de ar no leito (base do leito), região anular. A tomada da pressão absoluta nas câmaras *plenum* foi fixada a 12 cm abaixo da base do leito. No estudo fluidodinâmico, empregaram-se partículas de PS, PEAD e PVC com cargas variando entre 1,4 kg a 2,6 kg.

Avaliou-se a influência da adição da pasta sobre a queda de pressão no leito durante os experimentos de secagem do leite reconstituído. A Tabela 4.2 apresenta as condições operacionais empregadas nos ensaios de secagem submetidos à avaliações fluidodinâmicas.

Tabela 4.2: Condições operacionais dos ensaios de secagem submetidos à avaliações fluidodinâmicas (PVC, $T_e = 60\text{ }^\circ\text{C}$, $t = 30\text{ min}$, $U_p = 1,05 \cdot U_{Tjm}$)

Ensaio	M (kg)	W_f (mL/min)
E.1	1,6	6
E.2	1,6	8
E.3	1,6	10
E.4	1,6	12
E.5	1,8	6
E.6	1,8	8
E.7	1,8	10

4.5.2.2 Ensaio de secagem no leito retangular

Inicialmente o leito foi carregado com a carga de inertes, pré-fixada a partir da análise fluidodinâmica (PVC= 1,6 kg ou 1,8 kg; PS= 1,6 kg ou 2,0 kg; PEAD= 1,6 kg). A velocidade total do ar empregada nos experimentos foi ajustada também de acordo com o resultado do estudo fluidodinâmico e testes preliminares, acima da mínima velocidade total para início do regime de jorro nas duas câmaras ($U_{Tp} = 1,05 \cdot U_{Tjm}$). O ar foi aquecido por um conjunto de resistências, sendo a temperatura do ar à entrada do leito controlada por um controlador *on-off*.

O processo foi monitorado através do uso de instrumentos como termohigrômetros (Cole Parmer, com faixa de medida de 0,5 a 100% para umidade relativa e temperatura de 10 a 90 °C, precisão de $\pm 1,5\%$ e $\pm 0,2$ °C, respectivamente), e termopares de cobre-constantan ligados ao controlador de temperatura.

As temperaturas de entrada e a umidade relativa do ar de saída foram acompanhadas durante o processo de secagem, e a umidade relativa do ar de entrada foi determinada antes do início da alimentação da pasta. A temperatura do ar na região de gotejamento (T_f) foi determinada por meio de um termopar instalado na câmara da direita, 26 cm acima do orifício de entrada do ar no leito. Quando o sistema entrava em regime permanente de temperatura do ar de entrada e saída, o processo de secagem era iniciado com a alimentação das pastas por gotejamento através de dois tubos de aço (1/4 polegadas). A pasta foi gotejada sobre as fontes de partículas a uma altura de 16 cm acima do leito fixo. Ao atingir o tempo ou volume de pasta especificado para o processo, a alimentação da pasta e o sistema de aquecimento foram respectivamente desligados e os inertes foram removidas do leito. Ao fim do processo, os inertes foram pesados e submetidos à secagem em estufa com ventilação forçada a 80 °C até peso constante. Posteriormente, foram submetidas à análise de retenção de sólidos.

4.6 Desempenho do processo

O desempenho do processo foi avaliado pela eficiência de produção de pó, retenção de sólidos sobre a superfície dos inerte e perdas de sólido alimentado.

A eficiência da produção de pó (ξ) é definida como a razão entre a massa coletada no ciclone pela massa total de sólidos adicionada ao leito, em base seca, Equação (4.10).

$$\xi = M_{p\acute{o}}/M_{pasta} \quad (4.10)$$

Onde: $M_{p\acute{o}}$ = massa seca coletada; M_{pasta} = massa seca da pasta adicionada ao leite.

A retenção de sólidos sobre a superfície dos inertes (ψ) é definida como a razão entre a massa de sólidos retida sobre a superfície dos inertes pela massa total de sólidos adicionada ao leite, em base seca, Equação (4.11).

$$\psi = (M_{ad} - M_0)/(M_{pasta}) \quad (4.11)$$

Onde: M_{ad} = massa dos inertes ao final do processo; M_0 = massa inicial dos inertes. A cinética de retenção de sólidos também foi avaliada durante o processo de secagem em intervalos de tempo de 10 min.

A perda de material (P) foi determinada a partir do balanço de massa, Equação 4.12.

$$P = 100 - \psi - \xi \quad (4.12)$$

4.7 Curvas de secagem

As curvas de secagem foram construídas a partir da metodologia empregada por Rocha *et alli* (2011). O procedimento para obtenção das taxas de evaporação e das curvas de secagem consiste em: após o sistema entrar em regime permanente de temperatura, registram-se as respectivas medidas de umidade relativa e temperaturas de bulbo seco do ar na entrada e saída do leite.

Considerando que antes da alimentação da pasta não ocorre secagem, a umidade absoluta na entrada (Y_e) e a umidade absoluta na saída do leite (Y_s) são as mesmas. Através dos valores de umidade relativa e temperatura de bulbo seco do ar de saída do leite, utilizando relações psicrométricas, determina-se a umidade absoluta do ar; e empregando os valores de umidade absoluta e temperatura de bulbo seco do ar de entrada, as demais propriedades do ar de entrada são determinadas.

Assim, uma vez iniciada a alimentação da pasta, a temperatura de bulbo seco e a umidade relativa do ar de saída são registradas a cada minuto de processo por um intervalo de tempo definido. Utilizando relações psicrométricas, as curvas de secagem são construídas e as taxas de evaporação determinadas. A partir dos valores de velocidade do ar de jorro (U) e dos dados psicrométricos do ar na saída do leito a cada minuto após o início da alimentação da pasta, calcula-se a vazão mássica de ar seco ($W_{ar,s}$), Equação (4.13).

$$W_{ar,s} = (\pi \cdot D_c^2 \cdot U \cdot \rho_{ar}) / (4 \cdot (Y_s + 1)) \quad (4.13)$$

Onde: D_c = diâmetro da coluna; U = velocidade superficial do ar; ρ_{ar} = densidade do ar de saída. As taxas de evaporação (W_{evp}) foram calculadas através da Equação (4.14).

$$W_{evp} = W_{ar,s} \cdot (Y_s - Y_e) \quad (4.14)$$

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados estão divididos nas quatro Fases em que foi executada a pesquisa:

– Na primeira Fase (item 5.1), definiu-se o inerte a ser empregado nos processos de secagem em leito de jorro cônico-cilíndrico (foram testados PS, PP e PEBD), bem como o tipo de alimentação da pasta (atomização ou por gotejamento) e as condições operacionais que maximizaram a eficiência da produção de pó e minimizaram a degradação das antocianinas. Nesta etapa, empregou-se a pasta leite-polpa de amora na razão fixa 25%: 75% (V/V) com o objetivo de obter um produto com maior concentração da fruta (antocianinas);

– Na segunda Fase desta pesquisa (item 5.2), o objetivo foi a elaboração e secagem de pastas com diferentes razões leite-polpa de amora visando à melhoria dos parâmetros de desempenho do processo. A partir da pasta leite-polpa de amora correspondente à maior eficiência de produção de pó, empregaram-se os adjuvantes (caseína, óleo de palma e maltodextrina) com o intuito de avaliar a influência dessas adições no desempenho do processo. Analisou-se, ainda, a influência das características físicas e físico-químicas das diferentes pastas na dinâmica do leito e no desempenho do processo;

– A terceira Fase (item 5.3) consistiu na caracterização físico-química do pó proveniente da pasta que resultou na maior eficiência de produção de pó, estudo preliminar das alterações físico-químicas deste pó durante o período de armazenamento e análise geral do processo de secagem da pasta leite-polpa de amora em leito de jorro cônico-cilíndrico (cinética de retenção de material sobre a superfície dos inertes, massa de pó coletada em função do tempo de processo, eficiência de produção de pó em função do tempo de processo, curvas de secagem);

– A quarta Fase (item 5.4) reporta os resultados obtidos durante o estágio realizado no *Chemical and Biological Engineering Department – The University of British Columbia*: projeto do leito de jorro retangular com dupla fenda; construção da linha de secagem; análise fluidodinâmica empregando diferentes tipos de inertes (PVC, PS e PEAD); influência do tipo de inerte e das condições operacionais nos parâmetros de desempenho do processo de secagem das pastas leite reconstituído e leite-polpa de amora (25%: 75% (m/m)); efeitos da adição das pastas nos parâmetros fluidodinâmicos durante o processo de secagem.

5.1 Estudo da influência das variáveis operacionais no desempenho do processo de secagem e conservação do teor de antocianinas

5.1.1 Características físicas dos inertes

Os inertes foram caracterizados quanto à forma, tamanho (d_p), esfericidade (Φ), densidade *bulk* (ρ_{bulk}), densidade real (ρ_{real}), energia de superfície (γ_{sv}) e porosidade do leito (ϵ_{lf}), conforme metodologia descrita no Capítulo 4. A Tabela 5.1 apresenta as características físicas das partículas de polietileno de baixa densidade (PEBD), polipropileno (PP) e poliestireno (PS).

Tabela 5.1: Caracterização física das partículas de recheio.

Material	PEBD	PP	PS
Forma	irregular (<i>pellet</i>)	irregular (<i>pellet</i>)	Lenticular
d_p (mm) ^a	3,54 ± 0,16	3,14 ± 0,18	5,19 ± 0,26
Φ ^a	0,78 ± 0,05	0,74 ± 0,06	0,87 ± 0,03
ρ_{bulk} (kg/m ³) ^b	592,3 ± 5,6	610,5 ± 6,3	663,2 ± 4,6
ρ_{real} (kg/m ³) ^b	918,3 ± 0,6	907,8 ± 0,5	1051,9 ± 1,2
γ_{sv} (N/m) x 10 ³	30	30	32
ϵ_{lf} (%)	36,58	39,25	36,85

^adesvio padrão; ^bdesvio médio

Inicialmente empregou-se a pasta composta por 25% de leite reconstituído altamente concentrado e 75% de polpa de amora (V/V), ou 25,3% de leite reconstituído altamente concentrado e 74,7% de polpa de amora (m/m). Embora a adição de leite na pasta acarrete em uma maior concentração de açúcares redutores (lactose), o que poderia interferir negativamente na estabilidade e desempenho do processo de secagem, a gordura presente no leite integral atenua tais efeitos; além disso, na literatura existem dados indicando a viabilidade do processo de secagem, em leite de jorro, de leite em altas concentrações (MEDEIROS, 2010; OCHOA-MARTINEZ *et alli*, 1993; ROCHA *et alli*, 2011). Na escolha da composição da pasta para início deste trabalho, optou-se por utilizar uma grande quantidade de fruta, o que acarreta em forte

influência da composição química da polpa de amora preta sobre o processo, algo ainda não referenciado e que agrega ao produto (pó) maior teor de antocianinas.

5.1.2 Fluidodinâmica

Como já abordado, gráficos de queda de pressão (ΔP) em função da vazão mássica de ar de jorro (W_{ar}) foram construídos com o propósito de determinar os parâmetros fluidodinâmicos (vazão mássica de jorro mínimo (W_{jm}), queda de pressão máxima do leito (ΔP_M) e queda de pressão de jorro estável (ΔP_S)) e operacionais para o processo de secagem, com a finalidade de operar em regime fluidodinâmico estável.

A carga de sólidos foi determinada a partir do trabalho de Donida (2004), uma vez que foram empregados os mesmos tipos de sólidos em leito de jorro com configuração geométrica semelhante. Através de ensaios preliminares, optou-se por utilizar carga de sólidos de 1,4 kg, para os três inertes (polipropileno, poliestireno e polietileno de baixa densidade) trabalhando, assim, em leito cônico-cilíndrico. A análise fluidodinâmica, em duplicata, foi conduzida sem atomização de ar sobre o leito.

Com o intuito de verificar uma possível influência da temperatura nos parâmetros fluidodinâmicos, foram obtidas curvas a diferentes temperaturas, para as partículas de polipropileno, Figuras 5.1 a 5.6.

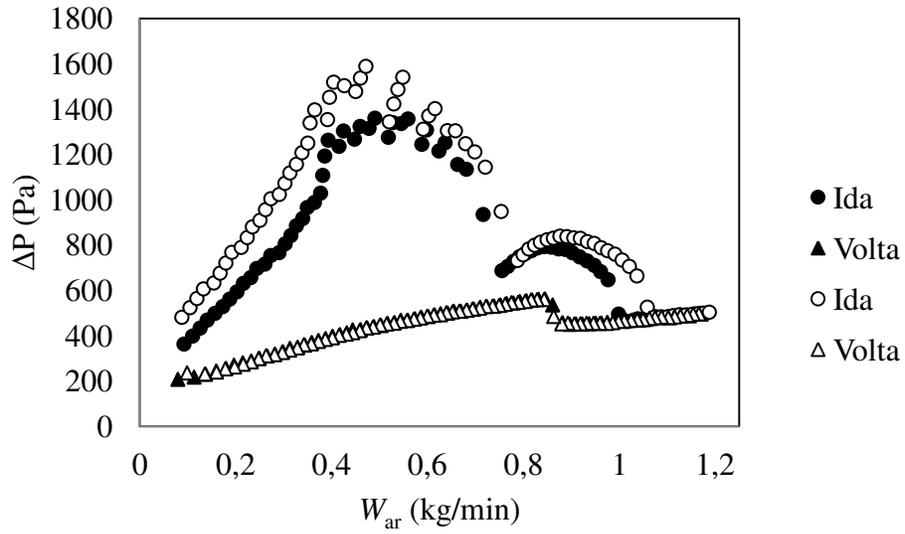


Figura 5.1: Curva fluidodinâmica do leito de partículas de PP, carga de 1,4 kg e temperatura de 23 °C.

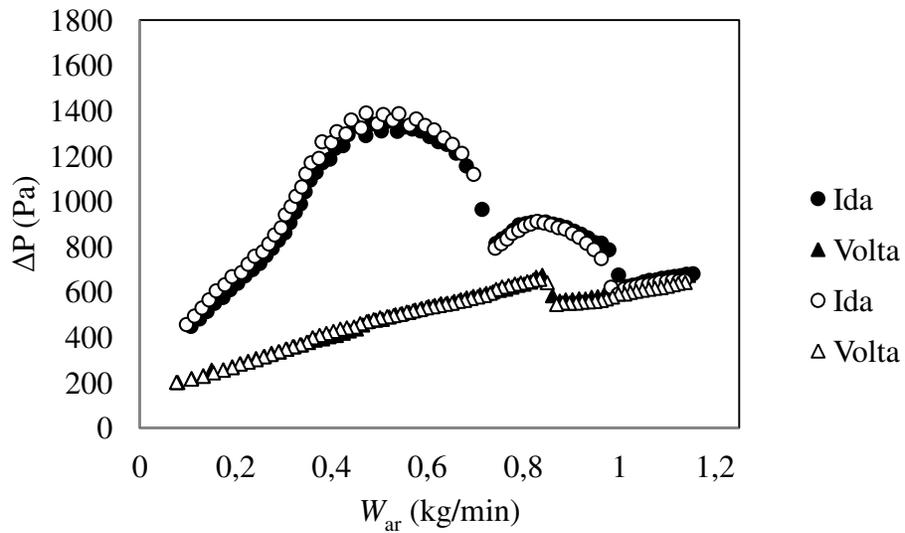


Figura 5.2: Curva fluidodinâmica do leito de partículas de PP, carga de 1,4 kg e temperatura de 60 °C.

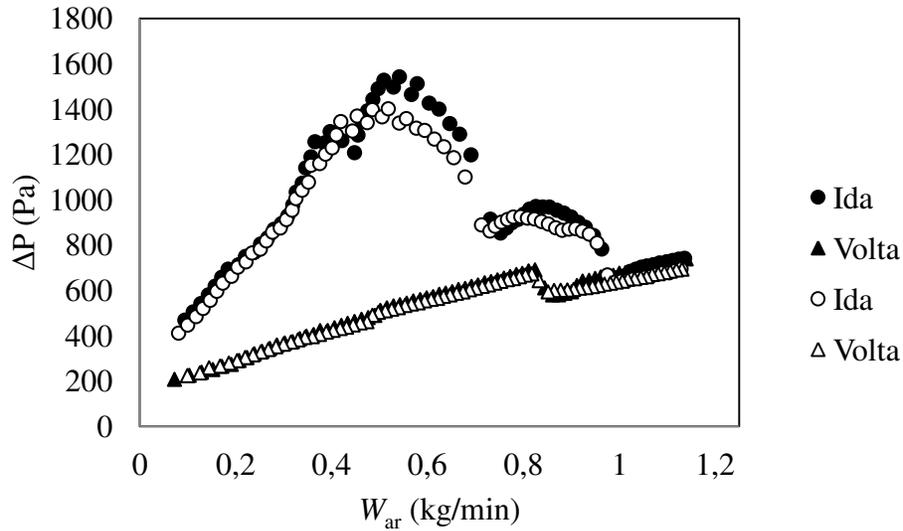


Figura 5.3: Curva fluidodinâmica do leito de partículas de PP, carga de 1,4 kg e temperatura de 70 °C.

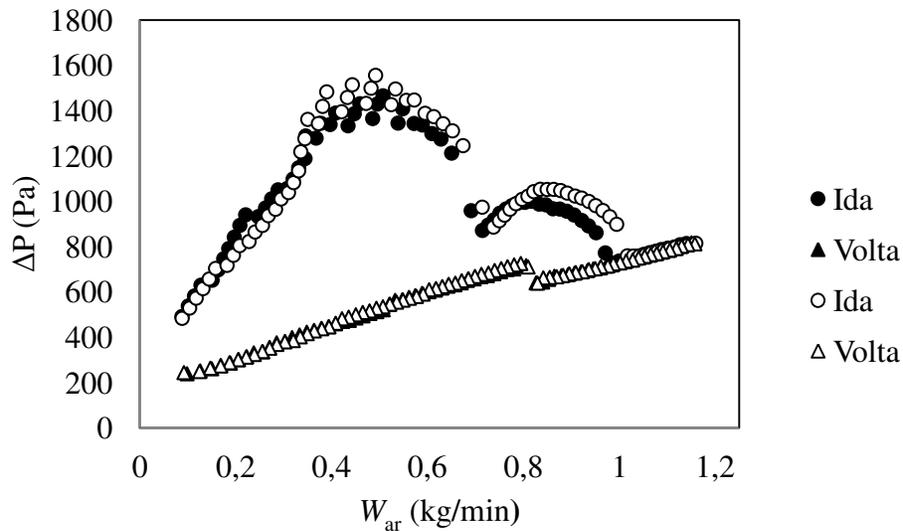


Figura 5.4: Curva fluidodinâmica do leito de partículas de PP, carga de 1,4 kg e temperatura de 80 °C.

A partir das médias dos valores experimentais de queda de pressão e vazão do ar para cada temperatura investigada, foram construídas a Figura 5.5 e a Figura 5.6, para vazões crescentes e decrescentes, respectivamente, e temperaturas de 23 °C (1), 60 °C (2), 70 °C (3) e 80

°C (4). Na Tabela 5.2 são mostrados os valores médios dos parâmetros fluidodinâmicos vazão de ar de jorro mínimo, queda de pressão de jorro mínimo e queda de pressão máxima.

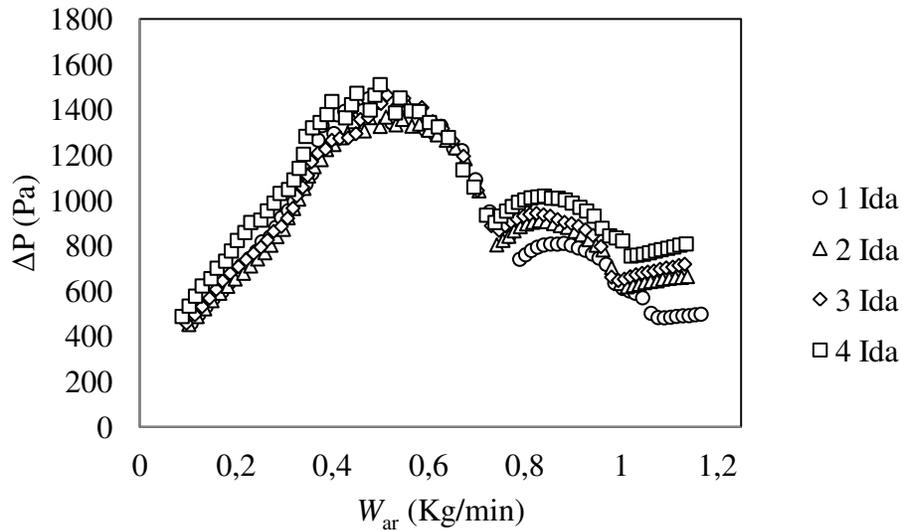


Figura 5.5: Curva fluidodinâmica de vazão crescente do leito de partículas de PP, carga de 1,4 kg e temperatura: 1 (23 °C); 2 (60 °C); 3 (70 °C); 4 (80 °C).

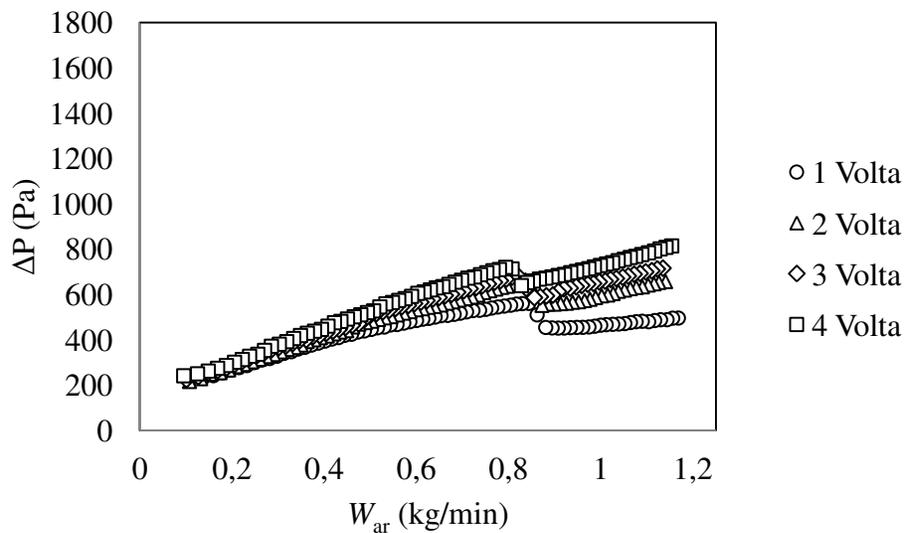


Figura 5.6: Curva fluidodinâmica de vazão decrescente do leito de partículas de PP, carga de 1,4 kg e temperatura: 1 (23 °C); 2 (60 °C); 3 (70 °C); 4 (80 °C).

Tabela 5.2: Valores médios de W_{jm} , ΔP_{jm} e ΔP_M para diferentes temperaturas, $M= 1,4$ kg de PP.

T_e (°C)	W_{jm} (kg/min)	ΔP_{jm} (Pa)	ΔP_M (Pa)
23	0,87	471,4	1474,6
60	0,86	564,3	1371,2
70	0,85	587,0	1472,1
80	0,82	639,8	1510,9

Analisando a Figura 5.6 e a Tabela 5.2, constatou-se que não houve influência significativa da variação da temperatura sobre a vazão de jorro mínimo e queda de pressão máxima. Verificou-se um aumento da queda de pressão de jorro mínimo com o aumento da temperatura. Entretanto, outras curvas fluidodinâmicas foram construídas antecedendo os ensaios de secagem, observando-se valores de ΔP_{jm} com desvios de até 25,2% em relação aos valores inicialmente encontrados (Tabela 5.2). Portanto, não foi possível relacionar o aumento da temperatura com o aumento da queda de pressão para o polipropileno.

Desta forma, as curvas fluidodinâmicas com o PS e com o PEBD foram obtidas a uma única temperatura do ar de entrada. Nas Figuras 5.7 e 5.8 são apresentadas as curvas com o PS e PEBD a 60 °C, respectivamente.

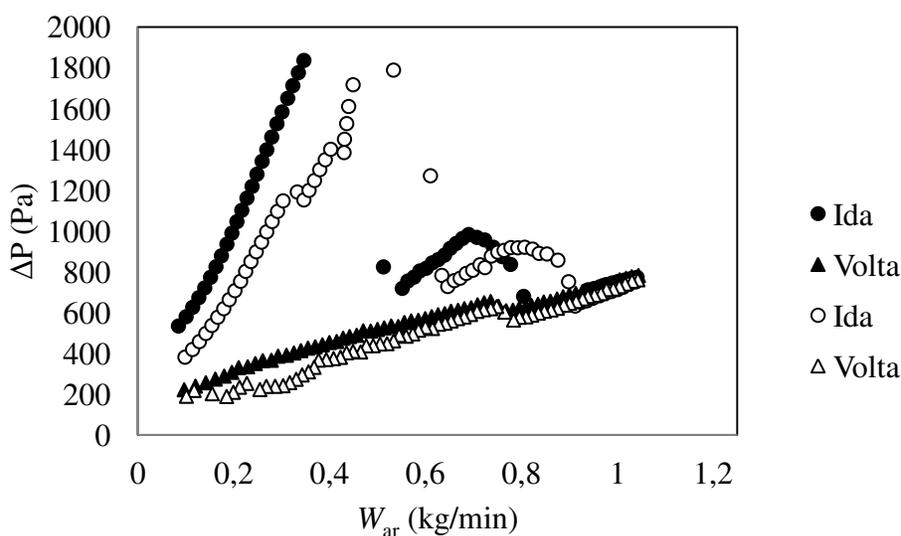


Figura 5.7: Curva fluidodinâmica do leito de partículas de PS, carga de 1,4 kg e temperatura de 60 °C.

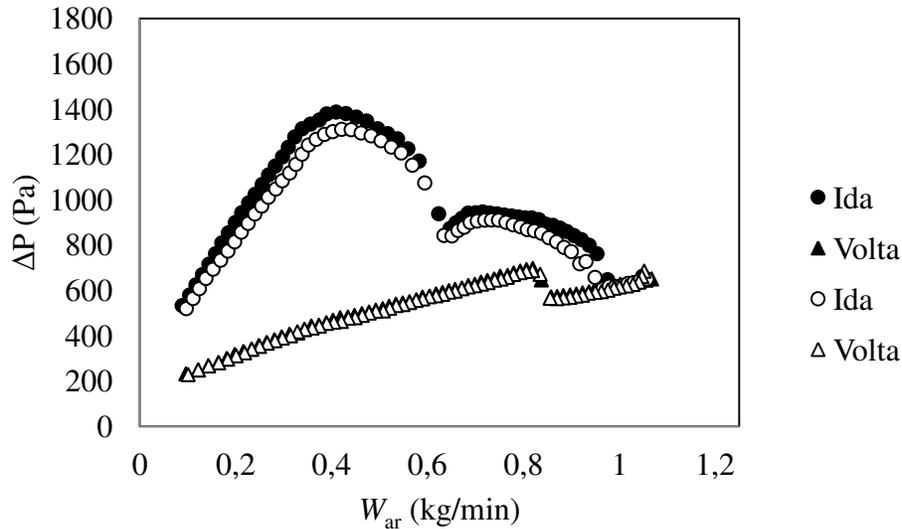


Figura 5.8: Curva fluidodinâmica do leito de partículas de PEBD, carga de 1,4 kg e temperatura de 60 °C.

Analisando as Figuras 5.1 a 5.8 foi possível constatar que as curvas fluidodinâmicas possuem perfis típicos de leito de jorro segundo Mathur e Epstein (1974). A partir das curvas de vazão crescente (ida), a queda de pressão máxima do leito pode ser identificada para cada inerte. A vazão mássica de jorro mínimo e a queda de pressão de jorro estável foram obtidas das curvas de vazão decrescente (volta).

A Tabela 5.3 apresenta os valores médios dos parâmetros fluidodinâmicos W_{jm} , ΔP_{jm} e ΔP_M , para o polipropileno, poliestireno e polietileno de baixa densidade.

Para o polipropileno e o polietileno de baixa densidade, foram obtidos valores médios de queda de pressão máxima (ΔP_M) de 1371,2 e 1349,0 Pa, e vazões de jorro mínimo (W_{jm}) iguais a 0,87 e 0,86 kg/min, respectivamente. Analisando a mesma carga de inerte ($M= 1,4$ kg), Donida (2004) obteve valores de ΔP_M de 1089 e 1054 Pa e W_{jm} de 0,64 e 0,65 kg/min, para o PP e o PEBD, respectivamente. Uma vez que se empregaram os mesmos inertes e o mesmo leito, diferindo apenas quanto ao diâmetro do orifício de entrada (3 cm – 5 cm), a diferença dos valores dos parâmetros fluidodinâmicos é um indicativo da influência da geometria do leito. Entretanto, verifica-se que os valores são da mesma ordem de grandeza.

Com o intuito de trabalhar sob condições fluidodinâmicas estáveis, empregou-se nos ensaios de secagem, vazão mássica do ar de entrada de $1,2.W_{jm}$, resultando em satisfatória altura da fonte e circulação dos inertes (PS, PP, PEBD) no leito.

Tabela 5.3: Valores médios de W_{jm} , ΔP_{jm} e ΔP_M para os três inertes a $T_e = 60$ °C.

Inerte	W_{jm} (kg/min)	DM	ΔP_{jm} (Pa)	DM	ΔP_M (Pa)	DM
PP	0,86	0,004	564,3	19,19	1371,2	18,80
PS	0,79	0,000	595,1	17,36	1813,2	23,73
PEBD	0,86	0,000	568,7	4,82	1349,0	38,04

DM= desvio médio

5.1.3 Influência da pasta sobre a fluidodinâmica após o processo

Após o término dos ensaios de secagem, conforme prescrito na Tabela 4.1, analisou-se a influência da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)) sobre os parâmetros fluidodinâmicos W_{jm} e ΔP_s , comparando as curvas de vazão decrescente obtidas antes e após o processo (Figuras 5.9 a 5.15 e Apêndice A). O procedimento consistiu em: após cessar a alimentação da pasta, manteve-se o ar de jorro por 20 min; em seguida, o fornecimento de ar foi interrompido e, posteriormente, as curvas fluidodinâmicas a velocidade decrescente foram construídas.

De forma geral, constatou-se que não houve significativa variação da queda de pressão de jorro estável. Em relação à W_{jm} ocorreram, em alguns casos o aumento e em outros a diminuição em relação ao valor inicial (antes do processo), sendo a variação máxima encontrada de 9,69%, apresentado na Figura 5.13. Entretanto, devido à complexidade do processo as variações dos valores de W_{jm} não foram consideradas significativas.

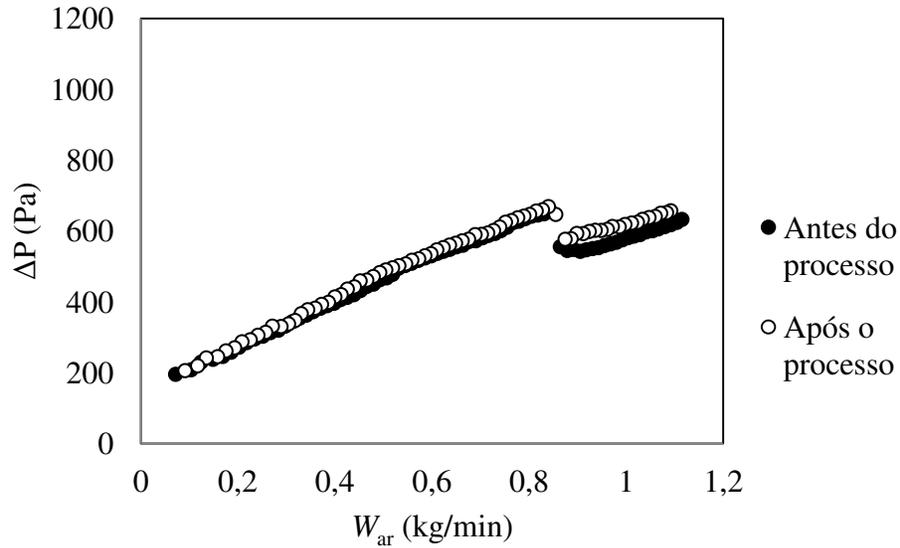


Figura 5.9: Curva fluidodinâmica com vazões decrescentes, PP, após Ensaio A.1 ($W_f= 2$ mL/min, $P_{at}= 10$ psig e $T_e= 60$ °C).

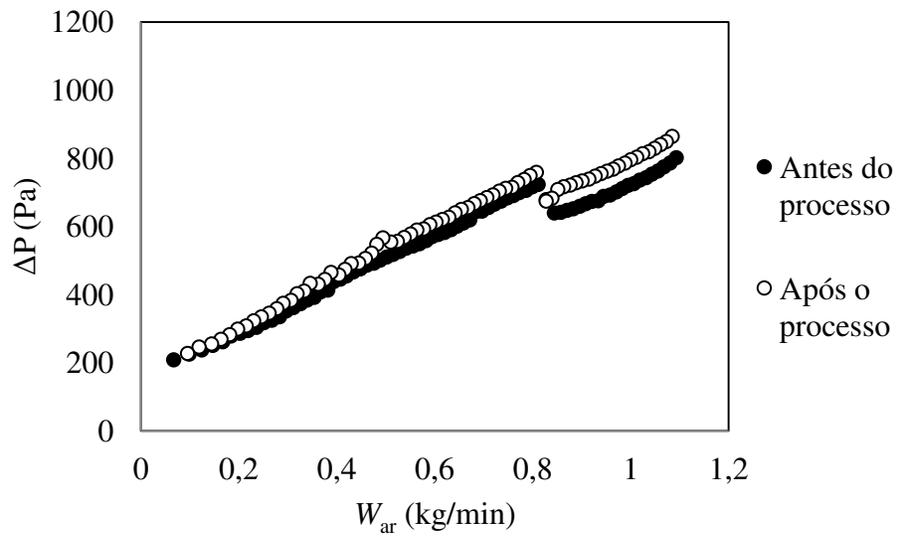


Figura 5.10: Curva fluidodinâmica com vazões decrescentes, PP, após Ensaio A.6 ($W_f= 4$ mL/min, $P_{at}= 20$ psig e $T_e= 60$ °C).

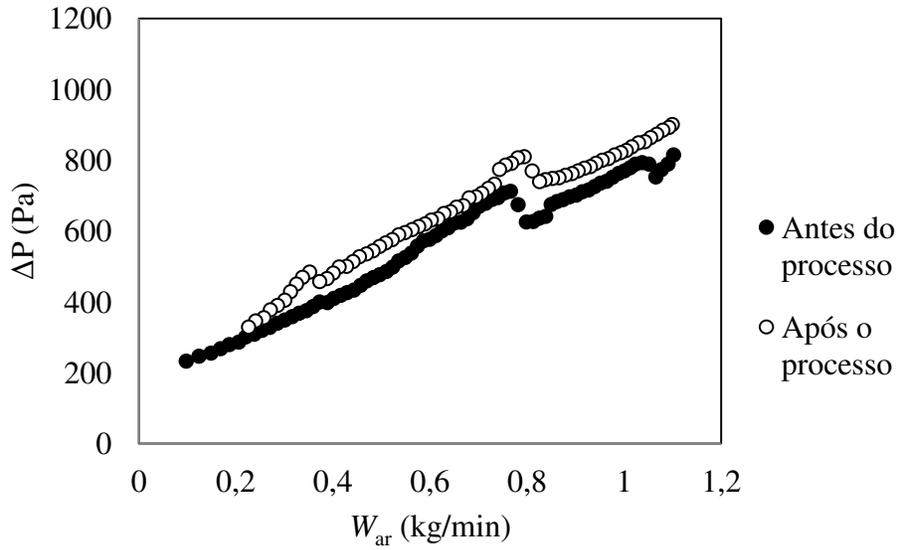


Figura 5.11: Curva fluidodinâmica com vazões decrescentes, PP, após Ensaio A.3 ($W_f=2$ mL/min, $P_{at}=10$ psig e $T_e=80$ °C).

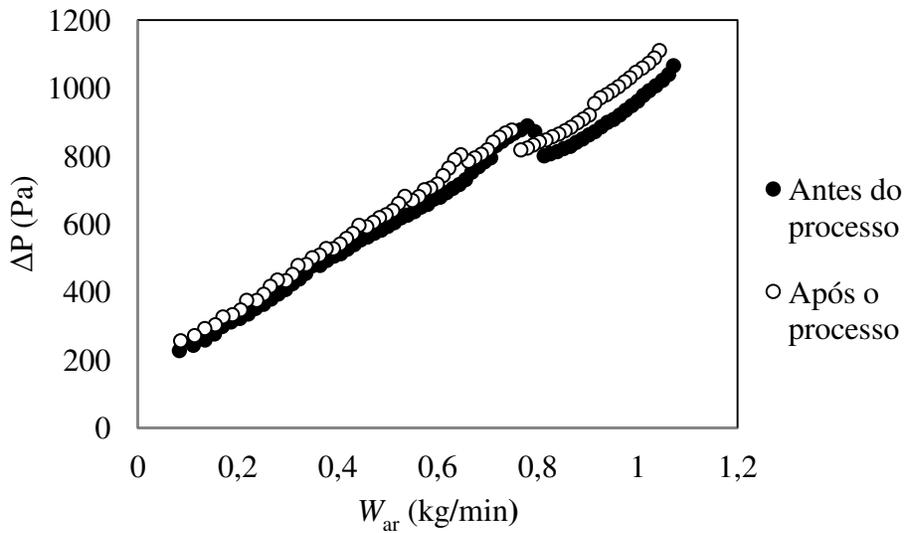


Figura 5.12: Curva fluidodinâmica com vazões decrescentes, PP, após Ensaio A.7 ($W_f=4$ mL/min, $P_{at}=10$ psig e $T_e=80$ °C).

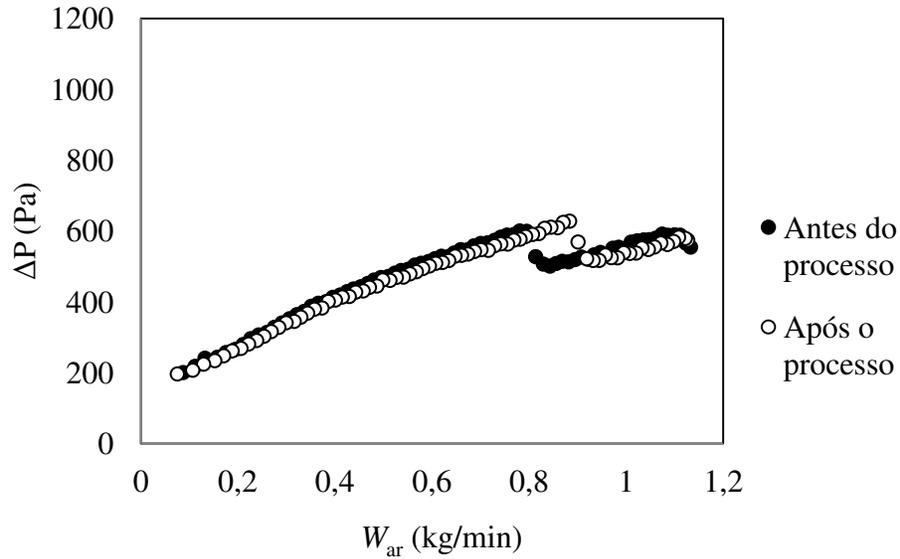


Figura 5.13: Curva fluidodinâmica com vazões decrescentes, PP, após Ensaio A.12 ($W_f=2$ mL/min, alimentação gotejante e $T_e=60$ °C).

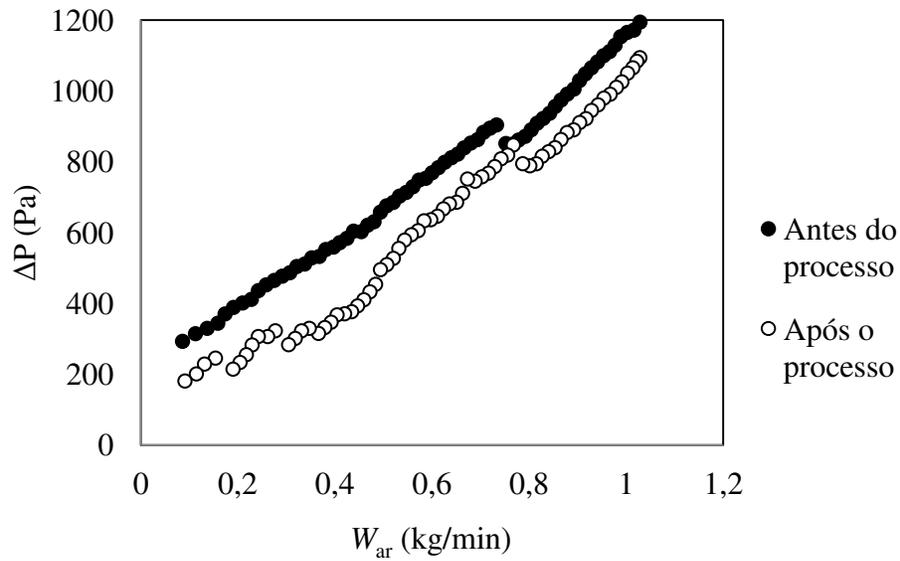


Figura 5.14: Curva fluidodinâmica com vazões decrescentes, PS, após Ensaio A.14 ($W_f=2$ mL/min, alimentação gotejante e $T_e=60$ °C).

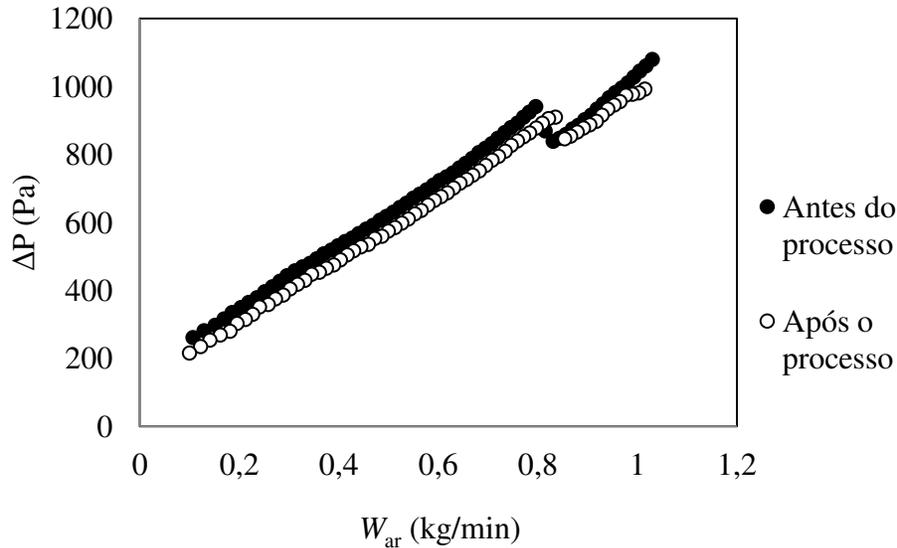


Figura 5.15: Curva fluidodinâmica com vazões decrescentes, PEBD, após Ensaio A.16 ($W_f=2$ mL/min, alimentação gotejante e $T_e=60$ °C).

Alsina *et alli* (1996) analisaram o efeito da presença de polpa de acerola sobre os parâmetros fluidodinâmicos (ΔP_M , ΔP_{jm} e U_{jm}) empregando como inertes partículas de PS. Após o termino da alimentação da pasta sobre o leito, acompanhava-se a secagem por mais 15 min e então o equipamento era desligado. Logo após, as curvas fluidodinâmicas eram construídas. Os autores observaram que para altura de leito fixo $H=0,18$ m (região cônica), o aumento da porcentagem de polpa resultou no aumento da ΔP_M ; para $H=0,23$ m (região de interface cônica-cilíndrica), o resultado foi oposto e, para $H=0,28$ m (região cônica-cilíndrica) não foi observado efeito significativo. Analisando as curvas de velocidade decrescente, constatou-se que a ΔP_{jm} aumentou com o aumento da porcentagem de polpa, enquanto para U_{jm} não ocorreram variações significativas.

Como já abordado anteriormente, item 3.3.1, os resultados obtidos para a velocidade de jorro mínimo e queda de pressão, frente ao processo de secagem, são contraditórios mesmo quando se empregou a mesma pasta (BACELOS *et alli*, 2005; PASSOS e MUJUMDAR, 2000; PATEL *et alli*, 1986; SCHNEIDER e BRIDWATER, 1993). Torna-se importante ressaltar que a despeito da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)) e das condições operacionais empregadas, operou-se em regime estável durante todo o período de processo, o que pode ter atenuado os efeitos sobre os parâmetros fluidodinâmicos W_{jm} e ΔP_{jm} .

5.1.4 Análise da influência da pasta sobre a queda de pressão no leito durante o processo de secagem

A influência da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)) sobre a queda de pressão foi acompanhada durante todo o processo de secagem. As condições operacionais dos ensaios de secagem analisados se encontram na Tabela 4.1. Definiu-se a vazão do ar de entrada $W_{ar} = 1,2.W_{jm}$ para todos os ensaios e, a partir desta vazão, determinou-se a respectiva queda de pressão no leito antes do processo. Os pontos de queda de pressão durante os ensaios foram obtidos através do sistema de aquisição de dados descrito no item 4.5.1. As Figuras 5.16 a 5.22 apresentam a razão queda da pressão no tempo-queda de pressão inicial ($\Delta P_i/\Delta P_0$), em função do tempo.

As Figuras 5.16 a 5.18 mostram os resultados dos ensaios com atomização da pasta e o polipropileno como inerte (Ensaio A.1 a A.11).

Observou-se um aumento da queda de pressão com a adição da polpa logo nos 5 primeiros minutos de processo. Durante os experimentos, verificaram-se diferentes comportamentos: para os Ensaios A.1, A.2, A.3, A.5, A.6, A.7, A.10 e A.11 a queda de pressão se manteve estável; para o Ensaio A.4 houve um progressivo aumento da queda de pressão; para o Ensaio A.8 ocorreu um progressivo decréscimo da queda de pressão; e para o Ensaio A.9 ocorreram oscilações durante o processo. Constatou-se que para a condição operacional fixa (Ensaios A.9, A.10 e A.11), a queda de pressão se manteve sempre acima da queda de pressão inicial.

Comparando-se os experimentos realizados sob mesmas condições de P_{at} e T_e (Ensaios: A.1 e A.5; A.2 e A.6; A.3 e A.7; A.4 e A.8), e com diferentes W_f (2 mL/min e 4 mL/min), foi possível observar o efeito da vazão de alimentação sobre a razão $\Delta P_i/\Delta P_0$. Para vazão de alimentação de 4mL/min, a razão $\Delta P_i/\Delta P_0$ foi menor quando comparada a razão $\Delta P_i/\Delta P_0$ proveniente dos ensaios com vazão de alimentação de 2 mL/min. A diminuição da queda de pressão em função do aumento da vazão de alimentação pode ser um indicativo de instabilidade fluidodinâmica provocada pelo aumento de pasta no leito. Resultados semelhantes podem ser encontradas na literatura (MEDEIROS, 2001; SPITZNER NETO, 2002; CUNHA, 1999).

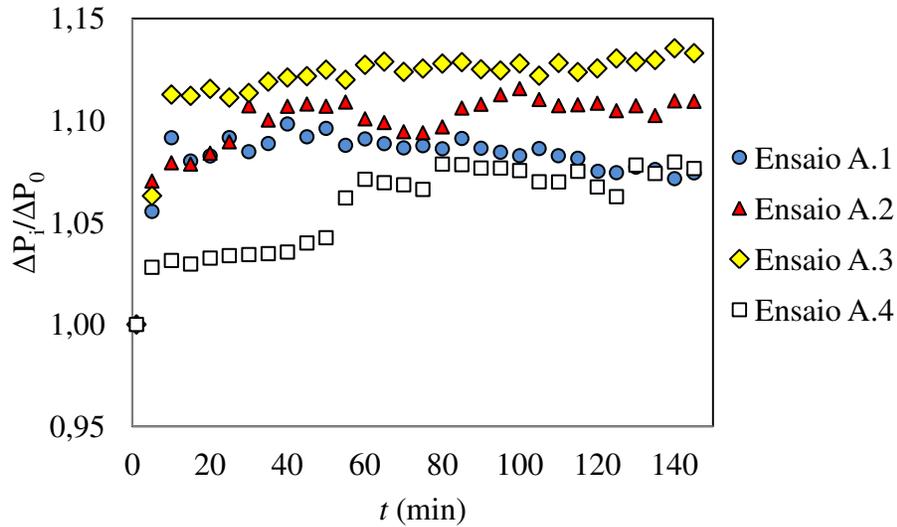


Figura 5.16: Queda de pressão em função do tempo com o PP, durante a secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)): A.1 ($W_f = 2$ mL/min, $P_{at} = 10$ psig, $T_e = 60$ °C); A.2 ($W_f = 2$ mL/min, $P_{at} = 20$ psig, $T_e = 60$ °C); A.3 ($W_f = 2$ mL/min, $P_{at} = 10$ psig, $T_e = 80$ °C); A.4 ($W_f = 2$ mL/min, $P_{at} = 20$ psig, $T_e = 80$ °C).

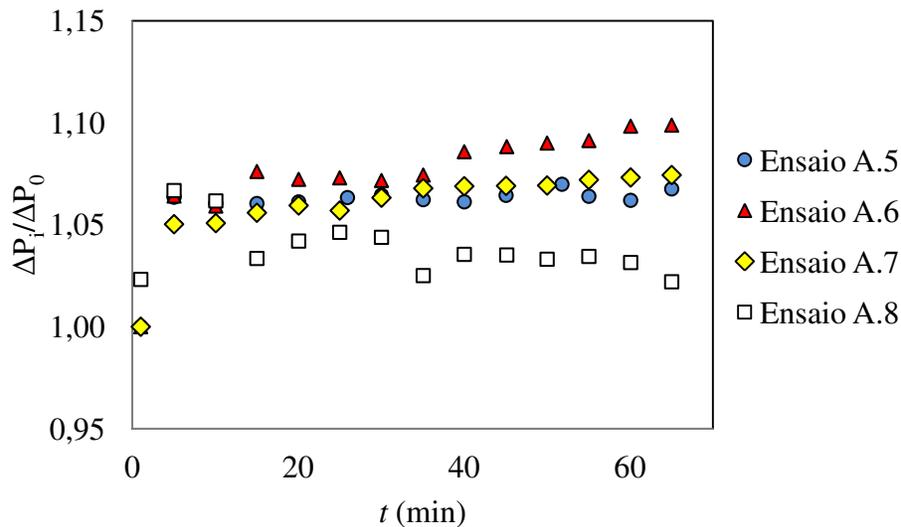


Figura 5.17: Queda de pressão em função do tempo com o PP, durante a secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)): A.5 ($W_f = 4$ mL/min, $P_{at} = 10$ psig, $T_e = 60$ °C); A.6 ($W_f = 4$ mL/min, $P_{at} = 20$ psig, $T_e = 60$ °C); A.7 ($W_f = 4$ mL/min, $P_{at} = 10$ psig, $T_e = 80$ °C); A.8 ($W_f = 4$ mL/min, $P_{at} = 20$ psig, $T_e = 80$ °C).

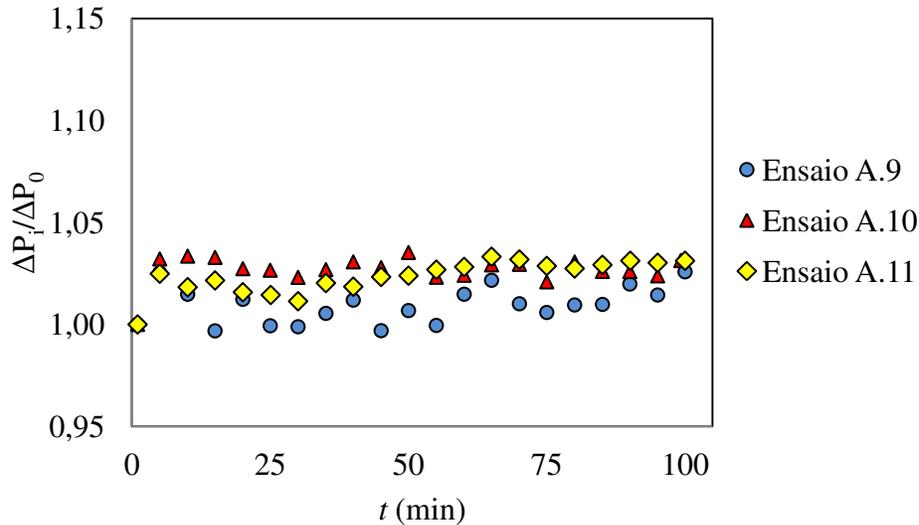


Figura 5.18: Queda de pressão em função do tempo com o PP, durante a secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)): Ensaios A.9, A.10 e A.11 ($W_f = 3$ mL/min, $P_{at} = 15$ psig, $T_e = 70$ °C).

Analisando os ensaios nos quais se empregou alimentação por gotejamento, Figuras 5.19 a 5.21 (Ensaios A.12 a A.17), também se observou distintos comportamentos em relação à queda de pressão. Para o PP, Figura 5.19, a queda de pressão inicialmente aumentou, e a partir dos 20 minutos de processo se manteve abaixo da queda de pressão inicial. Para o PEBD, Figura 5.21, a queda de pressão aumentou e a partir dos 20 min de processo se manteve relativamente estável, com tênue diminuição. Os resultados para o PS, Figura 5.20, demonstraram uma acentuada queda de pressão durante todo o período do processo.

Para efeito de comparação, realizou-se a secagem da pasta usando o PS como inerte e alimentação por atomização, Figura 5.22. Observou-se queda de pressão oscilatória, porém acima da queda de pressão inicial. Observaram-se características distintas do leito de partículas durante a realização dos ensaios de secagem. Para os ensaios empregando o PS e o PP e alimentação por atomização, ocorreu a formação de película sobre a superfície dos inertes. Para os ensaios empregando o PS e o PP e alimentação por gotejamento, observou-se acentuada presença de pó no leito, e fracamente aderido a superfície dos inertes. Para o PEBD e alimentação por gotejamento, observou-se grande aderência da pasta sobre a superfície das partículas, porém não houve uma completa formação de película, nem acentuada presença de pó no leito. Essas

diferenças de comportamento com relação à retenção do material sobre os inertes justificam os diferentes comportamentos das quedas de pressão do leito.

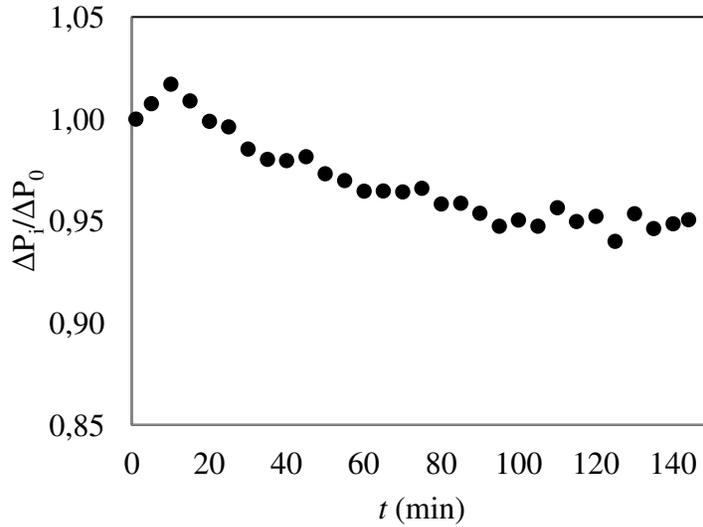


Figura 5.19: Queda de pressão em função do tempo com o PP, durante a secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)): Ensaio A.12 ($W_f = 2$ mL/min, alimentação gotejante e $T_e = 60$ °C).

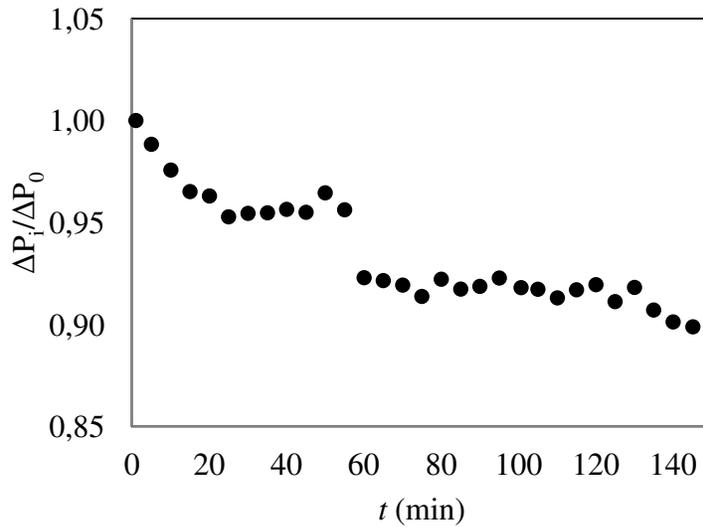


Figura 5.20: Queda de pressão em função do tempo com o PS, durante a secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)): Ensaio A.14 ($W_f = 2$ mL/min, alimentação gotejante e $T_e = 60$ °C).

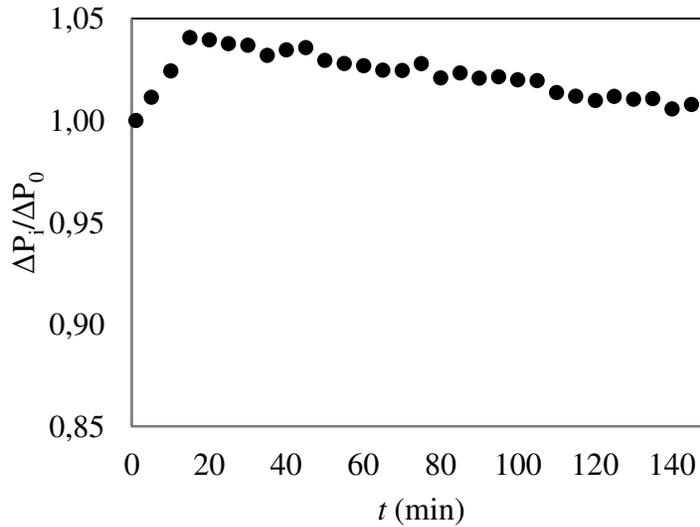


Figura 5.21: Queda de pressão em função do tempo com o PEBD, durante a secagem da pasta leite-polpa de amora (25 %: 75 % (V/V)): Ensaio A.17 ($W_f= 2$ mL/min, alimentação gotejante e $T_e= 60$ °C).

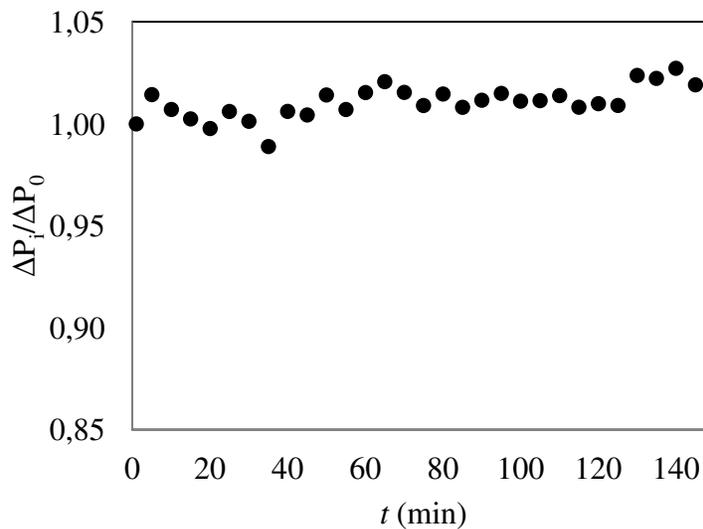


Figura 5.22: Queda de pressão em função do tempo com o PS, durante a secagem da pasta leite-polpa de amora (25 %: 75 % (V/V)): ($W_f= 2$ mL/min, $P_{at}= 10$ psig e $T_e= 60$ °C).

Como já abordado no item 3.3.1, vários autores encontraram diferentes comportamentos em relação à queda de pressão durante o processo de secagem de pastas. Segundo Patel *et alli* (1986) e Schneider e Bridgwater (1993), a diminuição da queda de pressão está relacionada ao

aumento das forças de interação entre as partículas e à gradual diminuição da vazão de ar na região anular na medida em que a pasta é adicionada ao leite, canalizando o ar para a região do jorro, reduzindo a queda de pressão total. Segundo Rocha *et alli* (2011), ignorando o efeito no início da alimentação, a influência da pasta na dinâmica do leite está relacionada à retenção do pó sobre a superfície da partícula (formação de pontes sólidas). Segundo Passos e Mujumdar (2000), o aumento e o decréscimo da queda de pressão são atribuídos a duas diferentes interações interpartículas: a primeira associada ao baixo conteúdo de líquido que atuaria como lubrificante, facilitando a circulação das partículas e diminuindo a queda de pressão; a segunda, associada à alta concentração de umidade no leite, acarretando a formação de pontes líquidas entre as partículas e, assim, dificultando a movimentação no leite.

É importante ressaltar novamente que em todos os ensaios, operou-se em regime fluidodinâmico estável com vazões de alimentação abaixo da vazão de saturação do leite. Com a formação de película sobre a superfície dos inertes, a queda de pressão aumentou ou permaneceu ligeiramente acima da queda de pressão inicial. Para leitos com alta concentração de pó, a queda de pressão durante o processo de secagem permaneceu abaixo da queda de pressão inicial. Observou-se, visualmente, uma ligeira diminuição da velocidade de circulação das partículas.

5.1.5 Caracterização do sistema sólido-suspensão-ar

Os parâmetros de molhabilidade e força de adesão foram determinados pelo ângulo de contato e tensão superficial da pasta leite-polpa de amora (25 %: 75 % (V/V)). Devido à necessidade de se utilizar superfícies planas para medidas de ângulo de contato no goniômetro descrito no Capítulo 4, utilizaram-se filmes de PEBD, PP e PS obtidos por fusão de 2 g de inertes em prensa térmica (Carver AccumStamp, modelo 3986, marca Fred e Carver Inc. USA). A Tabela 5.4 apresenta os valores de ângulo de contato (θ) e trabalho de adesão (W_{ad}) para os sólidos empregados.

Analisando os valores de ângulo de contato para o sistema sólido-pasta-ar, observa-se que os mesmos não apresentaram significativa variação para os diferentes sistemas utilizados. Tal fato está relacionado à baixa energia superficial dos três materiais, que apresentam valores de mesma ordem de grandeza, Tabela 5.1. A fim de comparação, o vidro, material usualmente

empregado como inerte particulado em leito de jorro, possui energia superficial considerada alta ($\gamma_{sv} = 85 \text{ mN/m}$).

Tabela 5.4: Ângulo de contato e trabalho de adesão para a pasta leite-polpa de amora (25 %: 75 % (V/V)).

Análise	PEBD	PP	PS
θ ($^\circ$)	$71,7 \pm 2,5$	$74,6 \pm 2,0$	$74,5 \pm 2,8$
W_{ad} (mN/m)	57,4	55,3	55,3

Entretanto, todos os valores de ângulo de contato se mantiveram na faixa de 70° , limite para favorecer a ocorrência do processo de secagem da pasta e recobrimento das partículas (BRAGA e ROCHA, 2011; ROCHA *et alli*, 2009; VIEIRA *et alli*, 2004). Ou seja, não foi possível determinar o melhor inerte para conduzir a secagem apenas se baseando nos valores de ângulo de contato dos sistemas sólido-pasta analisados.

Relacionando a tensão superficial da pasta e o ângulo de contato é possível estimar a força de adesão da pasta sobre os inertes, quantificada através do trabalho de adesão, Tabela 5.4. Segundo Neumann e Good (1979), altos valores de trabalho de adesão indicam boa receptividade do líquido pelo sólido, enquanto valores baixos indicam baixo molhamento e, conseqüentemente, pobre adesão, ideal para a secagem. Partindo deste princípio, observou-se que independente do polímero utilizado, os valores de W_{ad} se mantiveram baixos e na mesma ordem de grandeza.

Todavia, não foi possível definir o melhor inerte a ser empregado apenas com base nos resultados de molhabilidade e adesão, que se mantiveram na mesma ordem de grandeza. Outros fatores como geometria, rugosidade e esfericidade das partículas inertes também influenciam o desempenho do processo, além das condições de operação.

5.1.6 Resultados de desempenho do processo

O polipropileno (PP) foi escolhido, arbitrariamente, como o inerte para iniciar a investigação da influência de três variáveis operacionais temperatura do ar de entrada (T_e), pressão de atomização (P_{at}) e vazão de alimentação da pasta (W_f), na eficiência da produção de pó (ξ), retenção de material sobre a superfície dos inertes (ψ) e massa de sólidos perdida durante

os ensaios de secagem (*P*). Para tanto, uma matriz de planejamento com ponto central foi construída, Tabela 5.5. Além disso, o ângulo de repouso e a umidade do pó foram determinados para todos os ensaios.

A partir de testes preliminares, fixou-se a alimentação em 300 mL de pasta por ensaio com o objetivo de operar em regime permanente de obtenção de pó, atenuando assim, a influência da variação inicial da obtenção de material sólido adicionado ao leite. Após o término da alimentação da pasta, a secagem se prolongava por mais 20 min com o objetivo de coletar o pó ainda desprendido do leite e dos inertes. É importante ressaltar que para vários ensaios, uma grande quantidade de material foi coletada após o fim da alimentação da pasta, sendo indispensável considerar esse período para o cálculo de eficiência do processo.

Com exceção dos experimentos A.1 e A.2, todos os ensaios apresentaram valores de retenção de material sobre a superfície dos inertes acima de 60%, indicando baixa eficiência de produção de pó e se caracterizando como eficientes processos de recobrimento, segundo literatura sobre recobrimento de fármacos (PORTER e HOGAN, 1984).

Analisando a Tabela 5.5, constatou-se que a eficiência aumentou com o decréscimo da vazão de alimentação da pasta. Para vazão de 2 mL/min (maior eficiência), observou-se o efeito negativo do aumento da temperatura (Ensaio A.3 e A.4), sem influência significativa da pressão de atomização (Ensaio A.1 e A.2). Em relação à perda de material (*P*), os valores variaram na faixa de 2,18 a 15,04%. Para os Ensaios A.1, A.2 e A.5, os de maiores perdas, observou-se a formação de uma fina película de material nas paredes do leito.

É importante ressaltar que a ocorrência da pegajosidade durante a secagem resulta diretamente no aumento da retenção de material sobre a superfície dos inertes e paredes do leito e do ciclone, afetando de forma negativa a eficiência de produção de pó e a estabilidade fluidodinâmica do regime de jorro. A temperatura de transição vítrea é usualmente empregada como um parâmetro para prever tal ocorrência durante o processo e armazenamento do produto. Normalmente, assume-se que o pó apresentará um comportamento pegajoso quando estiver submetido a uma temperatura de aproximadamente 20 °C acima de sua temperatura de transição vítrea (GIANFRANCESCO e KOCKEL, 2014). Como a pasta leite-polpa de amora é composta por matéria-prima rica em açúcares e ácidos, o aumento da temperatura do ar de jorro pode ter resultado no aumento da pegajosidade do pó, refletindo no desempenho do processo.

Tabela 5.5: Eficiência de produção de pó, retenção de sólidos sobre a superfície dos inertes, perdas, umidade do pó e ângulo de repouso após o processo (polipropileno).

Ensaio	Processo (W_f , T_e , P_{at})	ξ (%)	ψ (%)	P (%)	$U_{pó}$ (%)	θ_f (°)
A.1	2 mL/min, 60 °C, 10 psig	33,84	51,10	15,04	3,50	40 ± 1,6
A.2	2 mL/min, 60 °C, 20 psig	33,36	55,26	11,36	2,60	40 ± 0,9
A.3	2 mL/min, 80 °C, 10 psig	23,36	68,01	8,61	1,60	35 ± 1,5
A.4	2 mL/min, 80 °C, 20 psig	26,58	66,61	6,80	0,92	35 ± 2,0
A.5	4 mL/min, 60 °C, 10 psig	21,17	67,41	11,40	3,00	35±1,6
A.5*	4 mL/min, 60 °C, 10 psig	19,98	73,61	6,40	2,80	34±1,9
A.6	4 mL/min, 60 °C, 20 psig	8,91	85,99	4,71	3,12	35±1,8
A.7	4 mL/min, 80 °C, 10 psig	9,73	87,28	2,99	3,10	35±2,1
A.8	4 mL/min, 80 °C, 20 psig	14,4	79,63	5,90	2,19	35±2,0
A.9	3 mL/min, 70 °C, 15 psig	19,25	76,47	4,26	2,66	38±2,6
A.10	3 mL/min, 70 °C, 15 psig	20,44	77,36	2,18	2,13	38±2,2
A.11	3 mL/min, 70 °C, 15 psig	22,13	77,85	4,01	2,10	38±2,7

* replica; 170.300 Pa (10 psig), 204.774 Pa (15 psig) and 239.248 Pa (20 psig); ângulo de repouso inicial (θ_i)= 41° ±1,5°.

Medeiros (2010) estudou a secagem de leite de cabra em leito de jorro cônico-cilíndrico. Os parâmetros analisados com o intuito de maximizar a obtenção de pó foram: tipo de inerte (PP ou PEAD); tipo de alimentação do leite (gotejante ou atomizado); forma de alimentação do leite (contínuo ou intermitente). O autor observou grande perda de material devido à retenção no equipamento, chegando a 53,9%. Quanto à retenção de sólidos sobre os inertes, os valores variaram de 16,9 a 36,5%, muito inferior ao máximo encontrado para a pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)) empregando alimentação por atomização, 87,2%. Os resultados de eficiência de produção de pó variaram de 2,4 a 64,4%, sendo a melhor condição obtida quando se empregou: inerte PP; alimentação gotejante; processo contínuo. A utilização da alimentação por gotejamento resultou na diminuição da perda de pó com granulometria mais fina e, possivelmente, na diminuição da produção deste pó mais fino, refletindo no aumento da eficiência do processo.

A partir do trabalho de Medeiros (2010) e da melhor condição operacional encontrada em termos de eficiência de produção de pó, Tabela 5.5 Ensaio A.1 ($T_e = 60\text{ }^\circ\text{C}$ e $W_f = 2\text{ mL/min}$), estudou-se o processo de secagem da mesma pasta leite-polpa de amora com alimentação da pasta por gotejamento e empregando como inerte o PP, PS e PEBD. O intuito desta etapa do estudo foi definir o inerte e a condição operacional apropriada para a secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)), resultando em uma maior eficiência de produção de pó e, como critério de qualidade do produto, uma menor degradação das antocianinas.

A Tabela 5.6 apresenta os valores de eficiência de obtenção de pó, retenção de material sobre a superfície dos inertes, perdas, umidade do pó e ângulo de repouso, em duplicata, para os experimentos empregando alimentação por gotejamento. Verificou-se uma baixa eficiência de obtenção de pó para o processo empregando o PEBD ($\xi_{\text{média}} = 25,49\%$), Ensaios A.16 e A.17. Durante as corridas, visualizou-se uma grande aderência da pasta sobre a superfície dos inertes. Tal fato foi relacionado à geometria e à rugosidade das partículas inertes, permitindo o acúmulo e a aderência da pasta seca sobre a superfície das mesmas, $\psi_{\text{média}} = 73,05\%$.

Para o PP, Ensaios A.12 e A.13, observou-se um aumento da eficiência de produção de pó de aproximadamente 24,80% em relação ao processo usando atomização. A retenção de material sobre a superfície dos inertes não apresentou variações significativas e, a perda de material foi 6,8 vezes menor, quando comparada ao ensaio A.1. Entretanto, a eficiência média permaneceu abaixo de 60%, o que dificilmente resultaria em um processo viável.

Os resultados empregando como inerte o PS, Ensaios A.14 e A.15, apresentaram uma boa eficiência de processo ($\xi_{\text{média}} = 63,27\%$), da mesma ordem de grandeza da obtida por Medeiros (2010) para a secagem de leite de cabra por alimentação gotejante. Tal resultado se deve às características físicas dos inertes, superfície lisa e uniforme, reduzindo as zonas de acúmulo e estagnação de pasta. Durante os ensaios, visualizou-se grande produção de pó e uma tênue diminuição na velocidade de circulação das partículas. A retenção média foi baixa ($\psi_{\text{média}} = 25,72\%$). As perdas de material sólido se deram em decorrência do acúmulo da pasta nas paredes do leito. Concluiu-se, portanto, que o melhor inerte a ser empregado nos ensaios de secagem da pasta leite-amora foi o PS.

Tabela 5.6: Eficiência da produção de pó, retenção de sólidos sobre a superfície dos inertes, perdas, umidade do pó e ângulo de repouso após o processo (alimentação por gotejamento).

Ensaio	Processo (W_f , T_e , inerte)	ξ (%)	ψ (%)	P (%)	$U_{pó}$ (%)	θ_f (°)
A.12	2 mL/min, 60 °C, PP	45,37	52,23	2,38	1,12	43 ± 1,6
A.13	2 mL/min, 60 °C, PP	43,92	54,0	2,05	0,91	41 ± 0,8
A.14	2 mL/min, 60 °C, PS	63,82	22,0	14,14	3,43	39 ± 1,7
A.15	2 mL/min, 60 °C, PS	62,73	29,45	7,81	2,74	38 ± 1,1
A.16	2 mL/min, 60 °C, PEBD	26,58	71,77	1,64	4,27	37 ± 2,0
A.17	2 mL/min, 60 °C, PEBD	24,40	74,34	1,25	2,70	35 ± 1,5

Para uma conclusiva análise da influência do tipo de alimentação (por gotejamento ou atomização) no desempenho do processo, dois ensaios foram realizados empregando partículas de PS ($T_e= 60$ °C, $W_f= 2$ mL/min e $P_{at}= 10$ psig). O desempenho foi avaliado e comparado ao processo com alimentação gotejante em termos de eficiência da produção de pó, umidade do pó, retenção de material sobre a superfície dos inertes, diâmetro médio das partículas do pó, concentração de antocianinas e degradação das antocianinas devido ao processo de secagem, Tabela 5.7.

Tabela 5.7: Parâmetros de desempenho do processo com o poliestireno e caracterização do pó.

Análise (valores médios)	2 mL/min, 60 °C, GOT	2 mL/min, 60 °C, 10 psig
ξ (%)	63,27	54,44
$U_{pó}$ (%)	3,08	2,73
ψ (%)	25,72	39,89
Diâmetro médio do pó (μm)	167,2 ± 7,07	84,8 ± 4,58
$C_{ant.}$ (mg/100g pó)	77,98 ± 2,44	79,36 ± 0,37
Degradação ant. (%)	14,26	13,80

*GOT= alimentação por gotejamento

Analisando a Tabela 5.7, verifica-se uma maior eficiência para o processo com alimentação gotejante, aproximadamente 12,37% maior, quando comparado ao processo por atomização. Em termos de retenção de material sobre a superfície dos inertes, o processo por

gotejamento apresentou um valor 35,52% menor. Visualmente constatou-se a formação de uma película sobre a superfície dos inertes quando se empregou a atomização da pasta, fato também verificado para as partículas de PP e que resultou em maior retenção de material.

Os valores de umidade média e diâmetro médio do pó foram maiores para o processo por gotejamento, em torno de 11,36% e 100%, respectivamente. Entretanto, esses valores estão de acordo com a especificação para leite em pó. Segundo a ANVISA (2008) a umidade máxima deve ser de 4 % para o leite em pó desnatado e de 2,5% para o leite em pó integral, estando o excesso de umidade relacionado à rápida perda de sabor, solubilidade e alterações nas propriedades físicas do produto. Com relação ao diâmetro médio, já era esperado um diâmetro menor para alimentação por atomização pelo tamanho e dispersão das gotículas atomizadas sobre os inertes. Os diâmetros médios resultantes dos dois tipos de alimentação caracterizam um material particulado fino classificado como pó (FOUST *et alli*, 1982).

A degradação das antocianinas, calculada a partir da relação entre a concentração antes e após o processo de secagem, em base seca, apresentou valor médio de 14%. Este valor está na mesma ordem de grandeza do valor encontrado por Wang e Xu (2007) durante o processo de aquecimento do suco de amora preta à temperatura de 60 °C durante intervalo de tempo de 160 min, degradação de aproximadamente 10%. Entretanto, o tempo de exposição ao calor durante o processo de secagem em leito de jorro é expressivamente menor, o que a princípio deveria resultar em uma menor perda das antocianinas. Todavia, tal fato pode estar relacionado à maior exposição ao oxigênio, à falta de tratamento enzimático, dispensado na obtenção da polpa da amora utilizada neste trabalho, e possíveis efeitos de interação com os constituintes do leite.

Visando uma maior eficiência de processo com maior simplicidade operacional, considerando a baixa degradação da concentração de antocianinas, e um produto final de qualidade, frente às condições estudadas, optou-se por empregar o sistema de alimentação por gotejamento. A partir do estudo das condições operacionais e do tipo de inerte mais adequado para o processo de secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)), foram definidas as condições ótimas de trabalho, Tabela 5.8.

Em relação ao ângulo de repouso, não foi possível relacionar a sua variação em função das condições operacionais, tanto para o PP quanto para o PS. A cinética de produção de pó (material retido no ciclone), com amostragem em intervalos de tempo de 10 min durante todo o processo, foi obtida para todos os ensaios de secagem com os três inertes estudados (PP, PS e

PEBD). As Figuras 5.23 a 5.30 apresentam os resultados experimentais da cinética de obtenção de pó, em base seca, para todos os ensaios.

Tabela 5.8: Condições operacionais dos processos de secagem com o PS.

Vazão do ar de jorro (kg/min)	$W_{ar}=1,2.W_{jm}$
Alimentação da pasta	Gotejamento
Temperatura do ar de entrada (°C)	60
Volume de pasta	300 mL
Vazão mássica da pasta (mL/min)	2
Tempo de processo (min)	170
Massa do inerte (kg)	1,4
Altura do alimentador (cm)	13

Constatou-se que para todos os ensaios, a cinética de produção de pó apresentou comportamento linear. Para os ensaios realizados em triplicata e duplicata, Figura 5.25 a 5.30, observa-se a reprodutibilidade dos experimentos pela sobreposição dos pontos referentes à massa de sólidos coletada em função do tempo.

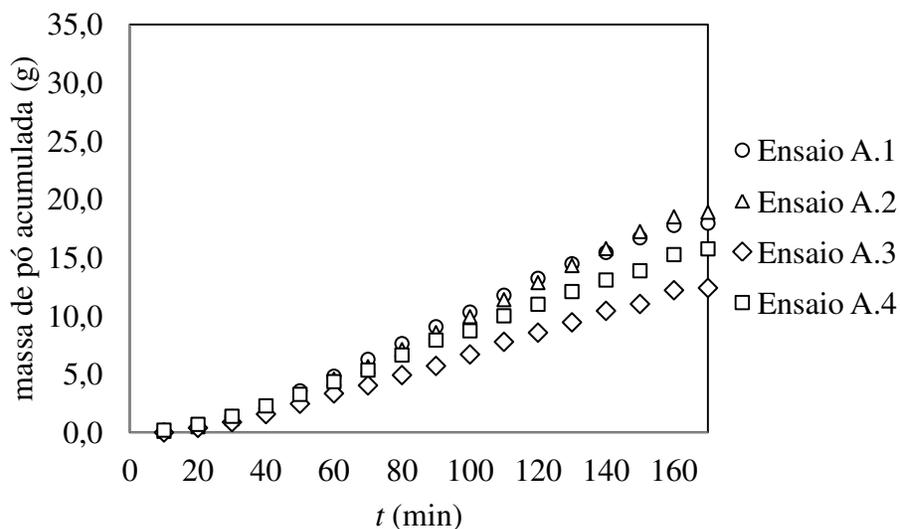


Figura 5.23: Cinética de obtenção de pó, inerte PP, pasta leite-polpa de amora (25 %: 75 % (V/V)): A.1 ($W_f= 2 \text{ mL/min}$, $P_{at}= 10 \text{ psig}$, e $T_e= 60 \text{ }^\circ\text{C}$); A.2 ($W_f= 2 \text{ mL/min}$, $P_{at}= 20 \text{ psig}$, e $T_e= 60 \text{ }^\circ\text{C}$); A.3 ($W_f= 2 \text{ mL/min}$, $P_{at}= 10 \text{ psig}$, e $T_e= 80 \text{ }^\circ\text{C}$); A.4 ($W_f= 2 \text{ mL/min}$, $P_{at}= 20 \text{ psig}$, e $T_e= 80 \text{ }^\circ\text{C}$).

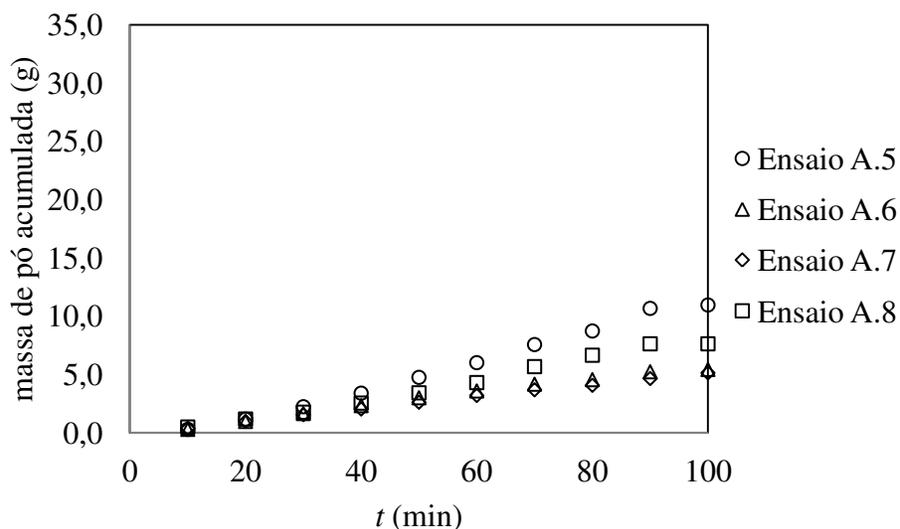


Figura 5.24: Cinética de obtenção de pó, inerte PP, pasta leite-polpa de amora (25 %: 75 % (V/V)): A.5 ($W_f= 4 \text{ mL/min}$, $P_{at}= 10 \text{ psig}$, e $T_e= 60 \text{ }^\circ\text{C}$); A.6 ($W_f= 4 \text{ mL/min}$, $P_{at}= 20 \text{ psig}$, e $T_e= 60 \text{ }^\circ\text{C}$); A.7 ($W_f= 4 \text{ mL/min}$, $P_{at}= 10 \text{ psig}$, e $T_e= 80 \text{ }^\circ\text{C}$); A.8 ($W_f= 4 \text{ mL/min}$, $P_{at}= 20 \text{ psig}$ e $T_e= 80 \text{ }^\circ\text{C}$).

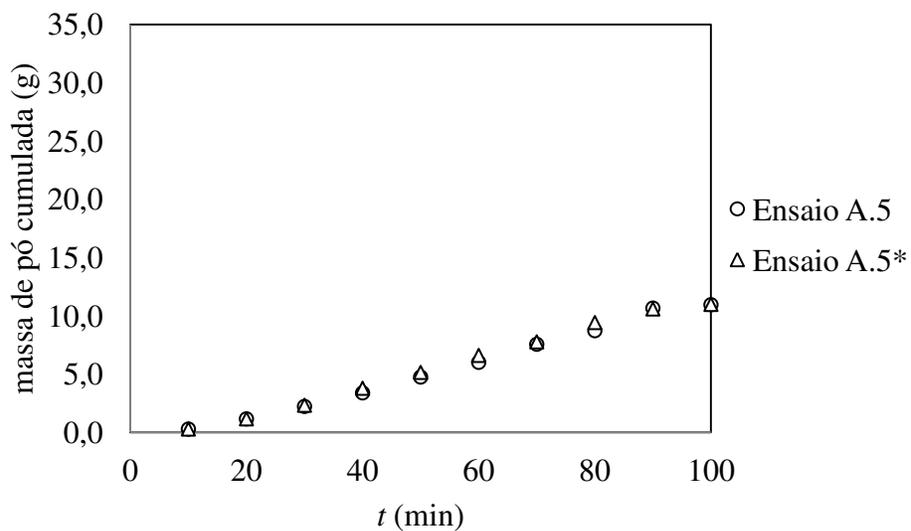


Figura 5.25: Cinética de obtenção de pó, inerte PP, pasta leite-polpa de amora (25 %: 75 % (V/V)): Ensaios A.5 e A.5* ($W_f= 4$ mL/min, $P_{at}= 10$ psig, e $T_e= 60$ °C).

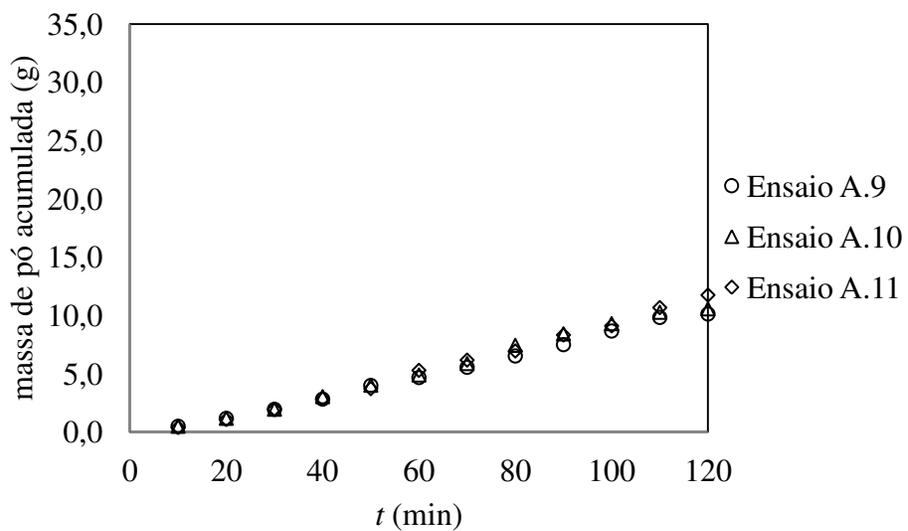


Figura 5.26: Cinética de obtenção de pó, inerte PP, pasta leite-polpa de amora (25 %: 75 % (V/V)): A.9, A.10 e A.11 ($W_f= 3$ mL/min, $P_{at}= 15$ psig e $T_e= 70$ °C).

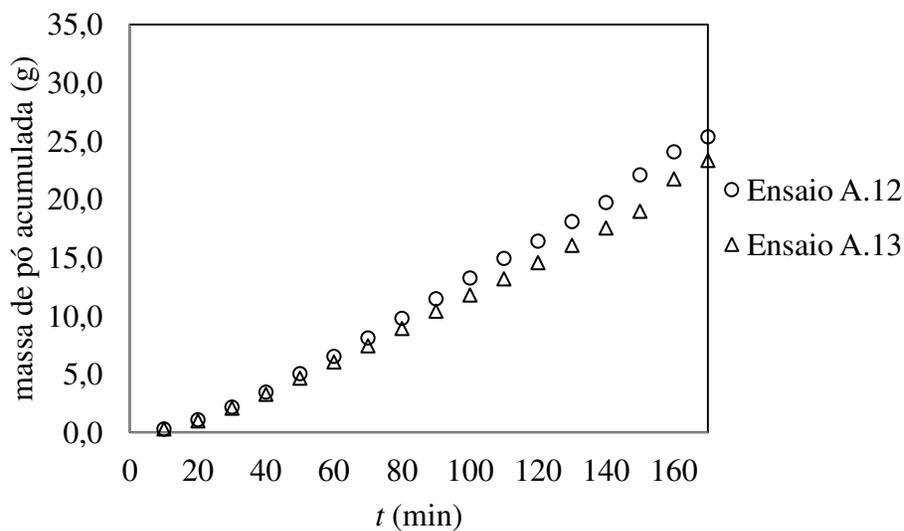


Figura 5.27: Cinética de obtenção de pó, inerte PP, pasta leite-polpa de amora (25 %: 75 % (V/V)): A.12 e A.13 ($W_f= 2$ mL/min, alimentação gotejante e $T_e= 60$ °C).

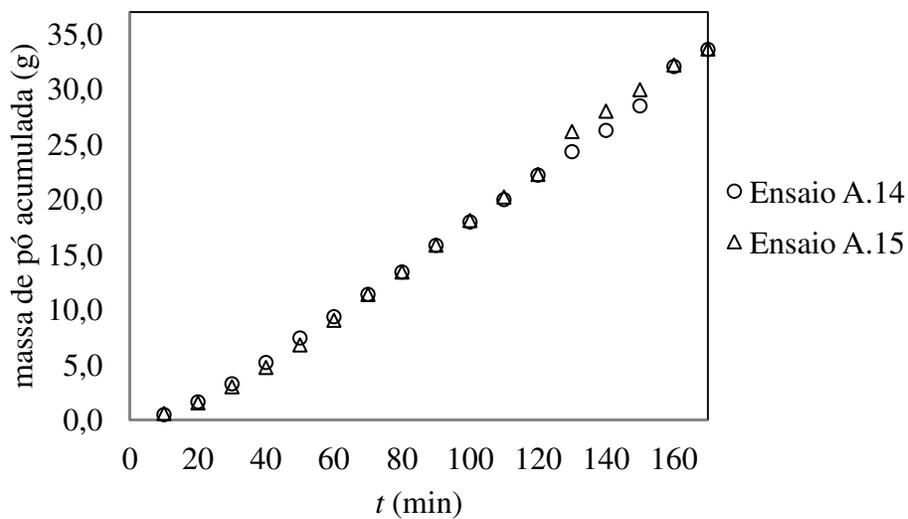


Figura 5.28: Cinética de obtenção de pó, inerte PS, pasta leite-polpa de amora (25 %: 75 % (V/V)): A.14 e A.15 ($W_f= 2$ mL/min, alimentação gotejante e $T_e= 60$ °C).

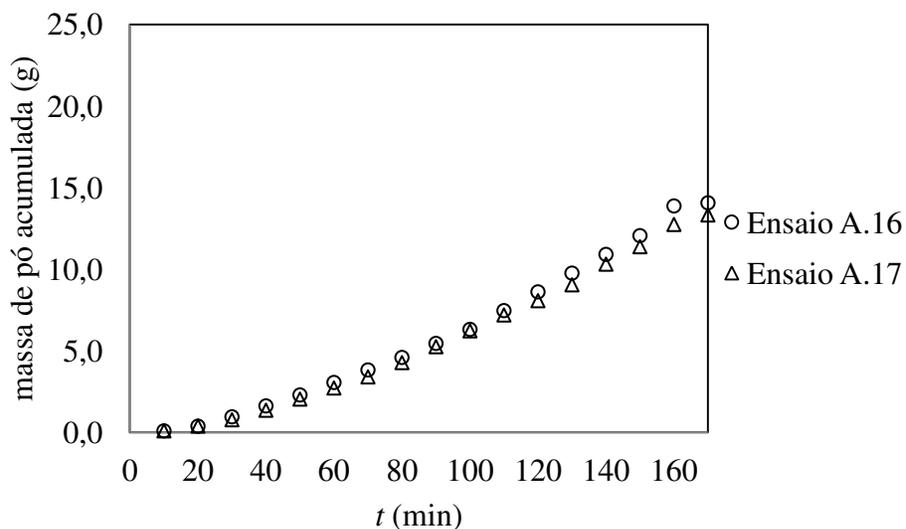


Figura 5.29: Cinética de obtenção de pó, inerte PEBD, pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)): A.16 e A.17 ($W_f = 2$ mL/min, alimentação gotejante e $T_e = 60$ °C).

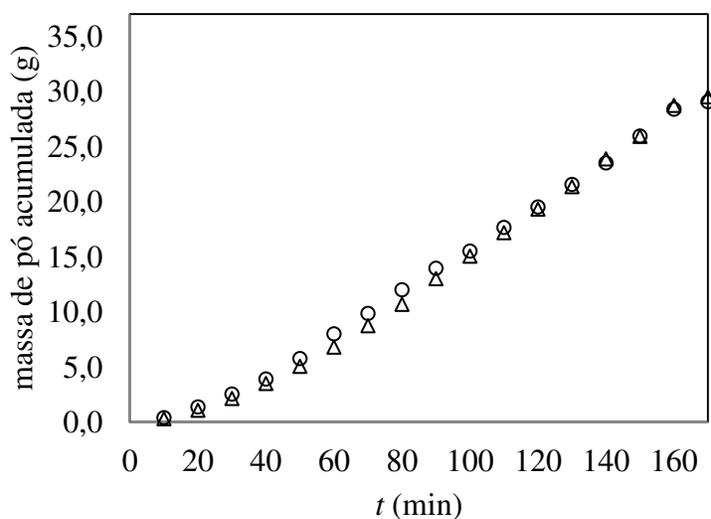


Figura 5.30: Cinética de obtenção de pó, inerte PS, pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)): A.18 e A.19 ($W_f = 2$ mL/min, $P_{at} = 10$ psig e $T_e = 60$ °C).

5.1.7 Análise de imagens

Os pós da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)), obtidos através dos processos de alimentação gotejante e atomizada foram analisados a partir de imagens por microscópio

eletrônico de varredura (MEV) em termos de formação, uniformidade e características da superfície das partículas de pó, resoluções de 200, 600, 2000 e 6000 vezes. As partículas do pó obtido por atomização da pasta (60 °C, 2 mL/min, PS, $P_{at}= 10$ psig), Figura 5.31, apresentaram formato flocular irregular. Observa-se que as mesmas estão fraturadas, (A e B), resultado do atrito entre os inertes e com as paredes do leito. Analisando as imagens C e D, constata-se a presença de micro gotículas provavelmente de gordura acomodadas sobre a superfície das partículas do pó.

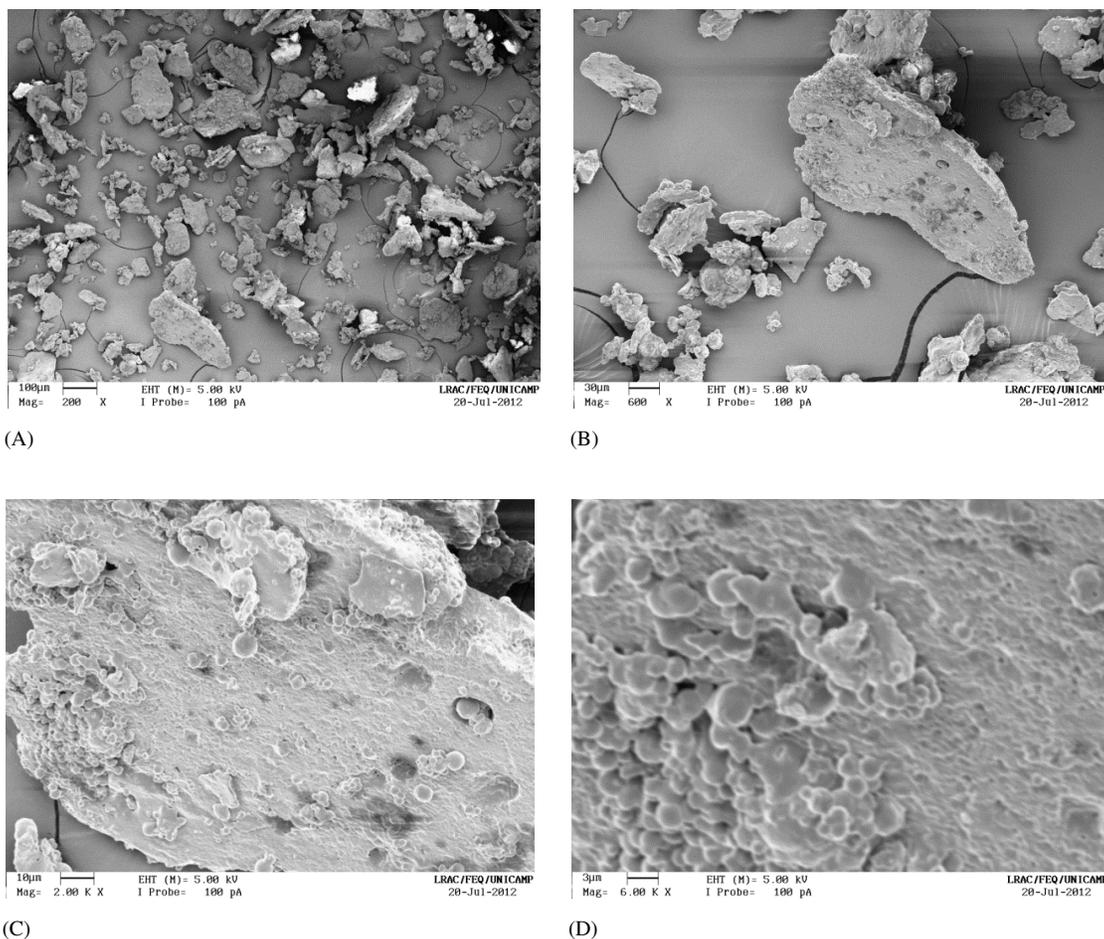


Figura 5.31: Micrografias (MEV) do pó obtido por atomização a 10 psig, com ampliação de: (A) 200 vezes; (B) 600 vezes; (C) 2000 vezes; (D) 6000 vezes.

As partículas do pó obtido por alimentação gotejante da pasta (60 °C, 2 mL/min, PS), Figura 5.32, também apresentaram formato flocular irregular com fraturas (A e B),. Entretanto,

analisando as imagens C e D, resolução de 2000 e 6000 vezes, não se observou a presença de micro gotículas sobre a superfície das partículas do pó. A principal diferença observada entre os pós através da comparação das Figuras 5.31 e 5.32 está relacionada ao tamanho das partículas. As micrografias indicam que as partículas do pó obtido por alimentação gotejante são maiores em relação ao processo com atomização da pasta, confirmando os resultados obtidos para o diâmetro médio do pó, Tabela 5.7.

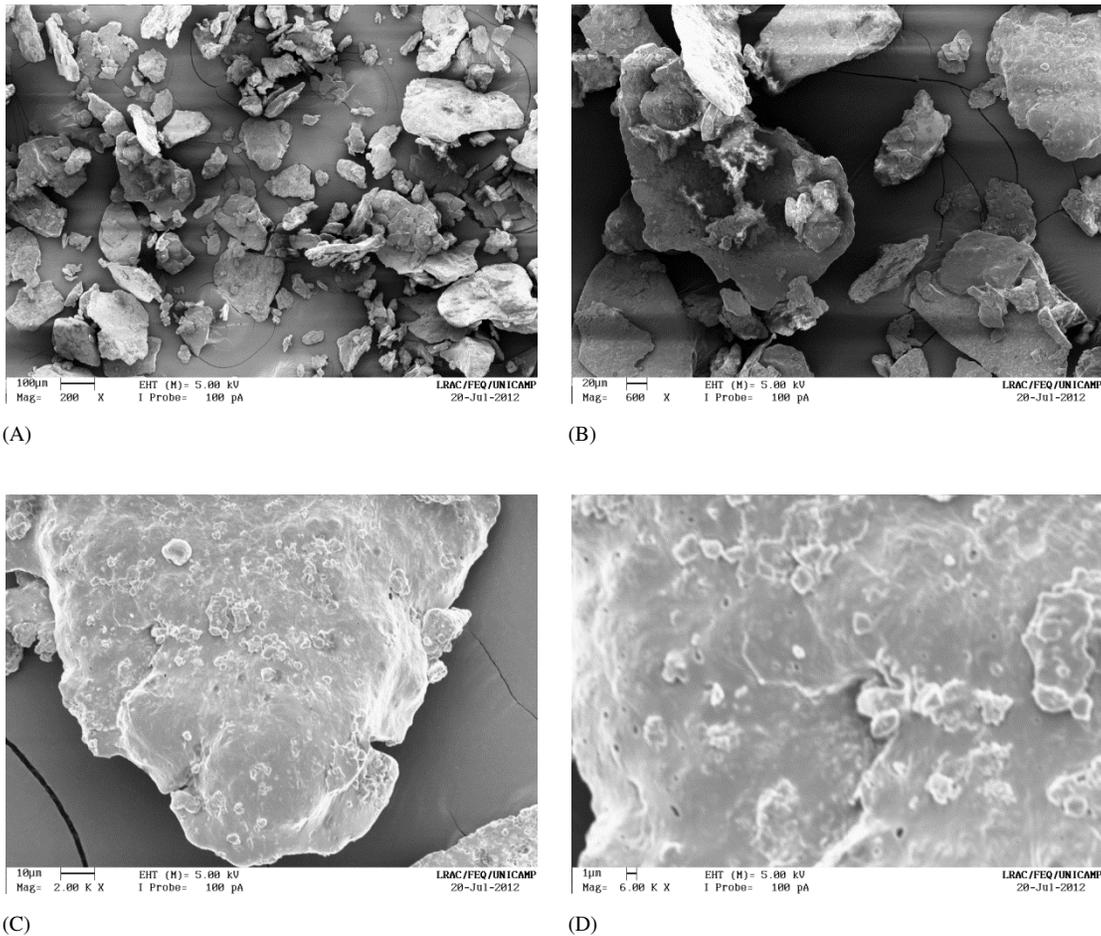


Figura 5.32: Micrografias (MEV) do pó obtido por alimentação gotejante, com ampliação de: (A) 200 vezes; (B) 600 vezes; (C) 2000 vezes; (D) 6000 vezes.

5.2 Formulações das pastas leite-polpa de amora preta, adição de adjuvantes e caracterizações físico-químicas

Como previamente exposto, a segunda etapa deste projeto consistiu na elaboração de pastas leite-polpa de amora com e sem a adição de adjuvantes (óleo de palma, caseína e maltodextrina) visando o aumento da eficiência de produção de pó, na caracterização física das pastas e na análise da influência da composição química das mesmas.

5.2.1 Formulações das pastas leite-polpa de amora preta e caracterizações físicas e físico-químicas

Três diferentes pastas foram testadas em ensaios de secagem visando o aumento da eficiência da produção de pó, menor retenção de material sobre a superfície dos inertes e paredes do leito e maior estabilidade fluidodinâmica do processo. Uma vez que as condições operacionais foram estabelecidas, Tabela 5.8, empregou-se diferentes razões leite-polpa de amora preta (V/V), bem como a polpa de amora pura.

As metodologias de preparo do leite reconstituído altamente concentrado e da polpa de amora se encontram descritas no subitem 4.1.2.1. As razões de concentrações volumétricas empregadas foram: (0% leite: 100% polpa de amora); (10% leite: 90% polpa de amora); (25% leite: 75% polpa de amora); (50% leite: 50% polpa de amora), Tabela 5.9.

Figura 5.9: Composição das formulações leite-polpa de amora, base de cálculo de 300 mL.

Leite-amora (V/V)	Leite-amora (m/m)	Leite em base seca (g)	Polpa de amora em base seca (g)
0%-100%	0%-100%	0	18,30
10%-90%	10,2%-89,8%	15,04	16,92
25%-75%	25,3%-74,7%	37,60	14,10
50%-50%	50,4%-49,6%	75,20	9,39

*densidade do leite reconstituído $\rho_{\text{leite}} = 1044 \pm 6,9 \text{ (kg/m}^3\text{)}$

Tais pastas foram caracterizadas fisicamente quanto à densidade (ρ_{pasta}), concentração de sólidos (C_s), tensão superficial da pasta (γ_{lv}), parâmetros reológicos (índices de comportamento (n) e consistência (m) seguindo modelo Lei da Potência) e viscosidade aparente (μ_{ap}), Tabela 5.10 e Figura 5.36. Os métodos de caracterização encontram-se descritos no Capítulo 4.

Analisando a Tabela 5.10, observou-se que o aumento do volume de leite reconstituído altamente concentrado adicionado à pasta leite-polpa de amora resultou no aumento dos valores de densidade e concentração de sólidos.

Tabela 5.10: Características físicas das pastas leite-polpa de amora.

Pasta	Leite-amora (0% - 100%)	Leite-amora (10% - 90%)	Leite-amora (25% - 75%)	Leite-amora (50% - 50%)
ρ_{pasta} (kg/m ³)	1028,0±0,2	1038,0±0,4	1046,9±0,5	1078,0 ±1,3
C_s (kg/kg)	0,061±0,000	0,108±0,000	0,167±0,002	0,280±0,001
γ_{lv} (mN/m)	42,7±0,8	41,1±0,2	43,7±0,6	45,9±0,6
n	0,80±0,03	0,77±0,04	0,69±0,01	-
m (Ns ⁿ /m ²)	0,019±0,003	0,050±0,008	0,274±0,011	-

Os parâmetros reológicos foram obtidos através da regressão linear das curvas pseudo-reológicas, Figuras 5.33 a 5.35. A partir destas curvas, conclui-se que as pastas analisadas apresentaram comportamento de um fluido não newtoniano do tipo pseudo-plástico, $n < 1$. Devido à alta viscosidade da pasta leite-polpa de amora (25 %: 75 % (V/V)), as curvas pseudo-reológicas não apresentaram resultados reprodutíveis para os pontos de baixa queda de pressão, portanto, optou-se por desconsiderá-los e, para a pasta leite-polpa de amora (50%: 50% (V/V)), não foi possível construir as curvas pseudo-reológicas.

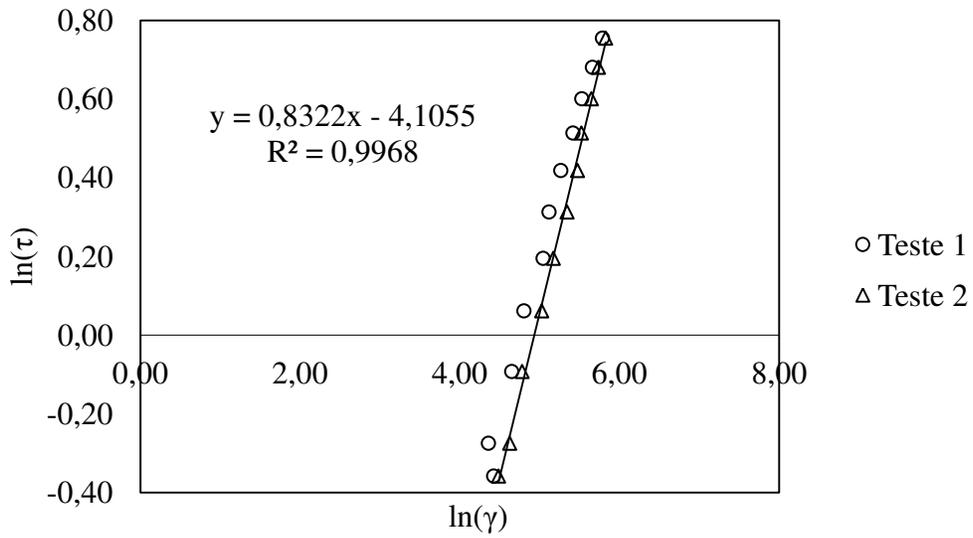


Figura 5.33: Curva pseudo-reológica da polpa de amora *in natura*, $T= 25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

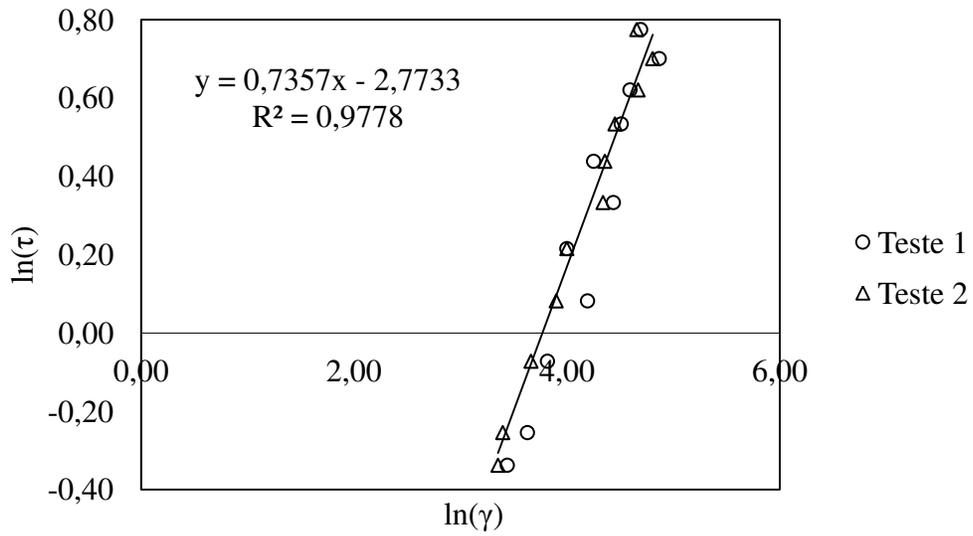


Figura 5.34: Curva pseudo-reológica da pasta leite-polpa de amora (10%: 90% (V/V)), $T= 25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

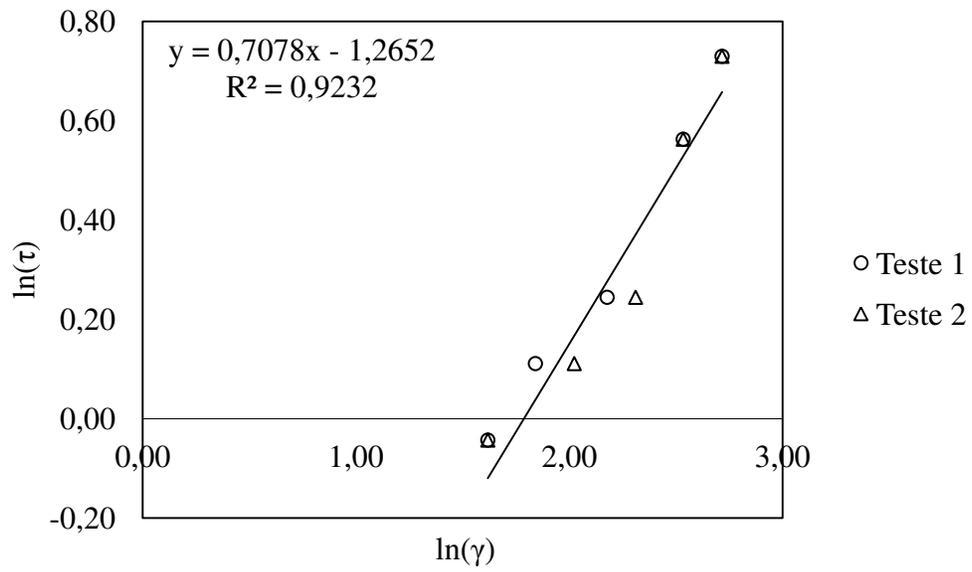


Figura 5.35: Curva pseudo-reológica da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)), $T= 25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

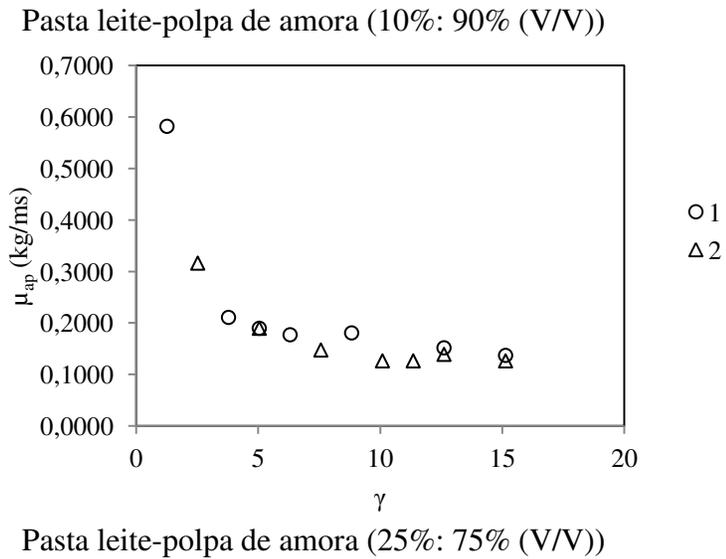
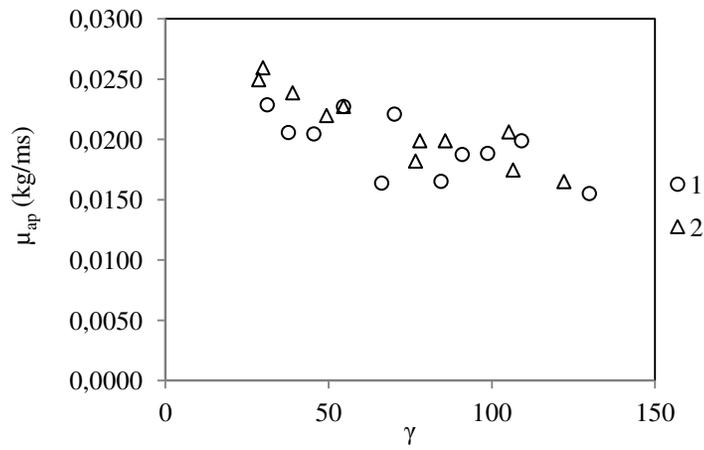
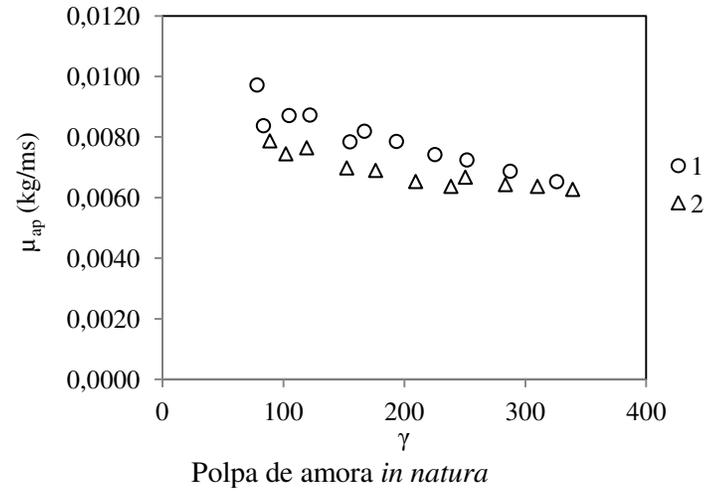


Figura 5.36: Viscosidade aparente em função da pseudo taxa de deformação para diferentes pastas; 1 e 2 correspondem a duplicatas.

A Tabela 5.11 apresenta a caracterização físico-química do leite reconstituído altamente concentrado, polpa de amora (*in natura*) e pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)). Dentre as três razões (leite-polpa de amora), optou-se por empregar a pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)) como padrão, devido à alta eficiência de produção de pó, menor quantidade possível de adição de leite à polpa de amora preta e melhor estabilidade fluidodinâmica. Tal escolha será devidamente discutida no item 5.2.2.

Tabela 5.11: Características físico-químicas do leite reconstituído altamente concentrado, polpa de amora (*in natura*) e pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)).

Valores médios (%)	Leite reconstituído	Polpa de amora (<i>in natura</i>)	Pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V))
Umidade	52,00	93,82	82,84
Lipídeos	13,45	0,08	3,08
Proteínas	13,06	0,81	4,20
Açúcares redutores	11,59	4,74	6,70
Acidez titulável	0,88 Ac. láctico	1,32 Ac. cítrico	14,07 Ac. láctico
pH	6,22	3,10	4,15
Brix (°)	49,6	7,5	12,60
Cinzas	3,05	0,30	0,98
C _{ant.} (mg/100 g)	-	30,06±0,00	15,32±0,85

5.2.2 Ensaios de secagem

Inicialmente, estudou-se a secagem da polpa de amora *in natura* (sem adição de leite). Durante o processo, observaram-se já nos primeiros 20 minutos o aumento da altura da fonte e a diminuição da velocidade de circulação dos inertes. Devido ao contínuo aumento da altura da fonte, as partículas de poliestireno começaram a ser elutriadas para o ciclone, o que forçou a redução da vazão de ar. Quando o tempo de secagem atingiu 1 hora e 35 minutos, ocorreu a completa estagnação dos inertes presentes na região anular e o processo foi finalizado. Coletou-se 0,9 g de pó durante todo o experimento, as características visuais demonstraram um produto de baixa qualidade, altamente coesivo. Como já referenciado, Souza e Oliveira (2005) analisaram o

desempenho da secagem de *Bauhinia forficata* em leito de jorro. O estudo demonstrou que a secagem de materiais termosensíveis e com alta concentração de açúcares e ácidos orgânicos pode ser viável. Entretanto, problemas de adesão (aumento da pegajosidade) podem ocorrer dependendo da composição da pasta, resultando na degradação do produto, perda de compostos voláteis, baixa eficiência de produção de pó e instabilidades do sistema de secagem. Todavia, a adição de adjuvante pode atenuar tais efeitos.

Durante a secagem da pasta leite-polpa de amora (10%: 90% (V/V)), também se observou o aumento da altura da fonte e a diminuição da velocidade de circulação das partículas, acarretando na diminuição da vazão de ar durante o processo. Visualizaram-se um acentuado acúmulo de pasta e uma grande quantidade de inertes aderidos as paredes do leito. Entretanto, foi possível secar todo o volume de pasta pré-definido ($V = 300 \text{ mL}$), obtendo-se uma eficiência média de produção de pó ($\xi_{\text{média}}$) de 53,92%. O grande aumento na eficiência do processo demonstra o efeito positivo da adição de leite à polpa de amora.

A secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)), resultou em uma alta eficiência de obtenção de pó ($\xi_{\text{média}} = 63,27\%$), indicando uma possível viabilidade do processo. Durante os ensaios não ocorreram instabilidades fluidodinâmicas, observando-se apenas uma ligeira diminuição da velocidade de circulação dos inertes durante os ensaios.

Empregando-se a pasta leite-polpa de amora (50%: 50% (V/V)), constatou-se uma gradual diminuição da velocidade de circulação dos inertes e diminuição da altura da fonte. A alta viscosidade aparente dificultou a secagem da pasta e a manutenção do regime dinâmico estável do leito. Entretanto, foi possível conduzir o processo de secagem até o fim. Analisando a Tabela 5.12, observou-se que para o Ensaio B.6, a eficiência de obtenção de pó foi aproximadamente 14% maior quando comparada com o Ensaio B.5 (sua duplicata). Analisando a Figura 5.39 conclui-se que o aumento da quantidade de pó coletado ocorreu nos últimos 10 min do processo, durante este intervalo de tempo ocorreu um inadvertido colapso do leito e posterior restabelecimento do leito móvel com desprendimento de uma grande quantidade de material. É importante destacar que durante os testes iniciais empregando apenas o leite reconstituído, observou-se o colapso do leito de uma a três vezes durante os processos de secagem. Após o colapso, a alimentação da pasta era interrompida até o restabelecimento do regime dinâmico, quando também se constatou um grande desprendimento de pó.

Analisando a Tabela 5.12, em relação à deposição de material sobre a superfície dos inertes (ψ), todas as pastas apresentaram baixos valores ($\psi_{\max} < 35\%$). Uma maior perda de material foi obtida para a pasta leite-polpa de amora (10%: 90% (V/V)). Como já abordado, visualizou-se uma grande quantidade de sólidos aderidos à parede do leito.

Tabela 5.12: Eficiência da produção de pó, retenção de sólidos sobre a superfície dos inertes, perdas e umidade do pó para diferentes composições da pasta.

Ensaio	Leite-polpa de amora (V/V)	ξ (%)	ψ (%)	P (%)	$U_{\text{pó}}$ (%)
B.1	10% - 90%	53,77	25,56	20,67	3,20
B.2	10% - 90%	54,07	29,59	16,33	5,51
B.3	25% - 75%	63,82	22,0	14,14	3,43
B.4	25% - 75%	62,73	29,45	7,81	2,74
B.5	50% - 50%	61,39	34,81	3,78	1,46
B.6	50% - 50%	69,47	24,13	6,54	1,08

A cinética de produção de pó, com amostragem em intervalos de tempo de 10 min durante todo o processo de secagem, foi determinada para todas as pastas. Após o término da alimentação ($V= 300$ mL), a secagem se prolongou por mais 20 min com o objetivo de coletar o pó despreendido das paredes do leito e dos inertes. As Figuras 5.37 a 5.39 apresentam os resultados experimentais da cinética de obtenção de pó, em base seca, para todos os ensaios. Constatou-se que a cinética de produção de pó apresentou comportamento linear, exceto para os Ensaios B.5 e B.6.

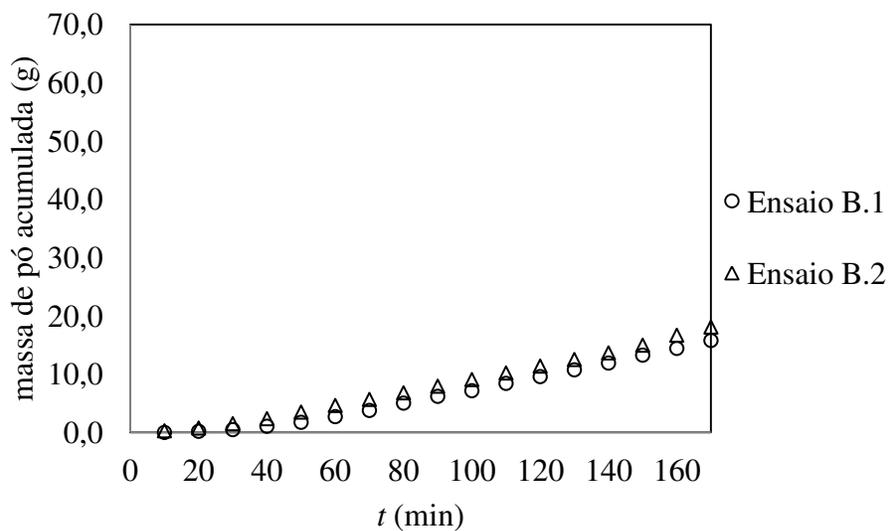


Figura 5.37: Cinética de obtenção de pó com a pasta leite-polpa de amora (10%: 90% (V/V)), $C_s=0,108$.

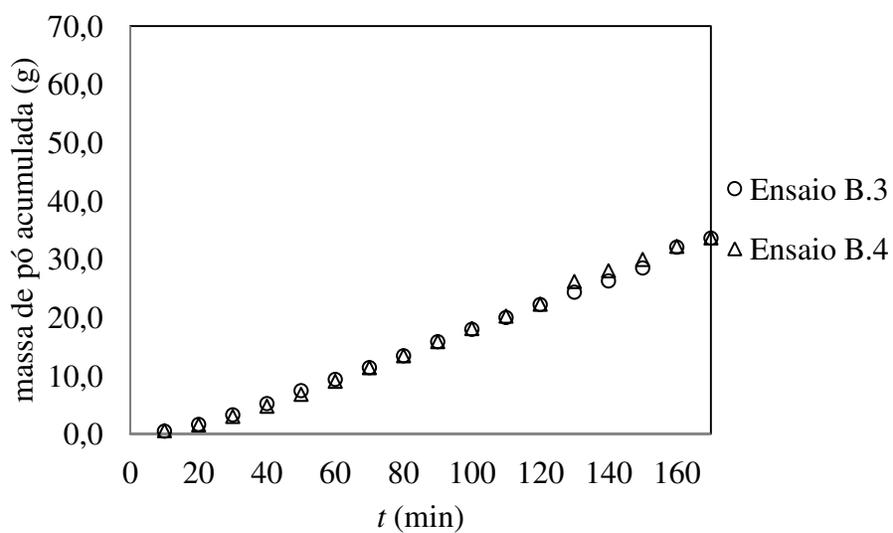


Figura 5.38: Cinética de obtenção de pó com a pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)), $C_s=0,167$.

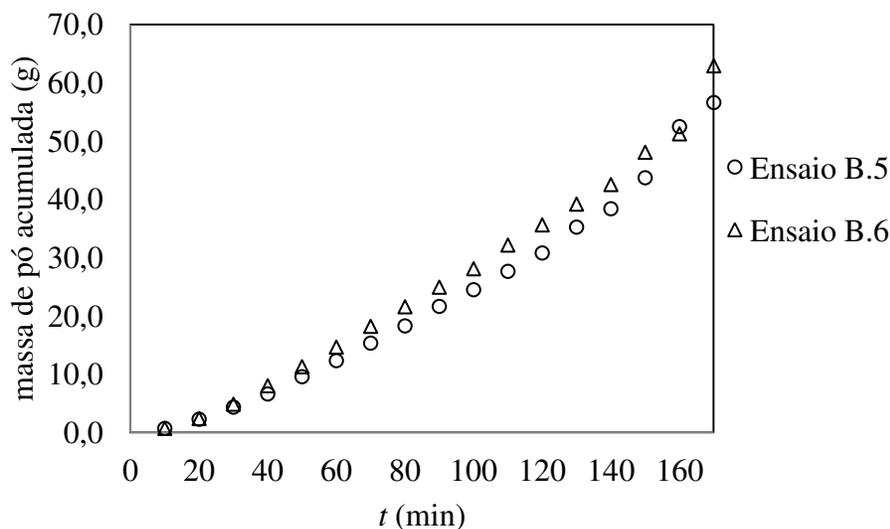


Figura 5.39: Cinética de obtenção de pó com a pasta leite-polpa de amora (50%: 50% (V/V)), $C_s = 0,208$.

Analisando os parâmetros de desempenho do processo (altos valores de eficiência da obtenção de pó e baixos valores de retenção de sólidos sobre a superfície dos inertes), a estabilidade fluidodinâmica do leito durante os ensaios de secagem e o grande volume de polpa de amora incorporada à pasta, constatou-se que a pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)) apresentou melhor desempenho de tais requisitos, quando comparada às demais. Portanto, a adição de adjuvantes (óleo de palma, caseína e maltodextrina) à mesma foi estudada com o intuito de tentar melhorar ainda mais os parâmetros de desempenho do processo, analisando-se a influência da composição química destes adjuvantes.

5.2.3 Pastas modificadas

Trabalhos disponíveis na literatura indicam a relação entre a concentração de gordura e a eficiência da obtenção de pó durante a secagem de pastas em leito de jorro (OCHOA-MARTINEZ *et alli*, 1993; ROCHA *et alli*, 2011). De modo geral, a gordura auxilia no desprendimento do filme aderido à superfície dos inertes, melhorando o desempenho do processo em termos de produção de pó.

O principal objetivo ao se propor formulações de pastas modificadas, neste trabalho, foi aumentar a eficiência de produção de pó pela adição de adjuvantes; em um primeiro momento, já existentes na própria pasta, como a gordura e a proteína. Portanto, optou-se por empregar como gordura o óleo de palma e como proteína a caseína. O óleo de palma foi utilizado, baseando-se no trabalho de Rocha *et alli* (2011), que estudaram a adição de diferentes sistemas lipídicos na formulação de polpas modificadas, constatando-se um melhor desempenho de processo quando se empregou esse tipo de gordura.

Para escolha do nível máximo de adjuvante a ser adicionado à pasta modificada, empregou-se como parâmetro a quantidade máxima de gordura e proteína presentes no leite reconstituído altamente concentrado, Tabela 5.11. Como base de cálculo, utilizou-se 100 g de leite reconstituído. Portanto, caso se realizasse a secagem apenas do leite reconstituído altamente concentrado teríamos como valores máximos 13,45 g de gordura e 13,06 g de proteína. É importante destacar que as concentrações dos adjuvantes foram estipuladas a partir de vários testes em laboratório, visando à obtenção de pastas homogêneas, moderadamente viscosas e que viabilizassem o processo de secagem. Iniciou-se com a saturação da pasta, com gradual diminuição da concentração do adjuvante até a obtenção do produto desejado. Com base nos valores de massa de adjuvante adicionado, as concentrações de proteína e gordura das pastas modificadas foram determinadas a partir de balanços de massa.

A partir dos testes preliminares, constatou-se que ao adicionar as concentrações máximas de adjuvantes à pasta base (adição de óleo de palma e caseína), a mesma se tornou altamente viscosa, acarretando em grande instabilidade fluidodinâmica e colapso do leite. Com o intuito de trabalhar em condições dinâmicas favoráveis, o nível máximo admitido pelo sistema de secagem foi de aproximadamente 77% de lipídeos e 72% de proteínas em relação às concentrações máximas de referência (leite reconstituído altamente concentrado).

A produção da pasta modificada seguiu as seguintes etapas: preparou-se o leite reconstituído (50% leite: 50% água (m/m)); em 25 g deste leite concentrado, adicionou-se 5,6 g de caseína e 7,0 g de óleo de palma brandamente aquecido, com o intuito de liquefazer a gordura; completou-se com a polpa de amora até 100 g. A influência da gordura e da proteína, separadamente, também foi avaliada. Para a análise somente da gordura, empregou-se uma massa de 62,59% em relação à concentração máxima de gordura a fim de evitar a supersaturação da polpa modificada. Para análise da adição de caseína, empregou-se uma massa de 72% em relação

à concentração máxima de proteína. A Tabela 5.13 apresenta os resultados de eficiência da produção de pó, retenção de sólidos sobre a superfície dos inertes, perdas de material e umidade do pó para os ensaios, em duplicata.

Após a realização dos ensaios empregando óleo de palma e a caseína, constatou-se que a adição, em conjunto ou separada, destes adjuvantes resultou, de forma geral, no decréscimo da eficiência de produção de pó. Em relação à pasta de referência, a adição em conjunto dos dois adjuvantes resultou em uma diminuição de aproximadamente 40,42% na eficiência de produção de pó. Empregando-se apenas a caseína, verificou-se um menor decréscimo na produção de pó, aproximadamente 17,92%, enquanto que a adição separada de óleo de palma resultou em um maior decréscimo, queda de aproximadamente 62,22% na eficiência de produção de pó.

Tabela 5.13: Eficiência da produção de pó, retenção de sólidos sobre a superfície das partículas, perdas e umidade do pó (pastas modificadas).

Composição das pastas	Pr (%)	G (%)	Ensaio	ξ (%)	ψ (%)	P (%)	$U_{pó}$ (%)
Leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V))	4,20	3,08	B.3	63,82	22,00	14,14	3,43
			B.4	62,73	29,46	7,81	2,74
$Pr = (0,72.C_{max})$	9,41	10,41	C.1	36,80	40,01	23,79	4,66
			C.2	38,59	32,52	28,88	3,69
$Pr = (0,72.C_{max})$	9,41	3,08	C.3	51,07	42,35	6,57	1,80
			C.4	52,79	38,77	8,43	2,16
$G = (0,62.C_{max})$	4,20	8,41	C.5	23,90	36,72	39,36	3,06
			-	-	-	-	-

* C_{max} = concentração máxima em relação ao leite reconstituído altamente concentrado; Pr = proteínas; G = lipídeos.

Durante a realização dos ensaios empregando as polpas modificadas, observou-se instabilidade fluidodinâmica no leite. Em todos os casos, ao longo do processo a velocidade de circulação das partículas diminuiu e a altura da fonte aumentou consideravelmente acarretando na elutriação de partículas. Para evitar o arraste, a velocidade de ar de jorro ($1,2.U_{jm}$) foi

gradualmente diminuída, assim, foi possível conduzir todos os experimentos sem colapso do leite.

No ensaio em que se empregou o óleo de palma, os efeitos negativos acima mencionados foram maximizados. Além da grande instabilidade fluidodinâmica, grande quantidade de material, aproximadamente 39,36% aderiu à parede do leite, impossibilitando a visualização do processo através da coluna cilíndrica. Após os ensaios, observou-se a presença de gordura sobre a superfície das partículas de poliestireno, bem como pequenos grupos de aglomerados de partículas. Devido às condições críticas, realizou-se apenas um ensaio com esta pasta.

Medeiros (2001) estudou a influência dos adjuvantes no desempenho do processo de secagem de polpas modificadas de manga em leite de jorro. Empregando azeite de oliva, pectina e amido, o processo foi otimizado. O autor constatou a influência positiva da adição destes adjuvantes (em conjunto), em termos de eficiência de obtenção de pó. Comparando apenas o valor da concentração ótima de gordura para polpa modificada de manga, uma vez que, neste trabalho não foram utilizados amido e pectina como adjuvantes (14,69%, concentração parametrizada em relação à concentração de água presente na polpa), com a concentração de gordura da pasta modificada leite-polpa de amora (10,41%), observa-se que tais concentrações estão na mesma ordem de grandeza, entretanto, apresentaram efeitos opostos em relação ao desempenho do processo.

Tal efeito pode ser atribuído à presença do leite, cuja incorporação de gordura em sua estrutura miscelar é extremamente difícil, acarretando na formação de pastas microscopicamente não homogêneas compostas por microgotículas de óleo. Como já mencionado, durante a secagem se observou a deposição da gordura na superfície dos inertes e nas paredes do leite, afetando negativamente o processo como um todo.

A cinética de obtenção de pó foi determinada durante os ensaios de secagem das polpas modificadas, Figuras 5.40 a 5.42. Observou-se que as curvas não apresentaram comportamento linear, principalmente para a pasta adicionada unicamente de óleo de palma.

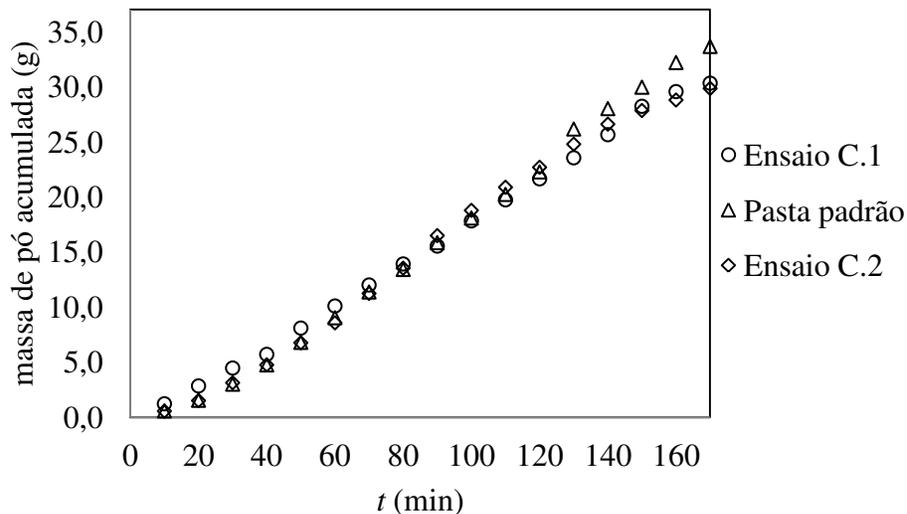


Figura 5.40: Cinética de obtenção de pó com a pasta padrão (25% leite: 75% polpa de amora (V/V), $C_s=0,1670$, Ensaio B.3) e com a pasta modificada ($0,77.C_{max}$ de lipídeos e $0,72.C_{max}$ de proteína, $C_s=0,2609$, Ensaios C.1 e C.2).

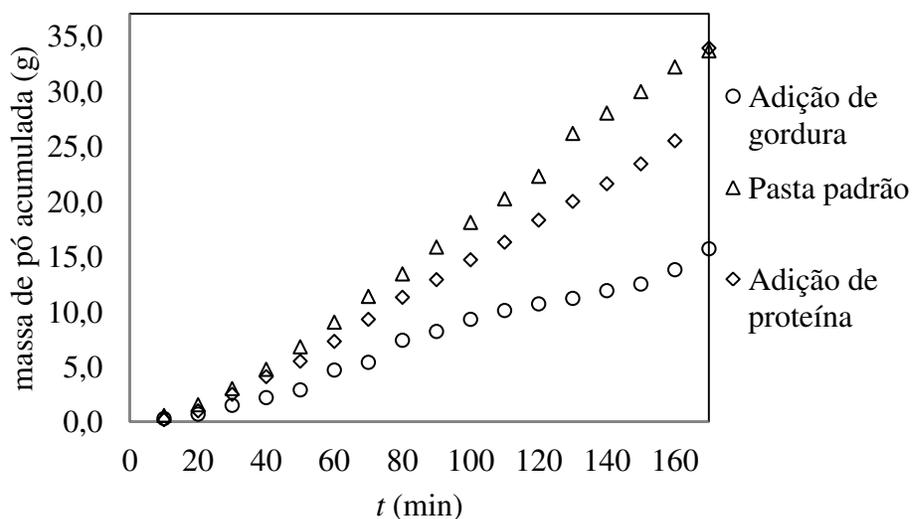


Figura 5.41: Cinética de obtenção de pó com a pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)), $C_s=0,1670$, Ensaio B.3) e pastas modificadas ($0,72.C_{max}$ de proteína, $C_s=0,2046$, Ensaio C.3) e ($0,62.C_{max}$ de gordura, $C_s=0,2004$, Ensaio C.5).

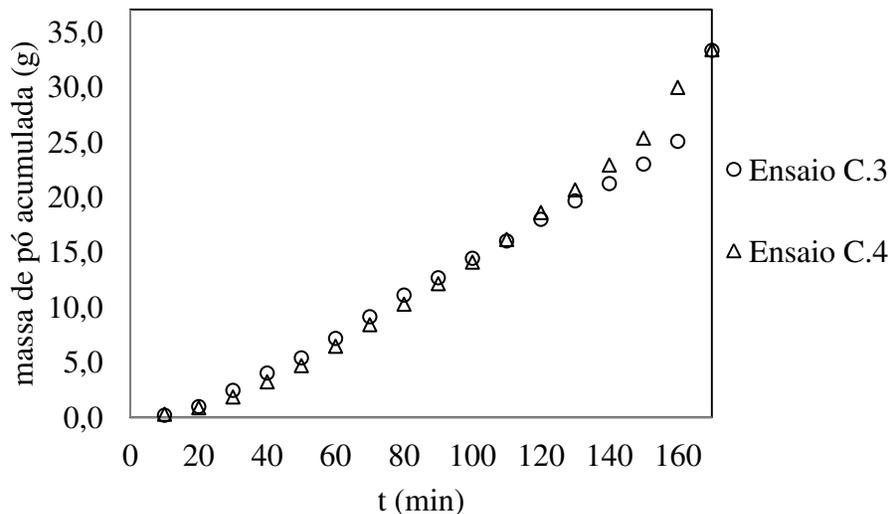


Figura 5.42: Cinética de obtenção de pó para a pasta modificada ($0,72.C_{\max}$ de proteína, $C_s=0,2046$, Ensaios C.3 e C.4).

A maltodextrina é um agente carreador com alto peso molecular, largamente empregado nos processos de secagem por atomização, devido à sua alta solubilidade a temperatura ambiente, baixa higroscopicidade e baixo custo (BHANDARI *et alli*, 1997; FERRARI *et alli*, 2012).

Como já abordado, o principal objetivo ao se propor a formulação de pasta modificada (leite 25%; polpa de amora 70%; maltodextrina 5% (m/m/m)) foi aumentar a eficiência da produção de pó, diminuindo a deposição de material sobre a superfície dos inertes e paredes do leito. Avaliou-se, também, a influência da maltodextrina MOR-REX[®] 1910 ($9 \leq DE \leq 12$, *Corn Products*, Mogi-Guaçu, Brasil), na secagem da polpa de amora pura (polpa de amora 90%: maltodextrina 10% (m/m)), comparando-se o desempenho do processo com os resultados provenientes da pasta leite-polpa de amora (10%: 90% (V/V)), Tabela 5.14.

Constatou-se que a adição de maltodextrina na formulação da pasta modificada (leite 25%: polpa de amora 70%: maltodextrina 5% (m/m/m)), Ensaios D.1 e D.2, cuja eficiência média foi de 34,44%, resultou em um decréscimo de aproximadamente 45,57% na eficiência de produção de pó, quando comparada à pasta padrão leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)).

O emprego da maltodextrina na secagem da polpa pura de amora possibilitou a produção de pó, resultando em um aumento significativo da eficiência de obtenção de pó ($\xi_{\text{média}}=41,26\%$).

Entretanto, comparando-se com os resultados da pasta leite-polpa de amora (10%: 90% (V/V)) se observa um decréscimo da eficiência, aproximadamente 23,47%.

Tabela 5.14: Eficiência da produção de pó, retenção de sólidos sobre a superfície dos inertes, perdas e umidade do pó.

Teste	Pasta (m/m/m)	ξ (%)	ψ (%)	P (%)	$U_{pó}$ (%)
D.1	Leite 25%: polpa de amora 70%: maltodextrina 5%	31,75	61,18	7,06	1,86
D.2	Leite 25%: polpa de amora 70%: maltodextrina 5%	37,13	49,16	13,69	2,60
D.3	Polpa de amora 90%: maltodextrina 10%	38,85	51,81	9,32	3,46
D.4	Polpa de amora 90%: maltodextrina 10%	43,68	42,35	13,95	3,68

A Figura 5.43 apresenta os resultados da cinética de obtenção de pó para as pastas modificadas empregando a maltodextrina. É importante destacar que as formulações adicionadas de maltodextrina apresentaram concentrações de sólidos superiores às pastas cujas comparações foram feitas.

Conclui-se que a utilização do leite reconstituído como adjuvante, em termos de eficiência de produção de pó em leite de jorro, nas condições operacionais estudadas, se sobressaiu ao emprego da maltodextrina. Dentre todas as pastas formuladas neste trabalho (razões leite-polpa de amora e pastas modificadas), constatou-se que a pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)) é a mais indicada ao processo de secagem em termos de estabilidade fluidodinâmica, quantidade de polpa de amora empregada e desempenho do processo.

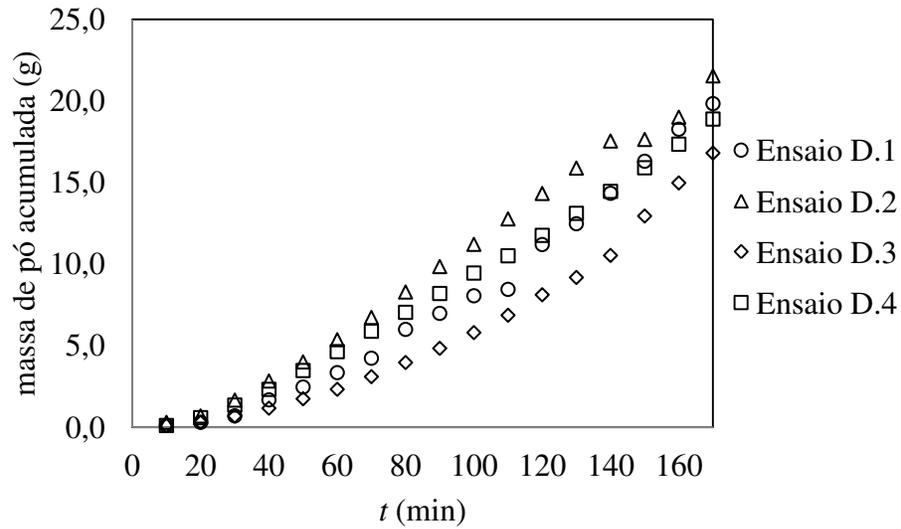


Figura 5.43: Cinética de obtenção de pó para os Ensaios: D.1 e D.2 (25% leite: 70% polpa de amora: 5% maltodextrina (m/m/m), $C_s=0,2133$); D.3 e D.4 (90% polpa de amora: 10% maltodextrina (m/m), $C_s=0,1460$).

5.3 Caracterização físico-química do pó e análise geral do processo

A terceira etapa deste trabalho consistiu na caracterização física e físico-química do pó, na avaliação da degradação das antocianinas em função do tempo de armazenamento e na análise geral do processo de secagem da pasta leite-polpa de amora em leite de jorro.

5.3.1 Caracterização físico-química do pó

Após o processo de secagem, amostras dos pós foram submetidas à análise de concentração de antocianinas para as três razões volumétricas leite-polpa de amora (10% leite: 90% polpa de amora), (25% leite: 75% polpa de amora) e (50% leite: 50% polpa de amora), tais pastas foram escolhidas por apresentarem os maiores valores de eficiência de produção de pó, Tabela 5.15.

Tabela 5.15: Concentração média de antocianinas no pó para diferentes razões leite-polpa de amora.

Leite-polpa de amora (V/V)	$C_{\text{ant.}}$ (mg/100g pó)
10% - 90%	$110,67 \pm 0,213$
25% - 75%	$77,98 \pm 2,441$
50% - 50%	$30,91 \pm 0,045$

Analisando as imagens dos pós obtidos a partir das três razões leite-polpa de amora, Figura 5.44, observa-se que o pó (a) apresentou formação de aglomerados e a coloração mais intensa dentre todos os pós. A coloração vermelha mais intensa está associada ao pH mais ácido e à concentração de antocianinas, 41,9% maior quando comparada ao pó (b), proveniente da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)). Como esperado, para a maior concentração de polpa de amora na pasta, obteve-se maior concentração de antocianinas no pó.

A Tabela 5.16 apresenta os resultados das caracterizações físico-químicas do pó proveniente da secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)). É importante ressaltar que nesta pesquisa não ocorreu a instantaneização dos pós produzidos a partir das pastas leite-

polpa de amora. Os pós se mantiveram sobre a superfície da água pelo tempo analisado de 240 minutos.

A análise da degradação das antocianinas foi monitorada durante um período de 140 dias. O pó proveniente da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)) foi armazenado em um armário dentro de uma lata de metal (embalagem típica do leite em pó). O intuito foi simular as condições normais de armazenamento em uma residência após a exposição do produto ao ambiente (abertura da embalagem do produto). Portanto, o pó ficou sujeito às condições climáticas (temperatura e umidade), bem como à presença de oxigênio dentro da embalagem. O intervalo de cada determinação da C_{ant} foi de aproximadamente duas semanas, Figura 5.45.

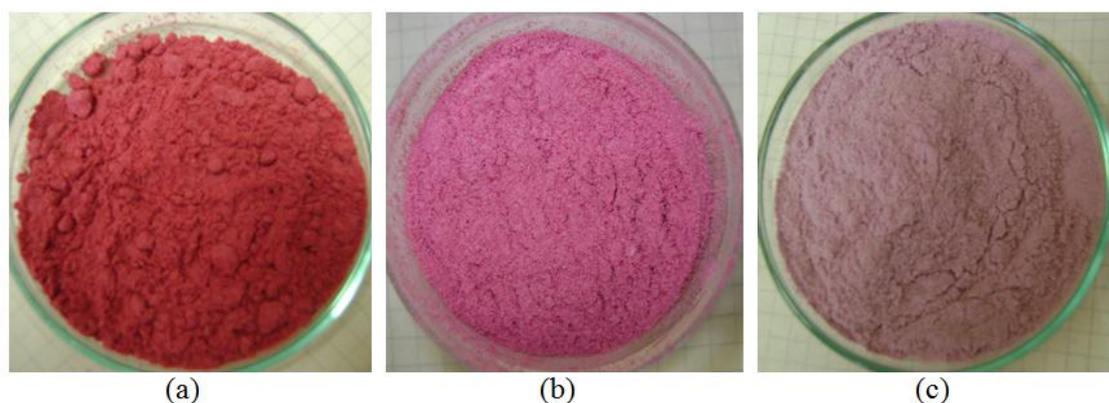


Figura 5.44. Pós obtidos pela secagem das pastas: (a) (10% leite: 90% polpa de amora (V/V)); (b) (25% leite: 75% polpa de amora (V/V)); (c) (50% leite: 50% polpa de amora (V/V)).

Observou-se que nos primeiros 15 dias de armazenamento a C_{ant} diminuiu aproximadamente 44,94% e ao fim do período analisado a degradação foi de aproximadamente 78,50%. Visualmente o pó perdeu sua coloração característica e se tornou marrom; tal fato pode estar relacionado à exposição ao oxigênio, uma vez que amostras isoladas de oxigênio mantiveram visualmente sua pigmentação.

Tabela 5.16: Caracterização físico-química do pó obtido a partir da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)).

Valores médios (%)	Pó
Umidade	3,08
Lipídeos	20,50
Proteínas	19,54
Açúcares redutores	40,40
Acidez titulável (Ac. Lático)	7,29
Cinzas	5,33
$C_{\text{ant.}}$ (mg/100g amostra)	$77,98 \pm 2,441$

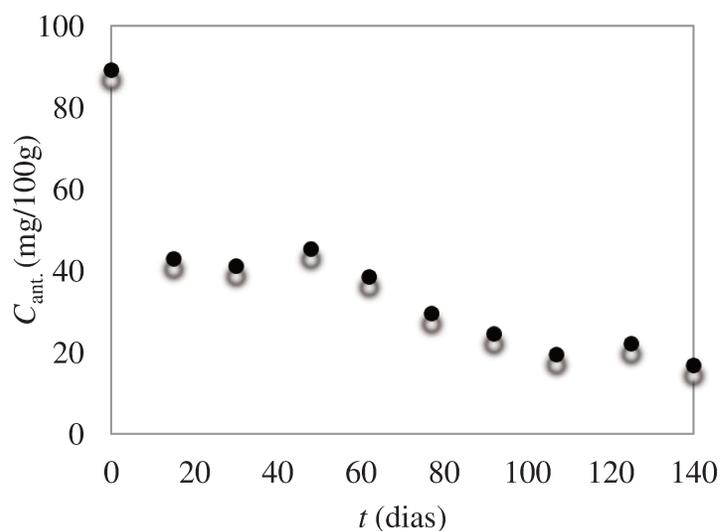


Figura 5.45: Degradação das antocianinas em função do tempo de armazenamento: pó proveniente da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)), $UR_{\text{média}} = 75,7\%$ e temperatura máxima média = $28,4\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.3.2 Evolução dos parâmetros de desempenho e condições de operação do processo durante a secagem da pasta leite-polpa de amora

A retenção experimental média de sólidos aderidos à superfície dos inertes foi determinada a partir da coleta de aproximadamente 3 g de amostra (inerte + pasta) em intervalos de 10 min durante o processo de secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)), Figura 5.46. Observou-se que a retenção de sólidos foi baixa e atingiu o nível máximo nos primeiros 10 minutos e variou irregularmente durante todo processo, mantendo-se em uma faixa de 2,92 a 0,66%. Tais variações estão relacionadas ao desprendimento das camadas de material seco que envolviam a superfície dos inertes, entretanto, os valores apresentados estão diretamente relacionados à amostragem aleatória das partículas no leito de jorro.

A Figura 5.47 apresenta os valores de massa seca de pó coletada em função do tempo de processo para a pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)). Do início da secagem até aproximadamente 60 min, observou-se um crescimento linear da obtenção de pó, e a partir deste ponto, o processo entrou em um estado praticamente estacionário de produção.

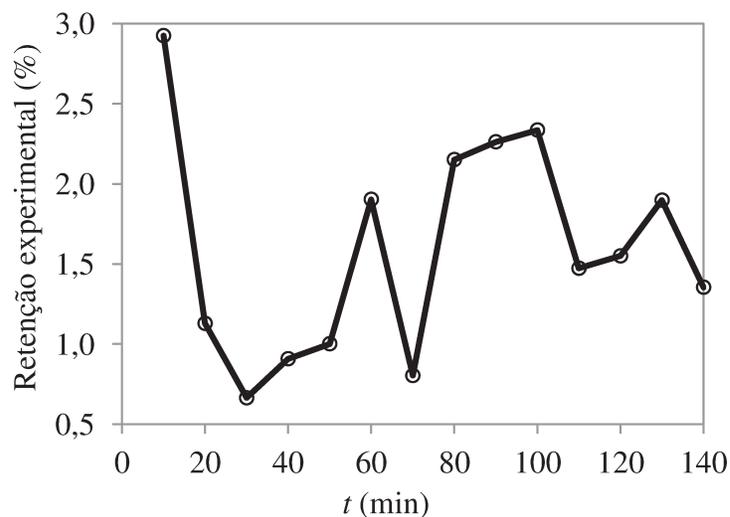


Figura 5.46: Retenção experimental média de sólidos sobre a superfície das partículas, pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)).

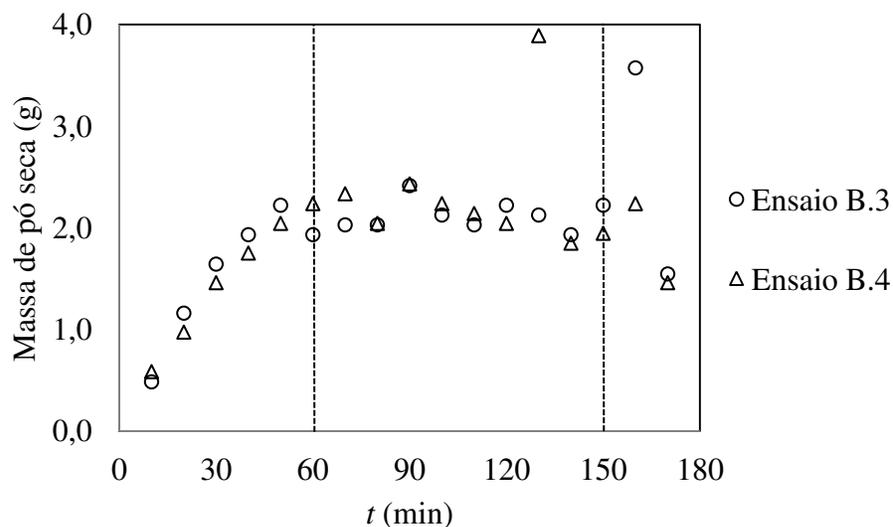


Figura 5.47: Obtenção de pó em função do tempo, pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)) (Tabela 5.12).

Analisando a eficiência da obtenção de pó em função do tempo para as razões volumétricas 10% leite: 90% polpa de amora, 25% leite: 75% polpa de amora e 50% leite: 50% polpa de amora, Figura 5.48, constatou-se que tal parâmetro aumentou com o tempo de processo, apresentando três períodos distintos de crescimento: de 0 a 60 min (aumento linear acentuado); de 60 a 150 min (tênue aumento da eficiência de produção de pó); 150 a 170 min (período pós-alimentação da pasta, observou-se um acentuado aumento da eficiência de produção de pó). Tais resultados sugerem o emprego do processo semi-contínuo, ou seja, com suspensão da alimentação da pasta em intervalos de tempo, o que poderia resultar no aumento da eficiência de produção de pó.

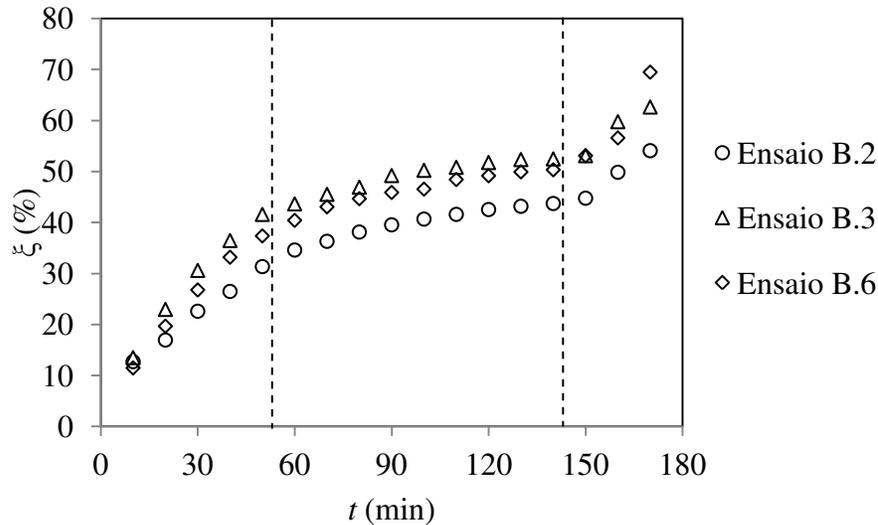


Figura 5.48: Eficiência da obtenção de pó em função do tempo com as pastas leite-polpa de amora: Ensaio B.2 (10%: 90% (V/V)); Ensaio B.3 (25%: 75% (V/V)); Ensaio B.6 (50%: 50% (V/V)), (Tabela 5.12).

A Figura 5.49 apresenta a diferença de umidade absoluta do ar de jorro ($Y_s - Y_e$), e a taxa de evaporação durante o processo de secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)).

É importante destacar que as medidas de umidade relativa e temperatura de bulbo seco, a partir das quais foram obtidos os demais dados psicrométricos, podem estar defasadas devido ao tempo de resposta dos equipamentos de medição. O tempo de resposta do termohigrômetro não foi previamente determinado e tal defasagem pode resultar no deslocamento das curvas de secagem em relação ao eixo das ordenadas. Todavia, tal defasagem não invalida a análise qualitativa dos resultados relativos à secagem da pasta leite-polpa de amora no leito de jorro.

Analisando a Figura 5.49, constatou-se que a evaporação ocorreu rapidamente, sendo que já nos instantes iniciais do processo a diferença de umidade absoluta do ar e a taxa de evaporação atingiram valores praticamente constantes. Observou-se, também, que a taxa de evaporação permaneceu muito próxima à vazão de água alimentada ao leito (água presente na pasta (25%: 75% (V/V))).

As temperaturas do ar de entrada (T_e) e de saída (T_s) e a umidade relativa do ar de saída do leito (UR_s) foram monitoradas durante a realização dos ensaios de secagem de todas as pastas leite-polpa de amora, modificadas ou não. A umidade relativa do ar de entrada (UR_e) foi

determinada antes do início da alimentação da pasta, conforme descrito no Capítulo 4. Como resultado geral, a diferença máxima de temperatura ($T_e - T_s$) foi de 12,5 °C e a máxima umidade relativa de entrada foi de 8,7%. Os baixos valores de UR_e foram assegurados devido à passagem do ar pelo leito de sílica gel.

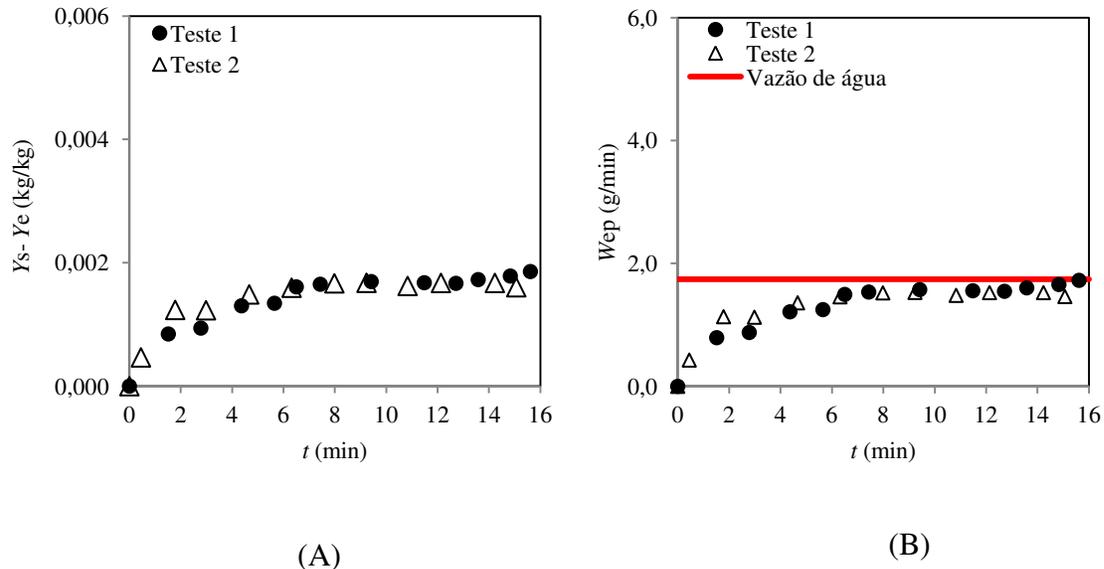


Figura 5.49: Diferença de umidade absoluta do ar (A) e taxa de evaporação durante o processo de secagem (B): Teste B.3 (1) ($Y_e = 0,0094$ kg água/kg ar seco); Teste B.4 (2) ($Y_e = 0,0073$ kg água/kg ar seco). A linha vermelha representa a vazão de água adicionada ao leito.

5.4 Estudo de estabilidade fluidodinâmica e secagem de leite e pasta leite-polpa de amora em leito de jorro retangular com dupla fenda

O presente tópico reporta as atividades desenvolvidas junto ao *Chemical and Biological Engineering Department (CHBE)* da *University of British Columbia*.

5.4.1 Caracterização física dos inertes empregados nos ensaios de secagem e caracterização físico-química das pastas

Como já mencionado no Capítulo 4, para os ensaios de secagem das pastas, empregou-se como inertes três diferentes tipos de polímeros (PVC, PS e PEAD). Tal escolha se baseou, além da disponibilidade, nas características físicas, nas interações com o alimento e na baixa energia superficial dos sólidos escolhidos (KWOK e NEUMANN, 1999; VIEIRA *et alli*, 2004). As partículas inertes foram caracterizadas quanto à forma, tamanho (d_p), densidade real (ρ_{real}) e *bulk* (ρ_{bulk}), porosidade do leito fixo (ϵ_{lf}), esfericidade (Φ) e energia de superfície (γ_{sv}), Tabela 5.17.

Tabela 5.17: Caracterização física dos inertes.

Material	PVC	PEAD	PS
Forma	disco (<i>pellet</i>)	irregular (<i>pellet</i>)	lenticular
d_p (mm) ^a	5,14±0,208	4,72±0,263	5,19±0,260
Φ ^a	0,93±0,02	0,82±0,07	0,87±0,03
ρ_{bulk} (kg/m ³) ^b	775,7±3,38	754,0±6,8	663,2±4,6
ρ_{real} (kg/m ³) ^b	1397,3±2,35	1285,5±0,91	1051,9±0,6
γ_{sv} (mN/m)	39	31	32
ϵ_{lf} (%)	44,48	41,34	36,85

^adesvio padrão; ^bdesvio médio

É importante recapitular que a energia superficial de um sólido é uma propriedade relacionada às forças intermoleculares do mesmo. Quanto maior a força intermolecular, maior a energia de superfície e maior a receptividade de um líquido pelo sólido. O vidro, por exemplo, possui alta energia de superfície ($\gamma_{\text{sv}} = 85$ mN/m) (KWOK e NEUMANN, 1999). Baixos valores

de energia de superfície, por sua vez, estão relacionados com uma fraca adesão de um líquido sobre a superfície sólida, indicando um bom desempenho deste material como inerte em um processo de secagem. Analisando a Tabela 5.17, constatou-se que todos os polímeros (PVC, PEAD e PS) possuem baixa energia de superfície e de mesma ordem de grandeza.

A Tabela 5.18 apresenta a caracterização físico-química da polpa de amora (*in natura*), do leite reconstituído (empregado diretamente nos ensaios de secagem), do leite reconstituído concentrado (empregado na formulação da pasta leite-polpa de amora), e da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (m/m)).

Tabela 5.18: Caracterização físico-química da polpa de amora *in natura*, leite reconstituído, leite reconstituído concentrado e pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (m/m)).

Análise	Polpa de amora	Leite reconstituído	Leite reconst. concentrado	Pasta
C_s (kg/kg)	0,1015±0,0017	0,1880±0,001	0,4849±0,0178	0,1985±0,0006
Brix %	5,0	-	44,00	14,2
Açúcares redutores %	1,64	7,14	17,85	5,11
Lactose %	-	7,14	17,85	5,11
Glicose %	0,74	-	-	< 0,25
Frutose %	0,90	-	-	< 0,25
Lipídeos %	0,39	5,32	13,30	3,52
Proteínas %	0,43	5,41	13,54	3,52
pH	2,96	-	6,22	3,82
Antocianidinas % (m/m)	0,10	-	-	0,05
C_{ant} % (m/m)	0,17	-	-	0,08

5.4.2 Estudo fluidodinâmico inicial

Na primeira fase do estudo fluidodinâmico, empregaram-se partículas inertes de vidro ($d_p= 1,64$ mm) e poliestireno ($d_p= 5,19$ mm). O ar de jorro foi controlado por uma única válvula e

homogeneizado em uma única câmara *plenum*. Como indicativo da estabilidade dinâmica do sistema, relacionou-se a velocidade total do ar na linha ao início do regime de jorro (mínima velocidade total para o início do regime de jorro (U_{Tjm})), para ambas as câmaras.

Devido à presença de uma placa defletora (comprimento de 30 cm), Figura 4.3, o leito foi parcialmente dividido em duas câmaras (direita e esquerda). A placa defletora foi posicionada a aproximadamente 2,5 cm acima do leito fixo, o que permitiu o contato das partículas entre ambas as câmaras, na base e no topo do leito. As Figuras 5.50 e 5.51 apresentam exemplos das curvas de queda de pressão versus velocidade total de ar crescente e as Figuras 5.52 e 5.53 apresentam exemplos das curvas para velocidade total de ar decrescente, usando partículas de vidro, em duplicata.

As curvas fluidodinâmicas de vazão crescente e decrescente são apresentadas separadamente com o propósito de facilitar a visualização das variações dos parâmetros fluidodinâmicos (ΔP_M , U_{Tjm} , ΔP_S) entre as duas câmaras (direita e esquerda). Analisando as Figuras 5.50 a 5.53 é possível constatar que as curvas fluidodinâmicas possuem perfis típicos de leito de jorro (MATHUR e EPSTEN, 1974). A partir das curvas de velocidade crescente (ida), a queda de pressão máxima do leito pode ser identificada para cada altura de leito fixo. A mínima velocidade total para o início do regime de jorro e a queda de pressão de jorro estável foram obtidas das curvas de velocidade decrescente (volta).

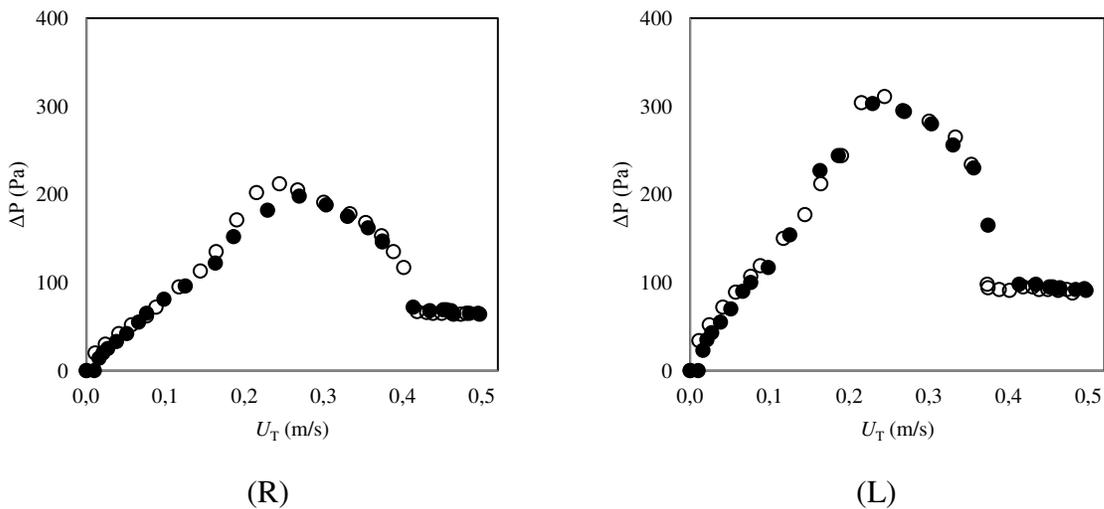


Figura 5.50: Curva fluidodinâmica do leito de partículas de vidro, $H= 10$ cm, velocidade total do ar crescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.

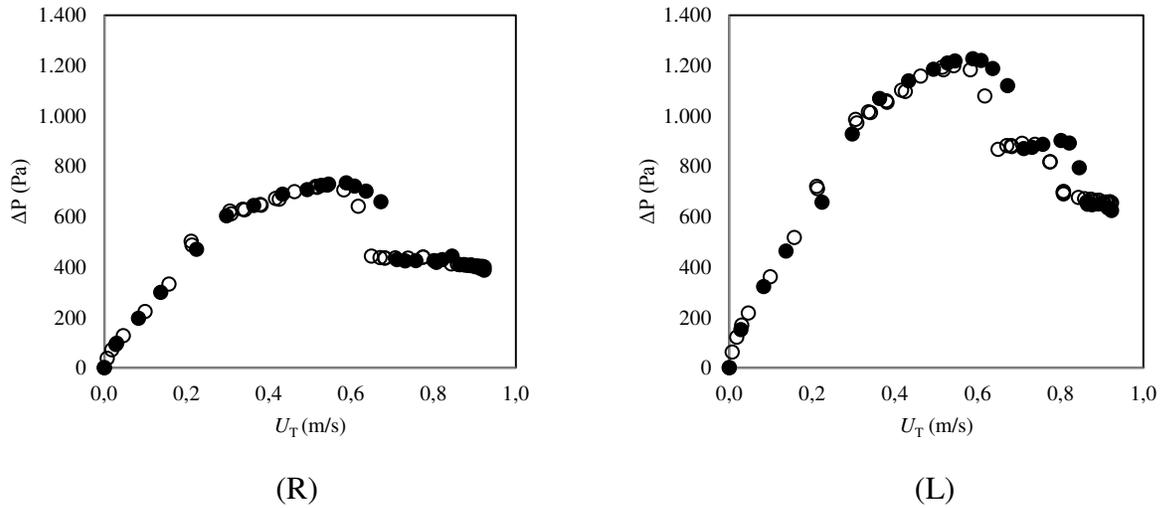


Figura 5.51: Curva fluidodinâmica do leito de partículas de vidro, $H= 35,5$ cm, velocidade total do ar crescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.

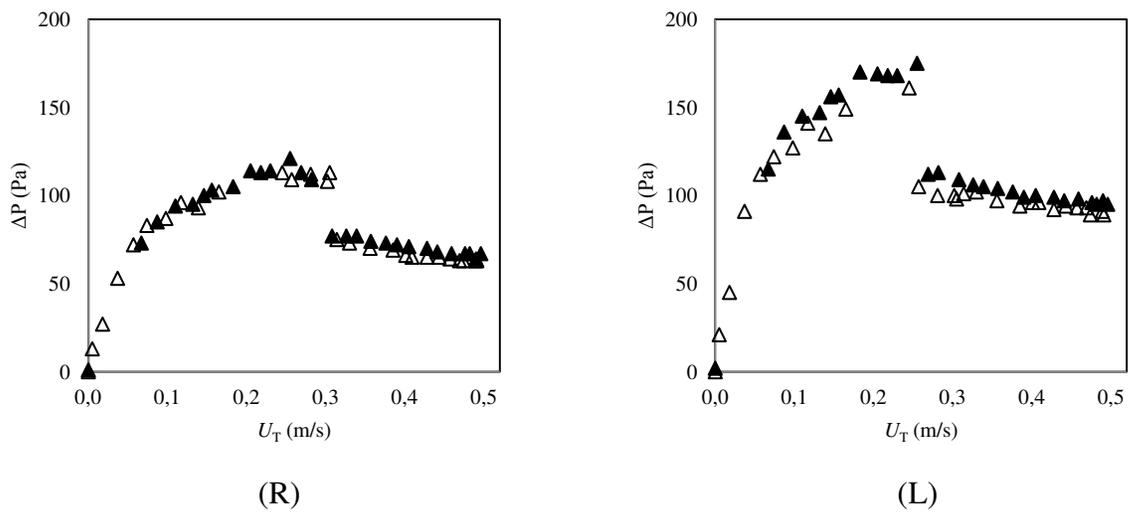


Figura 5.52: Curva fluidodinâmica para partículas de vidro, $H= 10$ cm, velocidade total do ar decrescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.

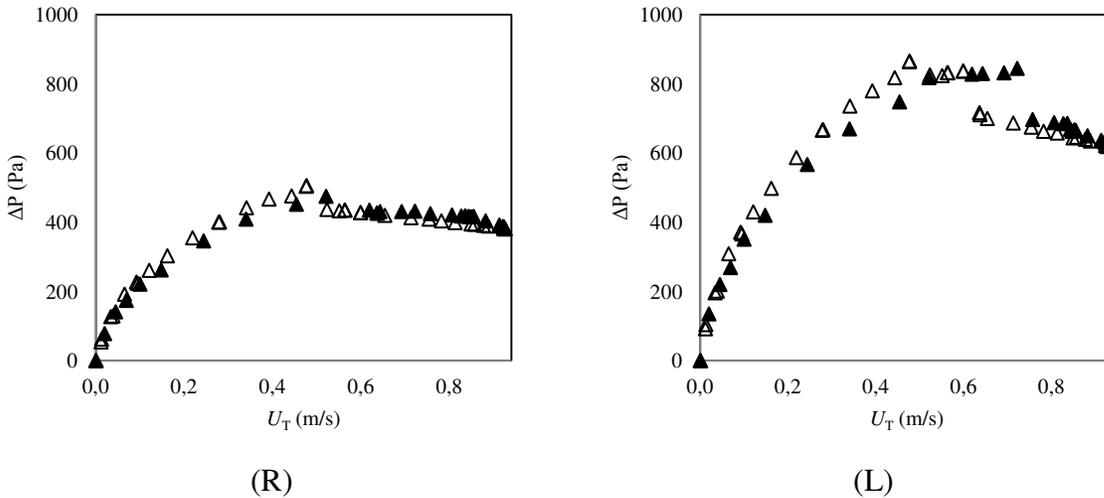


Figura 5.53: Curva fluidodinâmica do leito de partículas de vidro, $H= 35,5$ cm, velocidade total do ar decrescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.

As Tabelas 5.19 e 5.20 apresentam os valores dos parâmetros fluidodinâmicos, em duplicata, variação e valor médio dos mesmos, para as câmaras da direita e esquerda, respectivamente. Para um melhor entendimento do texto, definiu-se como “Desvio” o desvio médio dos valores de um determinado parâmetro fluidodinâmico (duplicata) em uma determinada câmara. Por outro lado, definiu-se como “diferença” a variação dos valores de um determinado parâmetro fluidodinâmico entre as câmaras direita e esquerda.

Tabela 5.19: Queda de pressão máxima e mínima velocidade total para o início do regime de jorro, em duplicata, câmara da direita (partículas de vidro).

H (cm)	ΔP_M (Pa)	Desvio (%)	$\overline{\Delta P_M}$ (Pa)	U_{Tjm} (m/s)	Desvio (%)	$\overline{U_{Tjm}}$ (m/s)
10,1	198 212	7,0	205	0,30 0,31	3,3	0,30
15,2	269 302	12,2	285,5	0,40 0,28	42,8	0,34
20,3	379 404	6,6	391,5	0,55 0,42	30,9	0,48
25,4	525 530	0,9	527,5	0,69 0,48	43,7	0,58
30,4	626 648	3,5	637	0,57 0,51	11,75	0,54
35,5	734 725	1,2	729,5	0,75 0,52	44,2	0,63

Tabela 5.20: Queda de pressão máxima e mínima velocidade total para manutenção do regime de jorro, em duplicata, câmara da esquerda (partículas de vidro).

H (cm)	ΔP_M (Pa)		Desvio (%)	$\overline{\Delta P_M}$ (Pa)	U_{Tjm} (m/s)		Desvio (%)	$\overline{U_{Tjm}}$ (m/s)
10,1	303	311	2,6	307	0,26	0,25	4,0	0,25
15,2	401	467	16,4	434	0,36	0,31	16,1	0,33
20,3	614	635	3,4	624	0,55	0,42	30,9	0,48
25,4	864	857	0,8	860	0,59	0,55	7,2	0,57
30,4	1022	1081	5,7	1051	0,77	0,58	32,7	0,67
35,5	1227	1199	2,3	1213	0,75	0,63	19,0	0,69

Os desvios da queda de pressão máxima em ambas as câmaras permaneceram abaixo de 7% para todas as alturas de leito fixo, exceto para $H= 15, 2$ cm (12,2% para a câmara da direita e 16,4% para a câmara da esquerda). Entretanto, a mínima velocidade total para o início do regime de jorro apresentou significativos desvios em ambas as câmaras, chegando a 44,2%, ou seja, mostrando a dificuldade de reproduzir esse parâmetro em cada câmara.

A Figura 5.54 apresenta os valores médios de queda de pressão de jorro estável em função da altura de leito fixo. Observou-se que a ΔP_S aumentou com o aumento da altura de leito fixo para ambas as câmaras, apresentando valores maiores para a câmara da esquerda. A diferença de ΔP_S entre as duas câmaras (L- R) também aumentou com o aumento da altura de leito fixo (para $H= 10$ cm, L-R= 29 Pa; para $H= 35, 5$ cm, L-R= 231 Pa). A Figura 5.55 apresenta os valores de queda de pressão máxima média em função da altura do leito para as câmaras da direita e da esquerda. Observa-se que para todas as alturas de leito fixo, a queda de pressão máxima média é maior para a câmara da esquerda, sendo que esta diferença aumentou significativamente com o aumento de H (diferença de queda máxima de pressão de 102 a 483 Pa).

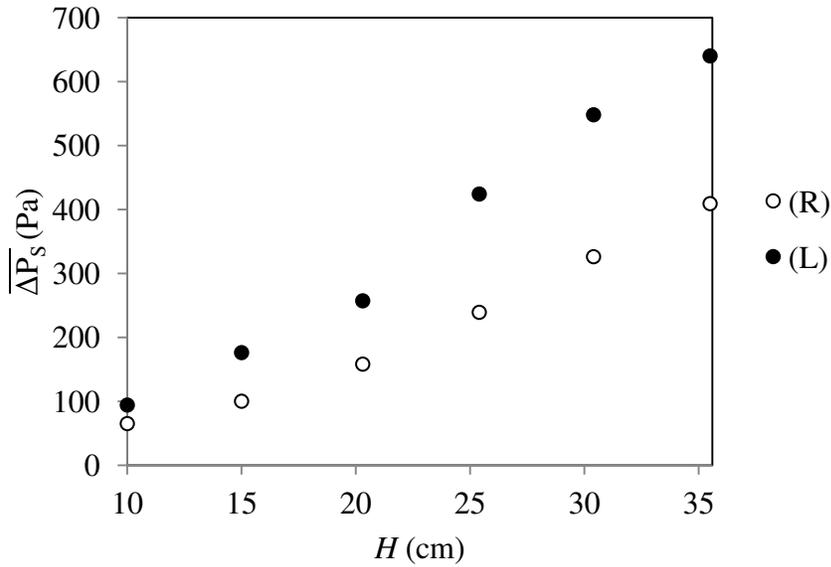


Figura 5.54: Queda de pressão de jorro estável em função da altura de leito fixo, partículas de vidro: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.

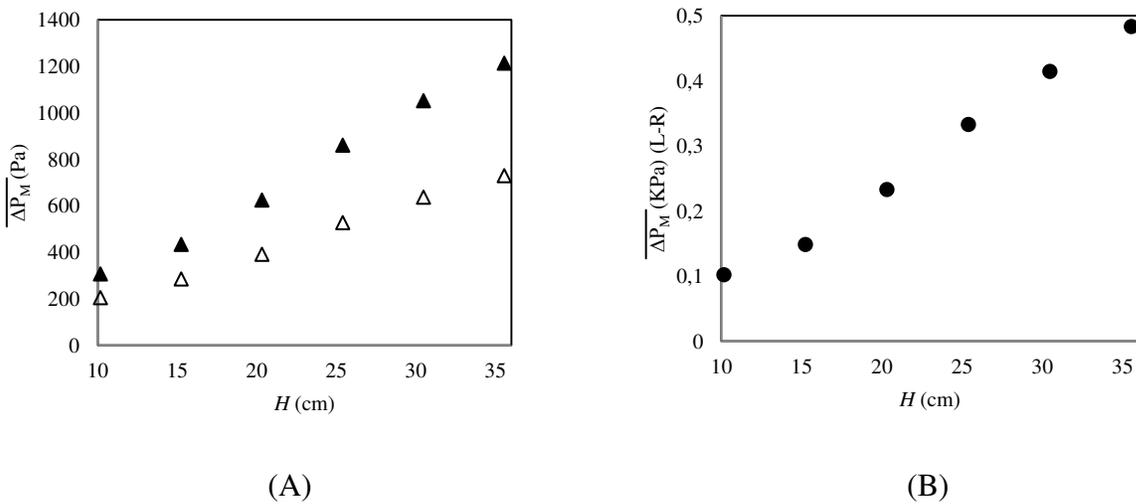


Figura 5.55: (A) queda de pressão máxima média em função da altura do leito (Δ = câmara da direita e \blacktriangle = câmara da esquerda) e (B) perfil da diferença da queda de pressão máxima média em função da altura do leito (partículas de vidro).

A Figura 5.56 apresenta o perfil da mínima velocidade total para o início do regime de jorro média em função da altura de leito fixo para as câmaras da direita e da esquerda (A). Os

valores da diferença de U_{Tjm} (B), permaneceram abaixo de 0,06 m/s para todas as alturas de leito fixo, exceto para $H= 30,4$ cm, cuja diferença foi de 0,133 m/s.

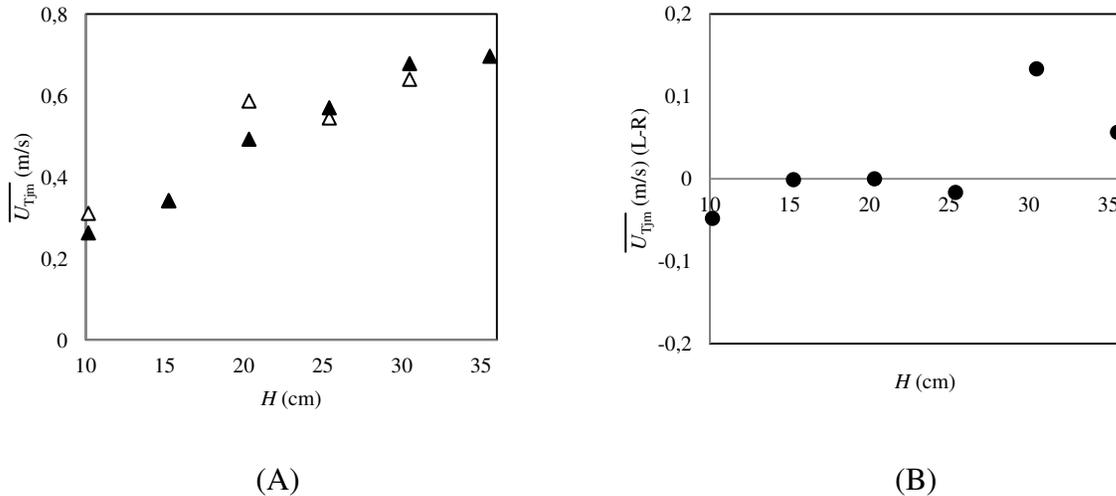


Figura 5.56: (A) perfil da mínima velocidade total média para o início do regime de jorro em função da altura do leito fixo (Δ = câmara da direita e \blacktriangle = câmara da esquerda) e (B) perfil da diferença de $\overline{U_{Tjm}}$ em função da altura do leito fixo (partículas de vidro).

Grandes variações dos parâmetros fluidodinâmicos, tanto em relação à reprodutibilidade dos mesmos em cada câmara (duplicatas) como ao surgimento de diferença de ΔP_M e U_{Tjm} , estão diretamente relacionadas à preferência da passagem do ar pela câmara da direita e/ou esquerda. Tal comportamento pode estar relacionado à variação da massa de partículas entre as câmaras e a pequenas diferenças geométricas e superficiais das aberturas de entrada do ar (fendas). É importante destacar que os inertes de ambas as câmaras permaneceram em constante contato, uma vez que a base da placa defletora foi posicionada a uma altura superior à altura do leito fixo, aproximadamente 2,5 cm.

Portanto, inverteu-se a posição das fendas e novos ensaios fluidodinâmicos foram realizados. A Figura 5.57 apresentam os valores de queda de pressão máxima média em função da altura do leito fixo para as câmaras da direita e esquerda, respectivamente. Constatou-se que a inversão da posição das fendas não alterou significativamente a queda de pressão máxima média, independente da altura do leito fixo e da câmara avaliada. Entretanto, analisando a Figura 5.58, observa-se que a U_{Tjm} média aumentou significativamente com a inversão das fendas.

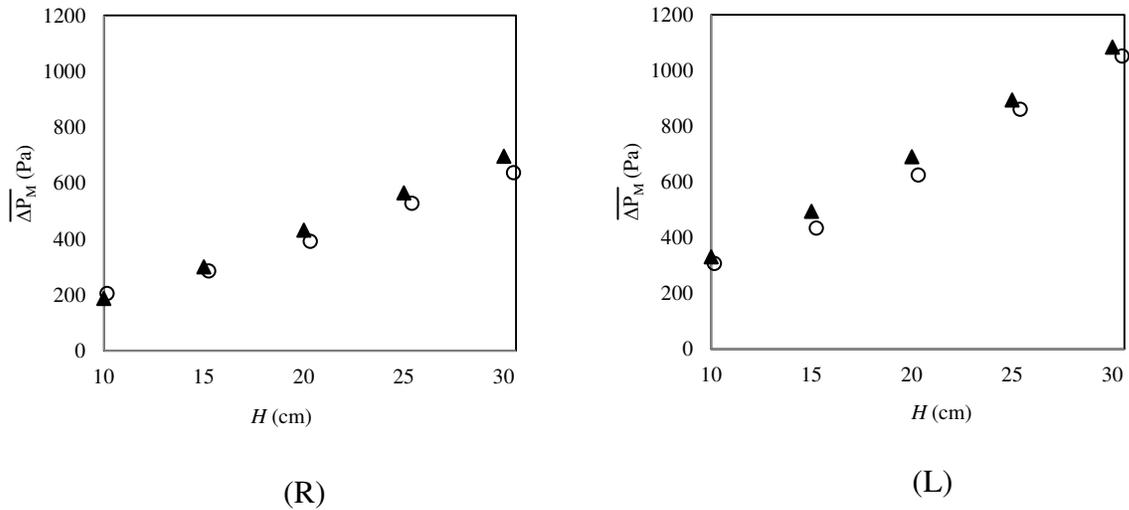


Figura 5.57: Queda de pressão máxima média em função da altura de leito fixo usando partículas de vidro: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda (▲ representam os dados obtidos a partir da inversão da posição das fendas).

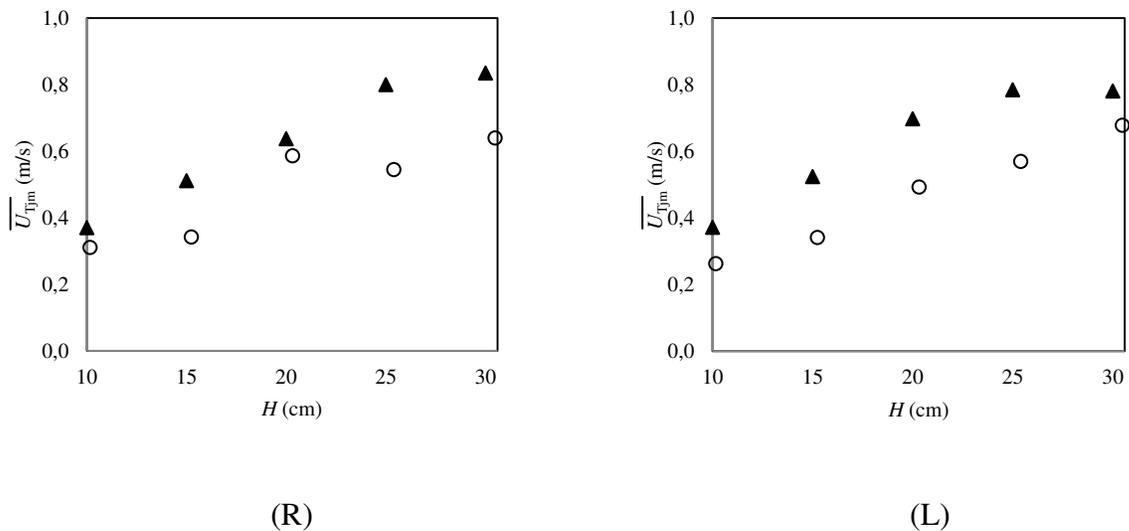


Figura 5.58: Mínima velocidade total para o início do regime de jorro média em função da altura de leito fixo usando partículas de vidro: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda (▲ representa os dados obtidos a partir da inversão da posição das fendas).

Ensaio empregando partículas de PS (características físicas diferentes das partículas de vidro, $\rho_{\text{real}}=1051,9 \text{ kg/m}^3$, $d_p= 5,19 \text{ mm}$ e formato lenticular) foram realizados com o propósito de determinar os parâmetros fluidodinâmicos (U_{Tjm} e ΔP_M). Avaliou-se a estabilidade dinâmica em

função da massa de inerte, visando a possível aplicação desse tipo de partícula nos processos de secagem. As cargas de sólido foram de 1,4 kg, 1,8 kg, 2,2 kg e 2,8 kg. Os gráficos da queda de pressão no leito *versus* a velocidade total do ar encontram-se disponíveis no Apêndice B.

As Figuras 5.59 e 5.60 apresentam as diferenças de queda de pressão máxima média e de U_{Tjm} média em função da massa de inerte. Assim como para as partículas de vidro, os parâmetros fluidodinâmicos apresentaram significativos desvios quando comparados às suas respectivas duplicatas, bem como, significativas variações entre as câmaras da direita e esquerda. Ainda, seguiram o mesmo padrão de comportamento entre as câmaras.

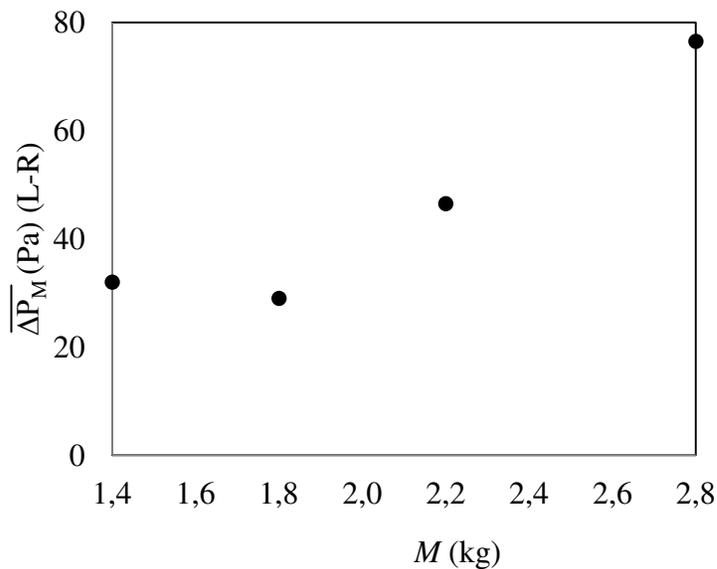


Figura 5.59: Diferença de queda de pressão máxima média em função da massa de partículas de poliestireno.

Após a realização deste estudo, constatou-se que ao empregar uma única câmara *plenum* a ocorrência de fluxo de ar uniforme através das fendas não pode ser assegurada, resultando em instabilidade dinâmica do leito. Segundo a literatura, uma vez estabelecido o regime de jorro em uma das câmaras, a queda de pressão diminui quando comparada com a queda de pressão da câmara onde o regime de jorro ainda não se faz presente. Assim, o fluxo de gás será maior através da fenda onde o regime de jorro já está ativado (CHEN, 2007).

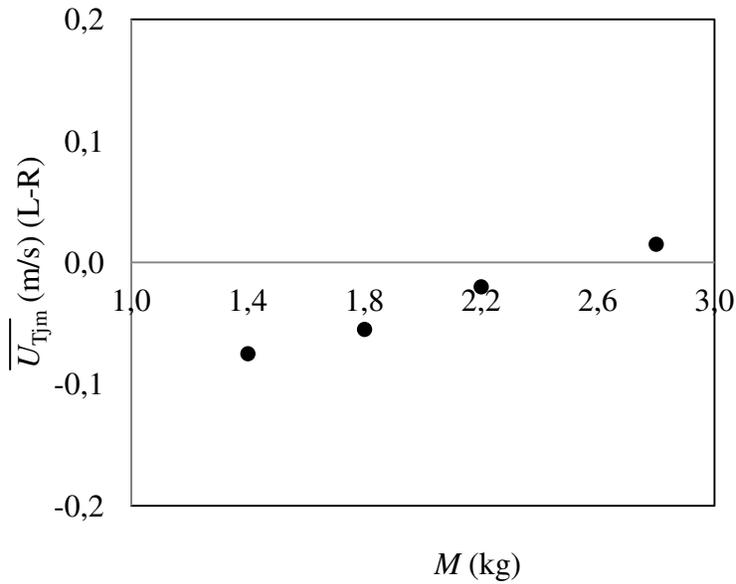


Figura 5.60: Diferença de mínima velocidade total para o início do regime de jorro média em função da massa de partículas de poliestireno.

Para a configuração de leito de jorro empregada nos ensaios de secagem, a câmara *plenum* foi dividida em duas câmaras, completamente isoladas uma da outra com o intuito de melhorar a dinâmica do regime de jorro e evitar as variações de ΔP_M e U_{Tjm} observadas nos resultados anteriores. Desta forma, a linha de ar foi dividida em duas e controlada separadamente por duas válvulas. O critério empregado foi o ajuste das válvulas de tal forma que as alturas das fontes (esquerda e a direita) fossem o mais próximo possível.

5.4.3 Estudo fluidodinâmico em leito de jorro retangular com duas câmaras *plenum* completamente separadas e vazão de ar controlada por duas válvulas

O estudo foi conduzido empregando cargas de sólido de: 1,4 kg, 1,6 kg, 1,8 kg, 2,0 kg, 2,2 kg, 2,4 kg e 2,6 kg com o poliestireno (PS); 1,6 kg, 1,8 kg e 2,0 kg com o policloreto de vinila (PVC); 1,6 kg com o polietileno de alta densidade (PEAD). Os ensaios fluidodinâmicos foram realizados em duplicata para todas as cargas e os valores dos parâmetros fluidodinâmicos estão sintetizados nas Tabelas 5.21 a 5.24. A queda de pressão no leito foi obtida por meio de transdutores diferenciais devidamente calibrados. A precisão das medições de queda de pressão

no leito foi de $\pm 10,4$ Pa e da mínima velocidade total para o início do regime de jorro de $\pm 0,007$ m/s.

Como especificado no Capítulo 4, devido às características geométricas do equipamento, os pontos de tomada da queda de pressão foram fixados a 4,7 cm e 56,2 cm acima da entrada de ar no leito (base do leito), região anular. A tomada da pressão absoluta nas câmaras *plenum* foi fixada a 12 cm abaixo da base do leito. Os gráficos de queda de pressão no leito versus a velocidade total do ar se encontram exemplificados pelas Figuras 5.61 e 5.62.

A Figura 5.63 apresenta os valores de pressão absoluta em cada câmara *plenum* em função da velocidade total de ar, para a carga de 1,4 kg (PS). Observou-se que a pressão absoluta nas duas câmaras *plenum* permaneceu praticamente a mesma conforme se aumentou a velocidade do ar. Após o estabelecimento do regime de jorro, a altura da fonte aumentou rapidamente com o mínimo aumento da velocidade do ar de jorro, acarretando na elutriação das partículas. Tal fato limitou o acompanhamento da queda de pressão para uma ampla faixa de velocidade do ar.

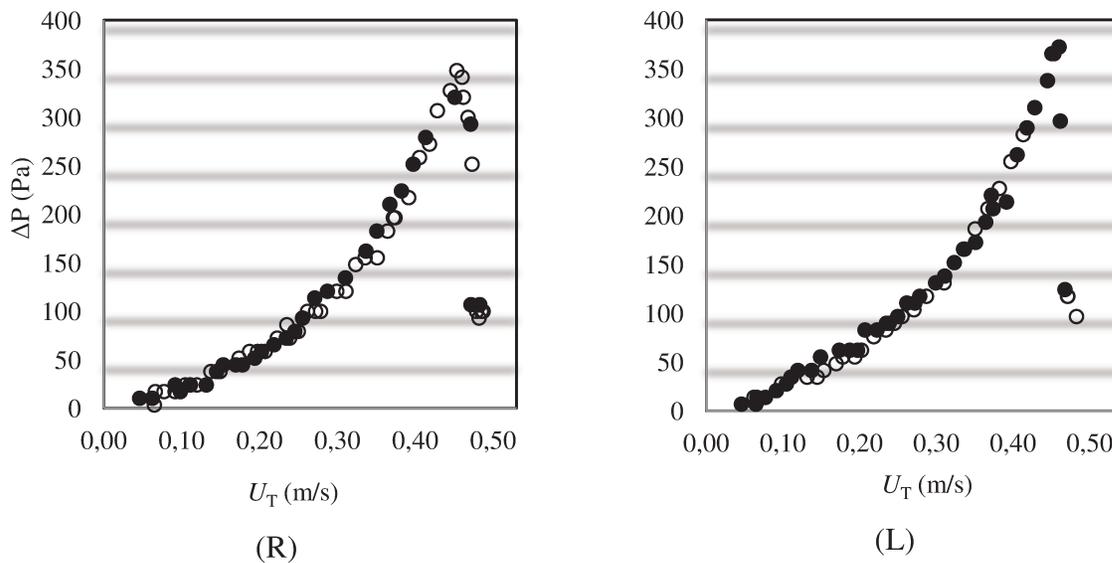


Figura 5.61: Curva fluidodinâmica usando partículas de PS, $M= 1,6$ kg, $H= 12,7$ cm, velocidade crescente, câmara da direita (R) e esquerda (L).

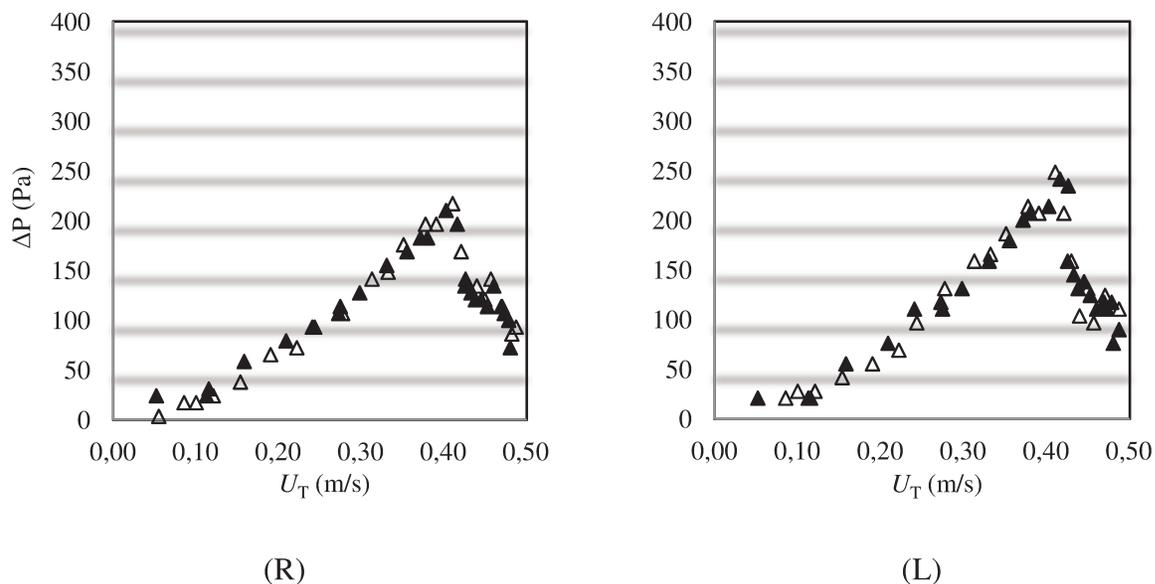


Figura 5.62: Curva fluidodinâmica usando partículas de PS, $M= 1,6$ kg, $H= 12,7$ cm, velocidade decrescente, câmara da direita (R) e esquerda (L).

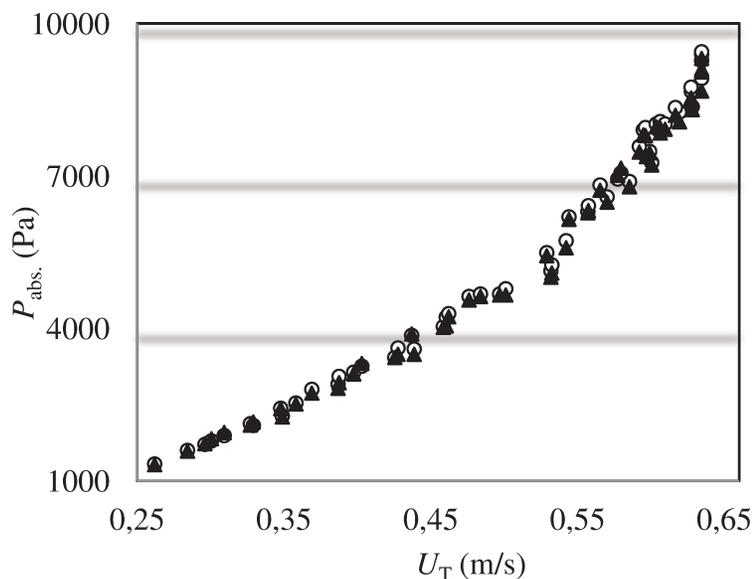


Figura 5.63: Pressão absoluta em função da velocidade total, (\circ) câmara da esquerda e (\blacktriangle) câmara da direita, $M= 1,4$ kg de PS.

As Tabelas 5.21 a 5.24 apresentam os valores de queda de pressão máxima e mínima velocidade total para o início do regime de jorro, em duplicata, variação dos valores e média destes parâmetros para o PS, PEAD e PVC.

Tabela 5.21: Queda de pressão máxima e mínima velocidade total para o início do regime de jorro, em duplicata, para a câmara da direita (partículas de PS).

M (kg)	H (cm)	ΔP_M (Pa)	Desvio (%)	$\overline{\Delta P_M}$ (Pa)	U_{Tjm} (m/s)	Desvio (%)	$\overline{U_{Tjm}}$ (m/s)
1,4	11,7	269 269	0,0	269	0,39 0,4	2,6	0,40
1,6	12,7	310 337	8,7	323	0,43 0,43	0,0	0,43
1,8	13,5	400 420	5,0	410	0,45 0,45	0,0	0,45
2,0	14,7	489 510	4,2	499	0,46 0,46	0,0	0,46
2,2	15,7	530 572	7,9	551	0,45 0,46	2,2	0,46
2,4	16,7	620 648	4,5	634	0,48 0,48	0,0	0,48
2,6	17,7	669 710	6,1	689	0,49 0,49	0,0	0,49

Tabela 5.22: Queda de pressão máxima e mínima velocidade total para o início do regime de jorro, em duplicata, para a câmara da esquerda (partículas de PS).

M (kg)	H (cm)	ΔP_M (Pa)	Desvio (%)	$\overline{\Delta P_M}$ (Pa)	U_{Tjm} (m/s)	Desvio (%)	$\overline{U_{Tjm}}$ (m/s)
1,4	11,7	255 276	8,2	265	0,39 0,41	5,1	0,40
1,6	12,7	358 365	1,9	361	0,43 0,43	0,0	0,43
1,8	13,5	400 427	6,7	413	0,45 0,45	0,0	0,45
2,0	14,7	476 510	7,1	493	0,46 0,47	2,2	0,47
2,2	15,7	538 569	5,7	553	0,47 0,47	0,0	0,47
2,4	16,7	607 634	4,4	620	0,48 0,48	0,0	0,48
2,6	17,7	738 731	0,9	734	0,49 0,49	0,0	0,49

Tabela 5.23: Queda de pressão máxima e mínima velocidade total para o início do regime de jorro, em duplicata, para a câmara da direita.

PVC									
M (kg)	H (cm)	ΔP_M (Pa)		Desvio (%)	$\overline{\Delta P_M}$ (Pa)	U_{Tjm} (m/s)		Desvio (%)	$\overline{U_{Tjm}}$ (m/s)
1,6	11,2	335	335	0,0	335	0,50	0,49	2,0	0,50
1,8	12,2	440	467	6,1	453	0,52	0,51	2,0	0,52
2,0	12,7	522	550	5,4	536	0,53	0,53	0,0	0,53
PEAD									
1,6	11,2	366	393	7,4	379	0,45	0,45	0,0	0,45

Tabela 5.24: Queda de pressão máxima e mínima velocidade total para o início do regime de jorro, em duplicata, para a câmara da esquerda.

PVC									
M (kg)	H (cm)	ΔP_M (Pa)		Desvio (%)	$\overline{\Delta P_M}$ (Pa)	U_{Tjm} (m/s)		Desvio (%)	$\overline{U_{Tjm}}$ (m/s)
1,6	11,2	301	329	9,3	315	0,47	0,49	4,3	0,48
1,8	12,2	375	431	14,9	403	0,51	0,49	4,1	0,50
2,0	12,7	528	528	0,0	528	0,53	0,53	0,0	0,53
PEAD									
1,6	11,2	368	410	11,4	389	0,49	0,48	2,1	0,49

As Figuras 5.64 e 5.66 apresentam os valores da diferença de queda de pressão máxima média entre as câmaras da direita e da esquerda com o PS, o PVC e o PEAD. As Figuras 5.65 e 5.67 apresentam os valores de queda de pressão máxima média nas câmaras da direita e da esquerda para o PS e o PVC, respectivamente. Constatou-se que a máxima diferença da queda de pressão máxima média entre as câmaras da direita e da esquerda foi inferior a 60 Pa (aproximadamente 12,4%) e a queda de pressão máxima média aumentou com o aumento da carga de inertes.

O emprego de duas câmaras *plenum* completamente separadas e das válvulas para regulagem da vazão de ar de jorro resultou no satisfatório controle dinâmico do regime de jorro, sendo tal fato evidenciado pelos baixos valores do desvio das duplicatas, bem como, pelos baixos

valores das diferenças dos parâmetros fluidodinâmicos (ΔP_M e U_{Tjm}). Visualmente, as alturas das fontes se mantiveram semelhantes e constantes durante as análises. Portanto, concluiu-se que a configuração proposta apresentou condições dinâmicas de jorro viáveis para possíveis aplicações em processos de secagem de pastas e líquidos e em processos de recobrimento de partículas.

A partir de análise fluidodinâmica e visual, optou-se por empregar nos ensaios de secagem as seguintes cargas de inertes: PS (1,6 kg e 2,0 kg); PVC (1,6 kg e 1,8 kg); PEAD (1,6 kg).

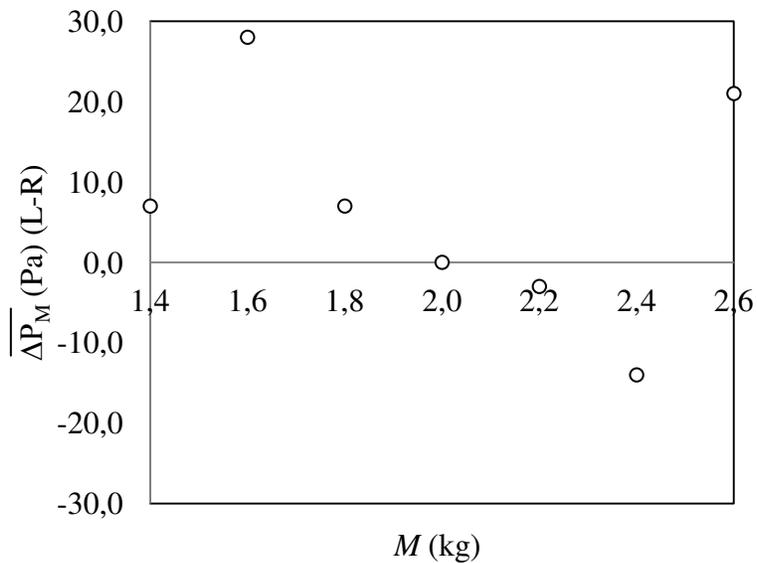


Figura 5.64: Diferença da queda de pressão máxima média entre as câmaras da direita (R) e da esquerda (L), usando partículas de PS.

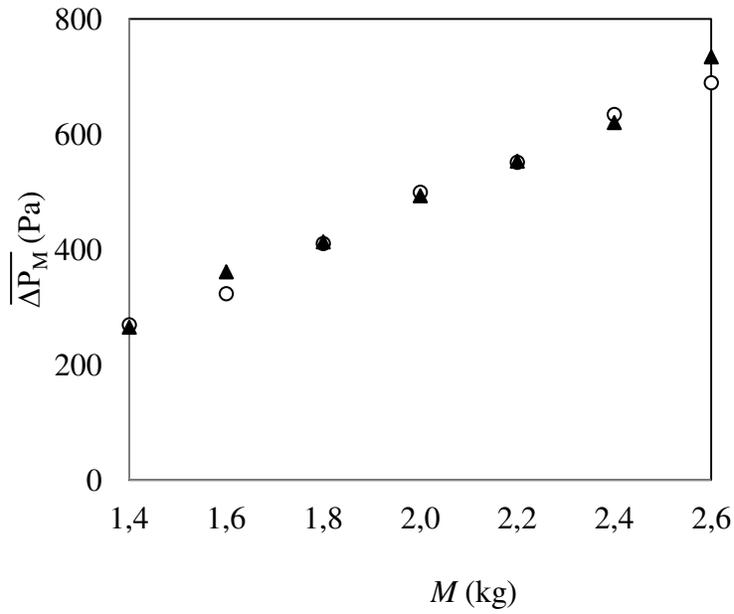


Figura 5.65: Queda de pressão máxima média para as câmaras da direita (○) e da esquerda (▲), em função da massa de partículas de poliestireno.

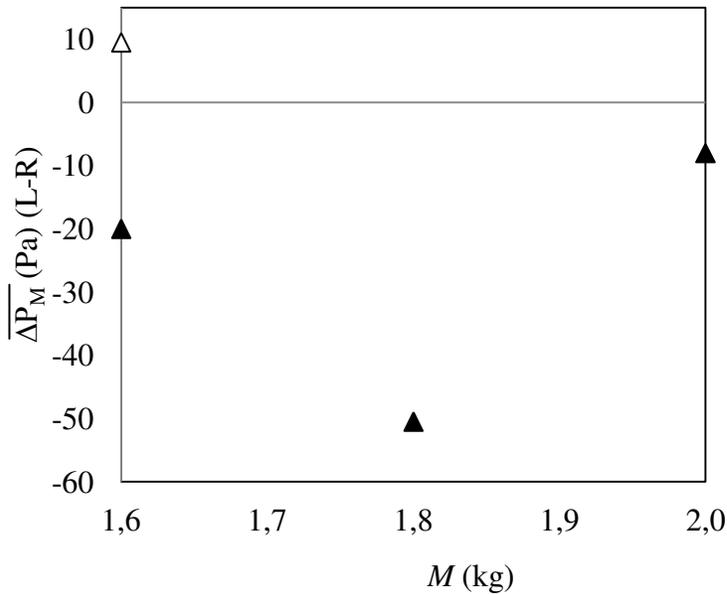


Figura 5.66: Diferença da queda de pressão máxima média entre as câmaras da direita (R) e da esquerda (L), em função da massa de inerte (▲= PVC e △= PEAD).

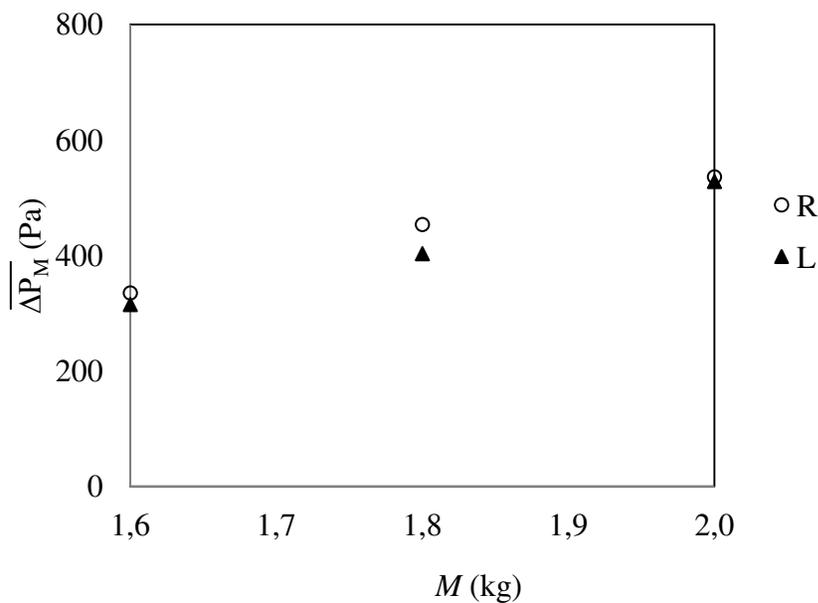
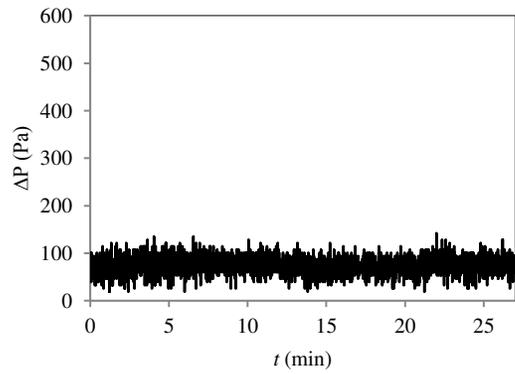


Figura 5.67: Queda de pressão máxima média entre as câmaras direita (○) e da esquerda (▲), em função da massa de PVC.

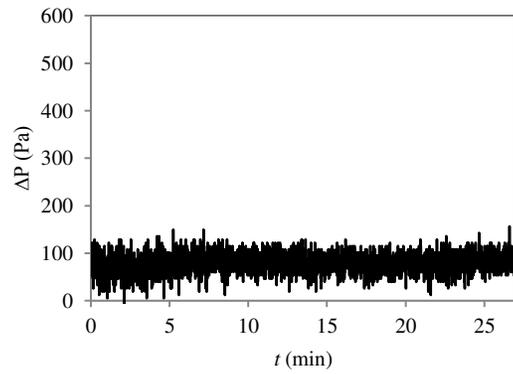
5.4.4 Influência da adição de pasta na queda de pressão de jorro estável

A influência da adição de pasta na queda de pressão de jorro estável foi analisada durante os ensaios de secagem do leite reconstituído a diferentes vazões, empregando como inerte o PVC. As informações sobre os experimentos se encontram na Tabela 4.2. Os perfis de queda de pressão são apresentados nas Figuras 5.68 e 5.69. Constatou-se que a adição da pasta nas vazões estudadas não causou alterações no parâmetro avaliado, apesar da visualização da diminuição da velocidade de circulação das partículas em alguns ensaios.

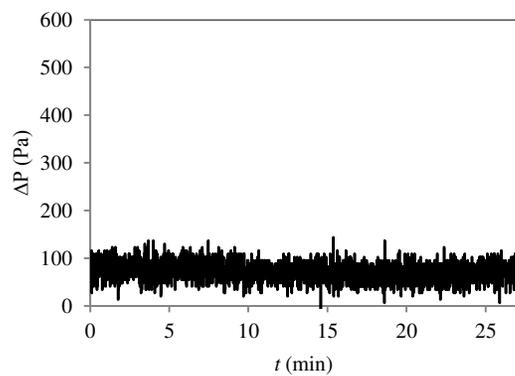
Após o início da alimentação da pasta ocorreu um acentuado aumento da altura da fonte, resultando na elutriação das partículas de PVC. Para evitar tal comportamento, diminuía-se a velocidade de entrada do ar até que a altura da fonte se normalizasse. Este fenômeno evidenciou o decréscimo da velocidade de jorro mínimo pela presença da pasta no leite para todos os ensaios. Entretanto, isto não ocorreu quando se utilizou o PS e o PEAD.



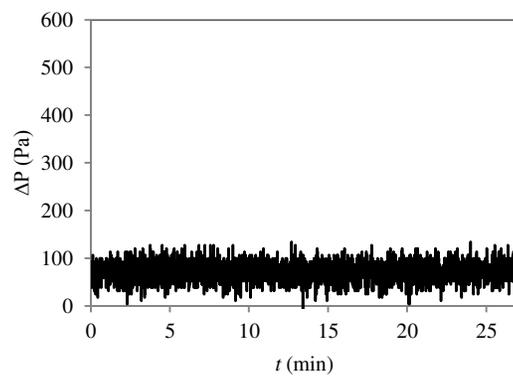
E.1 (R)



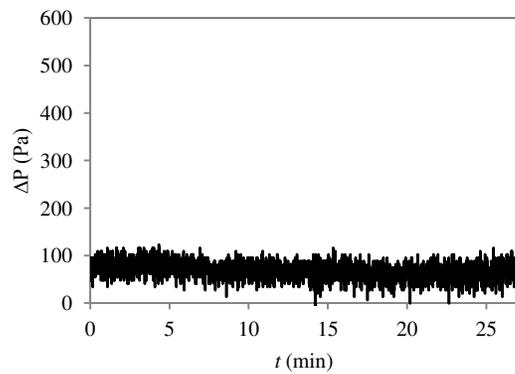
E.1 (L)



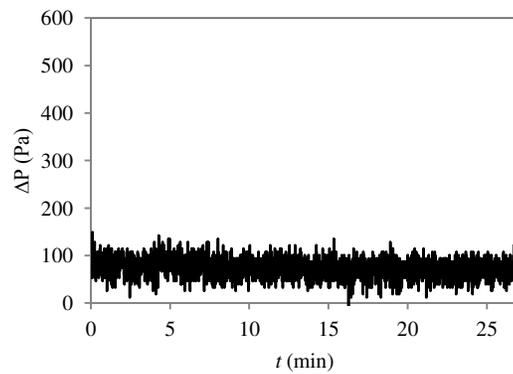
E.2 (R)



E.2 (L)

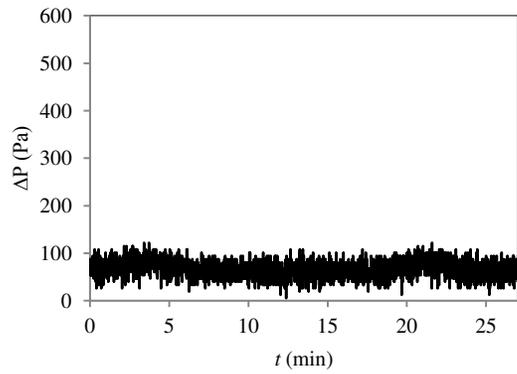


E.3 (R)

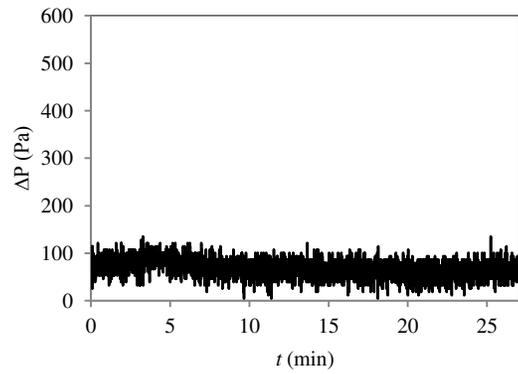


E.3 (L)

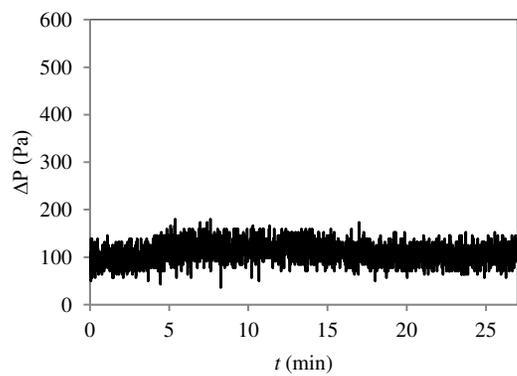
Figura 5.68: Queda de pressão em função do tempo de processo (secagem do leite utilizando com inerte o PVC, $T_c = 60\text{ }^\circ\text{C}$, diferentes vazões de alimentação da pasta): câmara da direita (R) e câmara da esquerda (L).



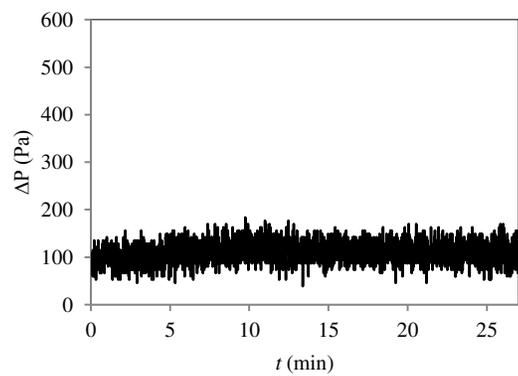
E.4 (R)



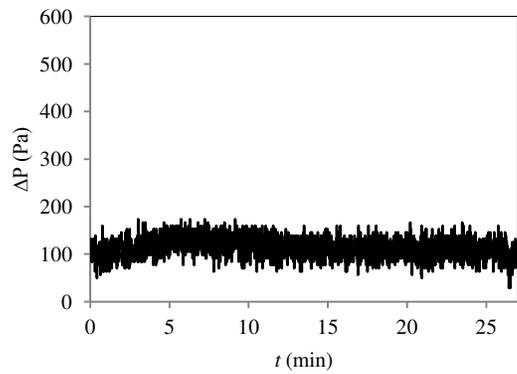
E.4 (L)



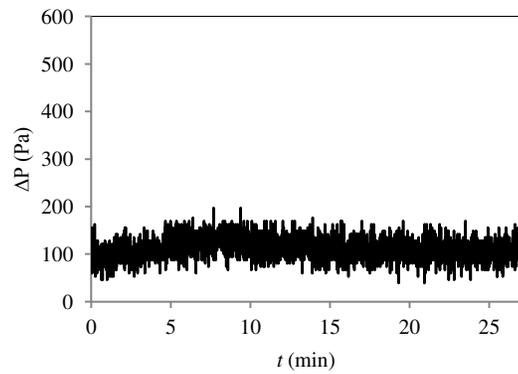
E.5 (R)



E.5 (L)



E.6 (R)



E.6 (L)

Figura 5.69: Queda de pressão em função do tempo de processo (secagem do leite utilizando com inerte o PVC, $T_e = 60\text{ }^\circ\text{C}$, diferentes vazões de alimentação da pasta): câmara da direita (R) e câmara da esquerda (L).

Bacelos *et alli* (2005) estudaram a fluidodinâmica do leite de jorro para o processo de secagem de água e glicerol. Os autores constataram que o aumento do conteúdo de água no leite resultou no decréscimo da velocidade de circulação dos inertes. Desta forma, uma menor velocidade do ar foi requerida para manutenção do regime de jorro. Para outros tipos de pastas, diversos trabalhos na literatura também reportam o decréscimo da velocidade de jorro mínimo (BACELOS *et alli*, 2005; SPITZNER NETO *et alli*, 2002).

Embora resultados similares tenham sido obtidos para líquidos (água e glicerol) e pastas, as forças de interação (pasta-inerte) são diferentes: enquanto somente pontes líquidas são formadas com água e glicerol, pastas convencionais geram diferentes tipos de pontes associadas com a produção de pó durante a formação e secagem de filmes sobre a superfície das partículas (CORDEIRO e OLIVEIRA, 2005; FREIRE *et alli*, 2011).

5.4.5 Testes preliminares

Para uma análise inicial do comportamento do sistema frente a adição de pasta ao leite em regime de jorro estável, estudou-se a secagem de água, leite e da mistura leite-polpa de amora (25%: 75% (m/m)), por gotejamento nas câmaras (direita e esquerda). Os ensaios foram conduzido sob as seguintes condições: temperatura do ar de entrada ($T_e = 60$ °C); velocidade total do ar empregada no processo ($U_{Tp} = 1,05 \cdot U_{Tjm}$); altura do gotejador = 16 cm acima do leite fixo; volume de alimentação ($V = 300$ mL).

Analisou-se a influência da umidificação do leite em relação à umidade relativa de saída (UR_s), queda de pressão de jorro estável e diferença de temperatura ($T_e - T_f$), em função do tempo. É importante destacar que o aumento da velocidade do ar de jorro acima da U_{Tjm} resultou em um grande aumento da altura da fonte, o que limitou a aplicação de velocidades acima de $1,05 \cdot U_{Tjm}$, devido à possibilidade de elutriação dos inertes.

Independentemente do tipo de inerte, massa de inerte, vazão de alimentação da pasta e alimetação em ambas as câmaras ou individualmente, constatou-se que: a umidade relativa de saída se tornou relativamente constante a partir dos 5 minutos de processo; a umidificação do leite não acarretou em variações no perfil de queda de pressão em função do tempo de processo; a diferença de temperatura se tornou relativamente constante a partir dos 5 min de processo. Observou-se que para a pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (m/m)), o aumento da vazão de

alimentação acima de 8 mL/min por câmara resultou no colapso do leito, portanto, fixou-se tal vazão como sendo a máxima suportável para o sistema em questão.

5.4.6 Desempenho do processo de secagem

Analisou-se a influência da vazão de alimentação nos parâmetros de desempenho do processo: eficiência de produção de pó (ξ); retenção de material sobre a superfície dos inertes (ψ); perdas devido à deposição de material nas paredes do leito e ciclone e perda de finos para o ambiente (P). Para tanto, avaliou-se a secagem usando duas cargas de inerte (1,6 e 1,8 kg de PVC), vazões totais de alimentação variando de 6 a 12 mL/min, temperatura do ar de entrada de 60 °C e tempo de processo fixo em 30 min. A escolha do inerte (PVC) se baseou nos dados preliminares desta pesquisa, uma vez que o tipo de inerte e suas características físicas influenciam fortemente o desempenho do processo, nesta etapa, optou-se por trabalhar sob condições adversas, excluindo em um primeiro momento a utilização do poliestireno.

A carga de inerte utilizada nestes ensaios variou apenas 200 g (1,6 a 1,8 kg de PVC), devido às características do sistema de secagem. Para cargas inferiores a 1,6 kg, partes das paredes divergentes da base do leito ficaram expostas, o que resultaria na deposição e secagem das pastas sobre as mesmas e conseqüentemente em uma grande perda de material. Cargas acima de 1,8 kg demandaram vazões de ar que resultaram em uma pressão absoluta dentro do leito superior a 11031,6 Pa (1,6 PSI) o que poderia resultar em danos estruturais das paredes da secção retangular do leito. Para pressões absolutas próximas a 13789,5 Pa (2 PSI), observou-se pequenas rupturas na colagem das paredes do leito e aparecimentos de vários pontos de vazamento de ar.

Empregou-se como pasta o leite reconstituído ($C_s = 0,188 \pm 0,0013$), sendo a secagem conduzida com alimentação por gotejamento em ambas as câmaras (direta e esquerda). A Tabela 5.25 apresenta as condições operacionais dos ensaios de secagem: valores da umidade absoluta do ar de entrada (Y_e); tempo em que se iniciou o gotejamento da pasta (t_i); diferença máxima de temperatura ($\Delta T_{\max} = T_e - T_f$) atingida durante o processo de secagem. As Figuras 5.70 e 5.71 apresentam os valores de umidade relativa de saída em função do tempo. Novamente, constatou-se que a umidade relativa se manteve praticamente constante a partir dos 5 minutos de processo.

Como esperado, o aumento da vazão de alimentação do leite resultou no aumento dos valores de umidade relativa do ar de saída do jorro.

Tabela 5.25: Ensaio de secagem com o leite reconstituído: variação da massa de partículas de PVC e da vazão de alimentação.

Ensaio	M (kg)	W_f (mL/min)	Y_e (kg/kg)	t_i (min)	ΔT_{\max} (°C)
E.1	1,6	6	0,0026	1,7	22,5
E.2	1,6	8	0,0022	2,9	26,6
E.3	1,6	10	0,0026	3,1	27,9
E.4	1,6	12	0,0027	2,2	34,4
E.5	1,8	6	0,0027	4,2	30,4
E.6	1,8	8	0,0026	1,7	31,0
E.7	1,8	10	0,0034	2,7	29,2

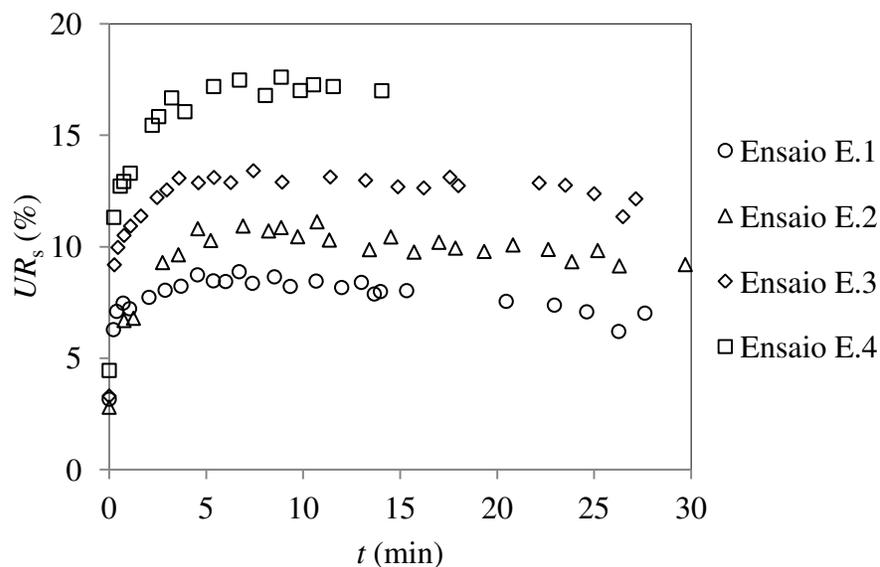


Figura 5.70: Umidade relativa do ar de saída em função do tempo de processo, secagem do leite usando 1,6 kg de partículas de PVC: E.1 ($W_f= 6$ mL); E.2 ($W_f= 8$ mL); E.3 ($W_f= 10$ mL); E.4 ($W_f= 12$ mL).

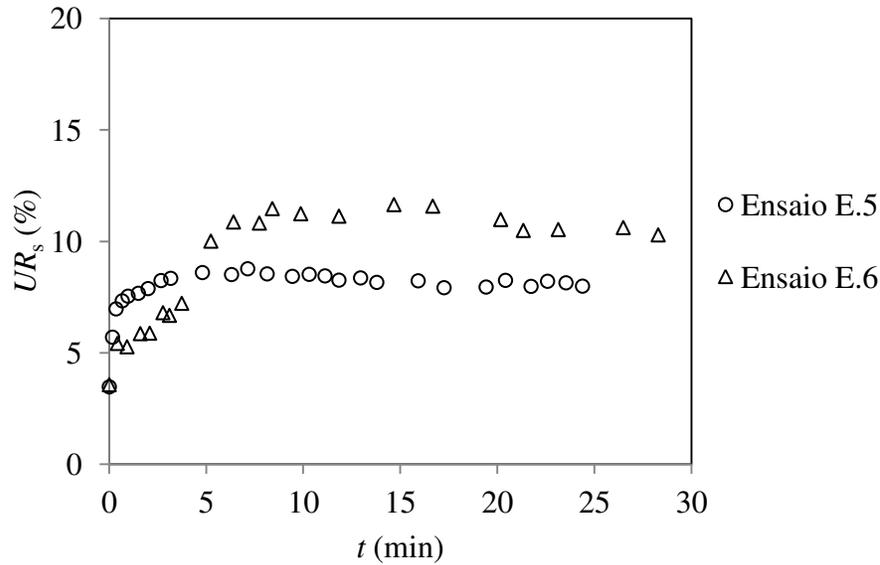


Figura 5.71: Umidade relativa do ar de saída em função do tempo de processo, secagem do leite usando 1,8 kg de partículas de PVC: E.5 ($W_f= 6$ mL); E.6 ($W_f= 8$ mL).

A Figura 5.72 apresenta os resultados de desempenho do processo de secagem. Para massa de PVC de 1,6 kg, o aumento da vazão de alimentação influenciou negativamente a eficiência de obtenção de pó. Comparando a eficiência para a menor vazão de alimentação ($W_f= 6$ mL/min, $\xi= 37,04\%$) com a eficiência para a maior vazão ($W_f= 12$ mL/min, $\xi= 8,95\%$) a variação foi de 313,8%. Tal efeito negativo também foi observado analisando os resultados da secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)) em leito de jorro cônico-cilíndrico com alimentação por atomização. A retenção de material sobre a superfície dos inertes permaneceu relativamente constante, $\psi_{médio}= 27,55\%$ com desvio médio de 3,12%.

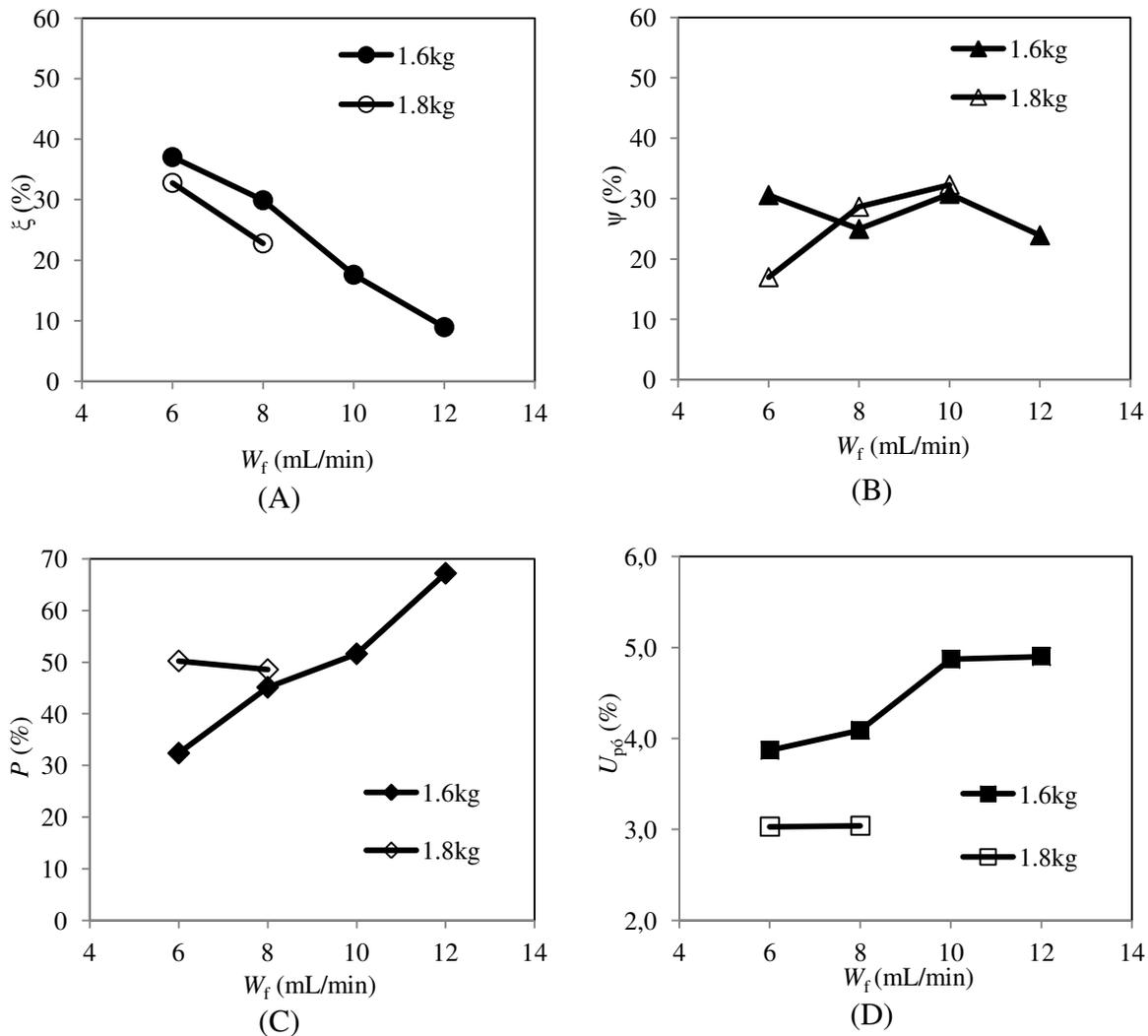


Figura 5.72: Desempenho do processo de secagem do leite reconstituído em função da vazão de alimentação da pasta ($T_e = 60\text{ }^\circ\text{C}$, $t = 30\text{ min}$, PVC): (A) eficiência de produção de pó; (B) retenção de pasta sobre a superfície dos inertes; (C) perdas; (D) umidade dos pós.

Em relação à perda de material, a variação entre a menor vazão de alimentação ($W_f = 6\text{ mL/min}$, $P = 32,28\%$) e a maior vazão de alimentação ($W_f = 12\text{ mL/min}$, $P = 67,18\%$) foi de 107,47%. Observou-se que as gotas de leite, ao entrarem em contato com a superfície dos inertes, foram predominantemente direcionadas para as paredes do leito formando uma película de material, cuja espessura aumentou em função do tempo de processo.

Para massa de PVC de 1,8 kg, o aumento da vazão de alimentação também resultou no decréscimo da eficiência de obtenção de pó. Observou-se um constante aumento da retenção de

material sobre a superfície dos inertes com o aumento da vazão de alimentação (entre a menor e maior vazão, variação de 90,16%). A perda de material apresentou variação de apenas 3,46%, permanecendo em um valor médio de 49,39%.

Observou-se que a umidade diminuiu com o aumento da massa de inertes, mantendo-se sempre acima de 2,5%, umidade máxima especificada para o leite em pó integral (ANVISA, 2008).

Analizou-se o efeito da temperatura nos parâmetros de desempenho do processo de secagem sob as seguintes condições operacionais: $U_{Tp} = 1,5.U_{Tjm}$; $M = 1,6$ kg de PVC; $t = 30$ min; $W_f = 6$ mL/min; alimentação gotejante. A Tabela 5.26 apresenta as condições operacionais dos ensaios, as temperaturas avaliadas foram de 50, 60 e 70 °C. A Figura 5.73 apresenta os valores de umidade relativa de saída do leito em função do tempo de secagem.

Tabela 5.26: Ensaios de secagem com o leite reconstituído e 1,6 kg de partículas de PVC: variação da temperatura do ar de entrada.

Ensaio	T_e (°C)	Y_e (kg/kg)	t_i (min)	ΔT_{max} (°C)
F.8	50	0,0020	3,7	23,5
F.9	60	0,0026	1,7	22,5
F.10	70	0,0033	6,5	35,8

Na Figura 5.74 (A) são apresentados os dados de desempenho da secagem. Constatou-se que a eficiência de produção de pó não variou significativamente entre as temperaturas de 50° C ($\xi = 36,74\%$) e 60 °C ($\xi = 37,04\%$). Entretanto, diminuiu com o aumento da temperatura em seu maior valor ($T_e = 70$ °C, $\xi = 28,42\%$), variação de aproximadamente 29,8%. O efeito negativo do aumento da temperatura do ar foi também observado durante os ensaios de secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)) em leito de jorro cônico-cilíndrico empregando partículas de PP (60, 70 e 80 °C); todavia, não foi compatível com os resultados obtidos por Cunha *et alli* (2006) durante o estudo da secagem de polpa de manga em leito de jorro retangular.

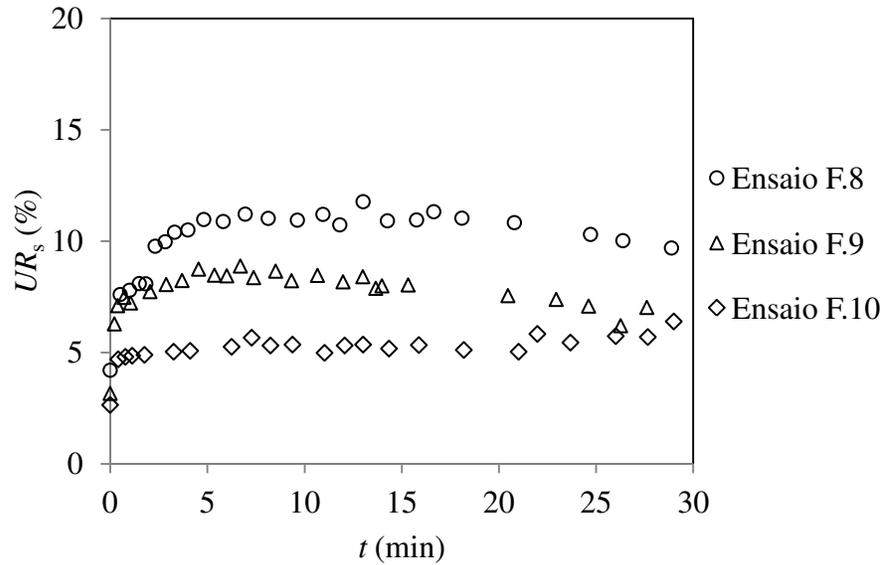


Figura 5.73: Umidade relativa do ar de saída em função do tempo de processo, secagem do leite reconstituído usando 1,6 kg de partículas de PVC: F.8 ($T_e = 50^\circ\text{C}$); F.9 ($T_e = 60^\circ\text{C}$); F.10 ($T_e = 70^\circ\text{C}$).

A retenção de material sobre a superfície dos inertes não variou significativamente entre as temperaturas de 60°C ($\psi = 30,58\%$) e 70°C ($\psi = 31,86\%$). Porém, foi aproximadamente 199% menor para a temperatura de 50°C ($\psi = 10,44\%$). Apesar da baixa adesão de material sobre a superfície dos inertes, quando se empregou a temperatura de 50°C , tal fato não resultou no aumento da obtenção de pó, refletindo em alto valor de perda por aderência da pasta nas paredes do leito. A Figura 5.74 (B) apresenta os valores de umidade do pó em função da temperatura de entrada do ar. Como esperado, o decréscimo da temperatura resultou no aumento da umidade do produto.

A máxima eficiência de produção de pó obtida neste estudo ($\xi = 37,04\%$) permaneceu abaixo do esperado para um processo de secagem viável. Constatou-se que para esta configuração de leito de jorro e condições operacionais avaliadas, a perda de materiais foi consideravelmente alta influenciando fortemente o desempenho do processo. Tal fato poderia ser atenuado a partir do distanciamento das paredes do leito e do emprego de outros tipos de inertes.

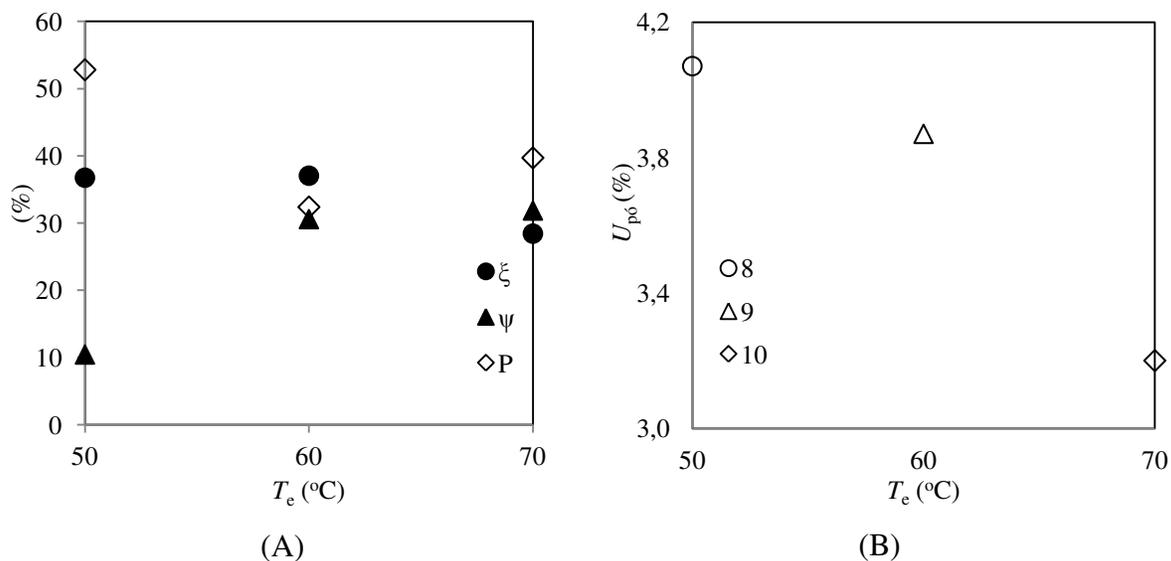


Figura 5.74: (A) Influência da temperatura nos parâmetros de desempenho do processo; (B) umidade do pó para os processos de secagem do leite. Ensaios: F.8 ($T_e= 50$ °C); F.9 ($T_e= 60$ °C); F.10 ($T_e= 70$ °C).

Na continuação da pesquisa, realizaram-se experimentos de secagem das pastas leite reconstituído e leite-polpa de amora (25%: 75% (m/m)), sob as seguintes condições operacionais: $V= 300$ mL; $M= 1,6$ kg (para o PS também se empregou $M= 2,0$ kg); $W_f= 6$ mL/min; $t= 70$ min; $T_e= 60$ °C; $U_{Tp}= 1,05.U_{Tjm}$. O objetivo foi analisar o efeito da composição química da pasta, do tipo de inerte (PVC, PS e PEAD) e do tempo de secagem após o termino da alimentação da pasta (20 min) na eficiência de produção de pó. A Tabela 5.27 apresenta as condições de operação dos ensaios. As Figuras 5.75 a 5.77 apresentam o perfil da umidade relativa do ar de saída em função do tempo de processo.

Na Figura 5.78 apresenta-se uma comparação entre os parâmetros de desempenho do processo de secagem para o leite e para a pasta leite-polpa de amora, empregando-se como inerte o PVC e as mesmas condições operacionais. Observa-se que a eficiência de obtenção de pó foi maior para o leite reconstituído (aproximadamente 36,02%). Mesmo apresentando valores de concentração de sólidos muito próximos (C_s leite= 0,1880 e C_s leite-polpa de amora= 0,1985), os parâmetros de desempenho apresentaram significativas variações para os processos com as 2 pastas, o que evidencia a forte influência da composição química das mesmas sobre o processo de secagem.

Analisando a composição físico-química das pastas, Tabela 5.18, constatou-se que a concentração de açúcares redutores era aproximadamente 39,72% maior para o leite reconstituído comparada à pasta leite-polpa de amora, o que, a princípio, deveria resultar em uma menor obtenção de pó para o leite. Entretanto, a alta concentração de lipídios e proteínas (51,13 e 53,69% maior para o leite quando comparada à pasta leite-polpa de amora, respectivamente) não só atenuou o efeito negativo dos açúcares redutores como resultou em uma maior eficiência de produção de pó. Como já abordado, trabalhos disponíveis na literatura indicam a relação entre a concentração de gordura e a eficiência da obtenção de pó durante a secagem de pastas em leite de jorro (OCHOA-MARTINEZ *et alli*, 1993; ROCHA *et alli*, 2011). De modo geral, a gordura (até um nível limite de concentração) auxilia no desprendimento do filme aderido à superfície das partículas, melhorando o desempenho do processo em termos de produção de pó.

Tabela 5.27: Ensaio de secagem com a pasta leite-polpa de amora (L/A) (25%: 75% (m/m)) e com o leite reconstituído ($V= 300$ mL; $W_f= 6$ mL/min; $t= 70$ min; $T_e= 60$ °C).

Ensaio	Pasta	Inerte	Y_e (kg/kg)	t_i (min-s)	ΔT_{max} (°C)
G.1	Leite	PVC	0,0021	1,0	31,1
G.2	Leite	PVC	0,0029	4,3	25,6
G.3	L/A	PVC	0,0026	4,3	28,6
G.4	L/A	PVC	0,0027	4,0	27,7
G.5 [•]	L/A	PS	0,0019	5,3	19,4
G.6 [#]	L/A	PS	0,0022	6,2	12,1
G.7	L/A	PEAD	0,0026	4,1	19,5
G.8	L/A	PEAD	0,0027	4,5	19,1

[•] $M= 1,6$ kg; [#] $M= 2,0$ kg.

Na Figura 5.79 apresentam-se os valores de eficiência da produção de pó para o processo de secagem da pasta leite-polpa de amora, empregando-se partículas de PVC, PS e PEAD. Verificou-se que a eficiência do processo permaneceu abaixo de 30% para os inertes PVC e PEAD.

Empregando o PS como inerte, a eficiência média foi de 76,90%, demonstrando viabilidade técnica do processo de secagem com esse inerte. É importante destacar que durante a realização dos experimentos com o PS, não se observou significativa deposição de material nas paredes do equipamento (houve uma rápida aderência pasta-inerte, sendo tal sistema diretamente incorporado na região anular do leito) e após o fim da alimentação, a remoção da pasta sobre a superfície dos inertes foi facilitada devido à vigorosa movimentação das partículas no leito.

O intenso atrito no leito e o uso prolongado das partículas de PS acarretaram na quebra e fragmentação de parte dos inertes, o que inviabilizou a utilização deste material em posteriores experimentos e, pode ter influenciado os valores de eficiência.

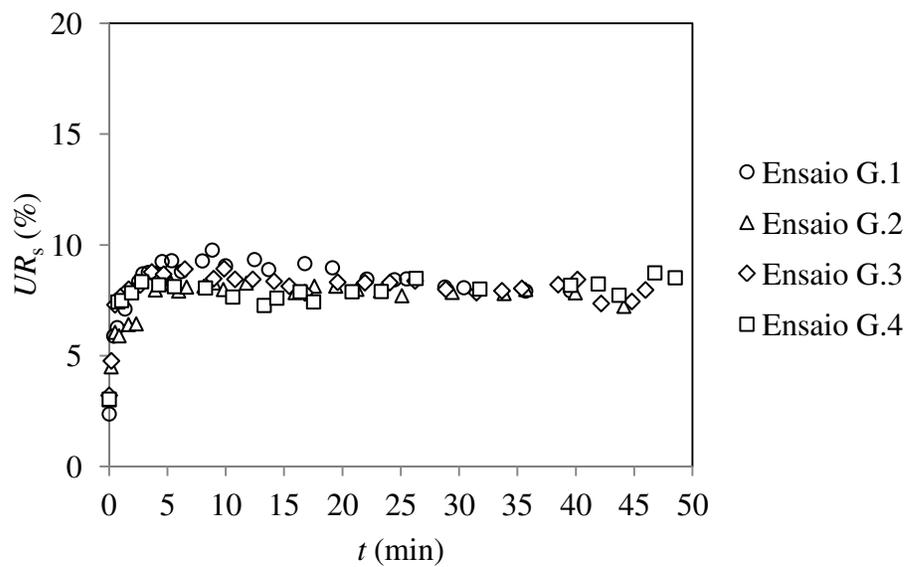


Figura 5.75: Umidade relativa do ar de saída em função do tempo de processo, secagem do leite e da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (m/m)), PVC.

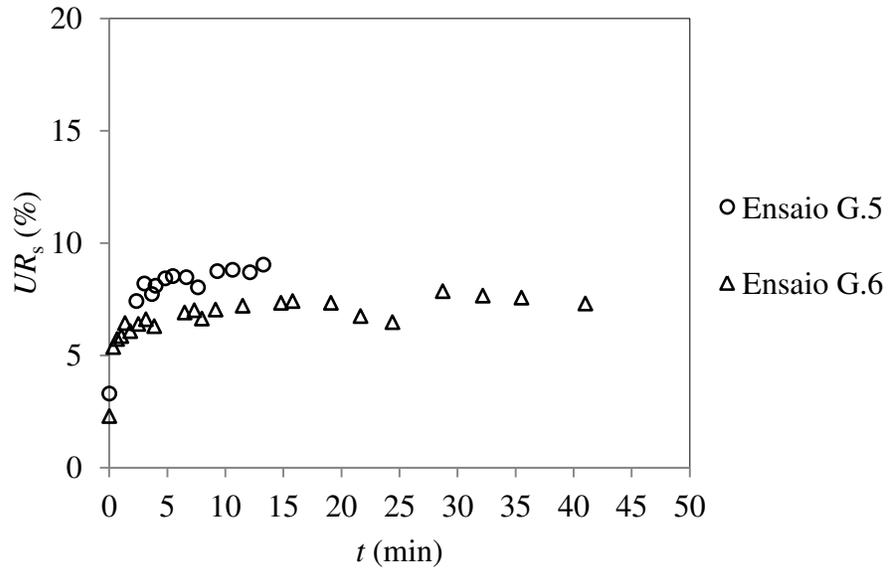


Figura 5.76: Umidade relativa do ar de saída em função do tempo de processo, secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (m/m)), PS.

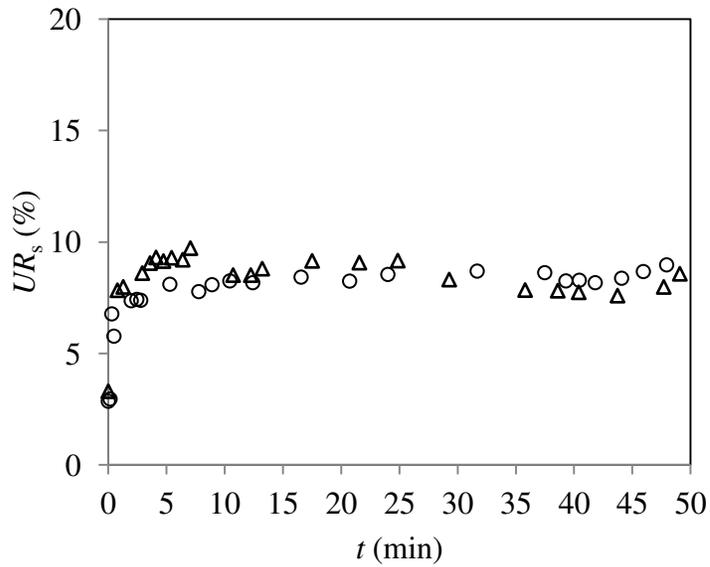


Figura 5.77: Umidade relativa do ar de saída em função do tempo de processo, secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (m/m)), PEAD: (○) Ensaio G.7; (▲) Ensaio G.8.

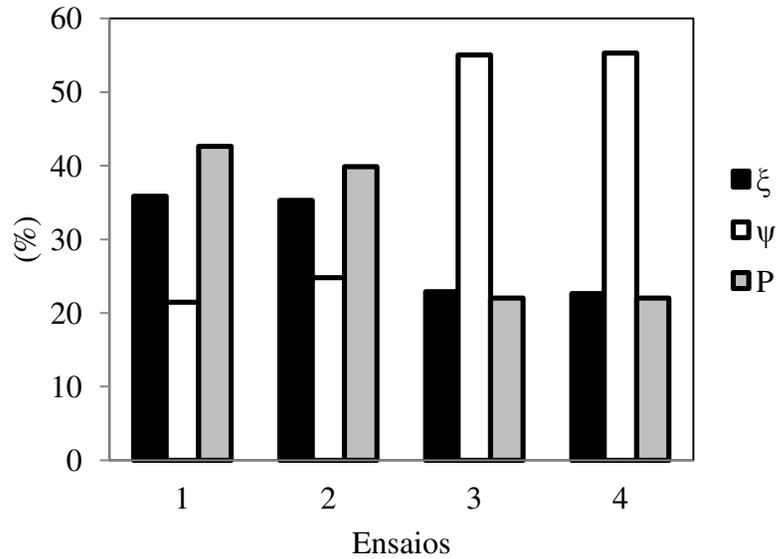


Figura 5.78: Desempenho do processo de secagem do leite (1 e 2= Ensaio G.1 e G.2) e da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (m/m)) (3 e 4= Ensaio G.3 e G.4).

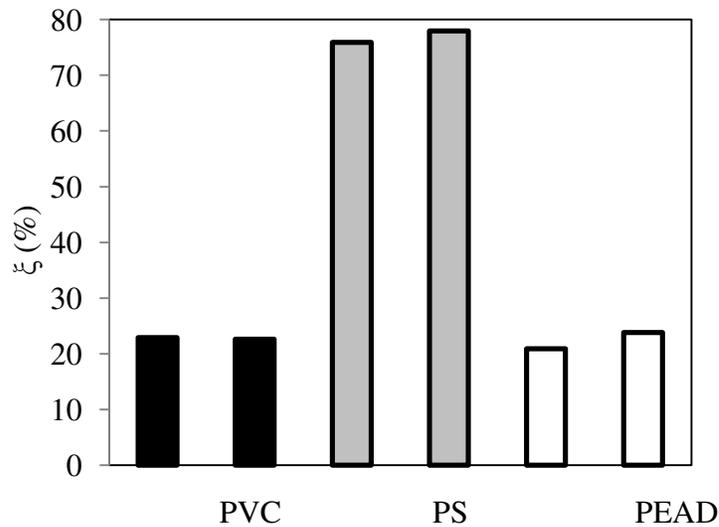


Figura 5.79: Eficiência da produção de pó para o processo de secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (m/m)), partículas de PVC, PS e PEAD.

A Figura 5.80 apresenta os valores de umidade dos pós para os processos de secagem das pastas empregando os diferentes inertes. Os menores valores de umidade (desejável para este tipo de produto) foram obtidos para o PEAD e o PS, respectivamente.

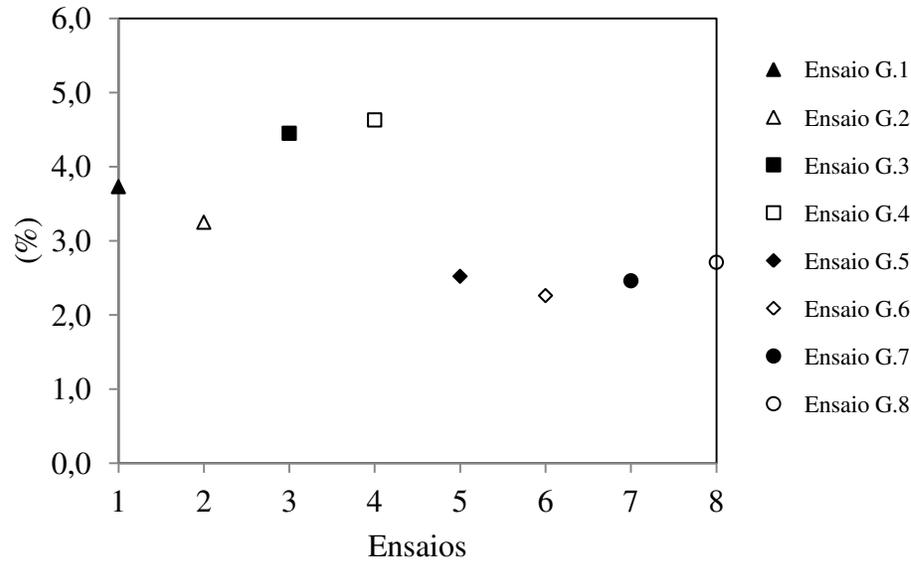


Figura 5.80: Umidade do pó para os processos de secagem das pastas empregando diferentes inertes. Ensaios: 1 e 2= G.1 e G.2 (PVC, leite reconstituído); 3 e 4= G.3 e G.4 (PVC, pasta leite-polpa de amora); 5 e 6= G.5 e G.6 (PS, pasta leite-polpa de amora); 7 e 8= G.7 e G.8 (PEAD, pasta leite-polpa de amora).

Como previamente apresentado, ensaios de secagem com a pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)) foram realizados em leito de jorro cone-cilíndrico, sendo os resultados de desempenho do processo comparados com os resultados obtidos para o leito de jorro retangular com dupla fenda. Os experimentos foram conduzidos sob condições operacionais fixas e otimizadas ($T_e = 60 \text{ }^\circ\text{C}$, $W_f = 2 \text{ mL/min}$, alimentação por gotejamento, $V = 300 \text{ mL}$, tempo de secagem após a alimentação = 20 minutos, $M = 1,4 \text{ kg}$, $U = 1,2 \cdot U_{jm}$), empregando partículas de PS e PEBD, ver item 5.1.

Para o PS a eficiência média de produção de pó ($\xi_{m\acute{e}dia}$) foi de 63,2%. Utilizando o PEBD como inerte, a $\xi_{m\acute{e}dia}$ foi de 25,5%, sendo tal valor de mesma ordem de grandeza dos resultados obtidos para o PEAD em leito de jorro retangular com dupla fenda ($\xi_{m\acute{e}dia}$ de 22,3%).

Analisando os resultados de desempenho do processo de secagem das pastas, a vantagem em utilizar o leito de jorro retangular com dupla fenda consistiu na possibilidade de triplicar a vazão de alimentação (empregando $M = 1,6 \text{ kg}$ e menor velocidade do ar de entrada ($U_{Tp} = 1,05 \cdot U_{Tjm}$)), mantendo-se a estabilidade fluidodinâmica com resultados semelhantes de eficiência de produção de pó.

Constatou-se, desta forma, uma potencial capacidade de ampliação de escala do processo de secagem utilizando o leito de jorro retangular com dupla fenda.

6. CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos utilizando-se o leito de jorro cônico-cilíndrico para a secagem de polpa de amora e diferentes concentrações de mistura leite-polpa de amora, conclui-se que:

- Dependendo das condições operacionais, da composição físico-química da pasta e do tipo de inerte empregados, observaram-se variações nos parâmetros fluidodinâmicos velocidade de jorro mínimo e queda de pressão de jorro estável, durante o processo de secagem;
- A alimentação da pasta por gotejamento resultou em um melhor desempenho do processo de secagem, quando comparada com a alimentação por atomização;
- A produção de polpa de amora preta em pó por secagem em leito de jorro sem a adição de adjuvantes e nas condições operacionais estudadas não foi viável devido ao colapso do regime dinâmico e retenção da pasta nas paredes e superfície dos inertes;
- A utilização do leite concentrado como adjuvante, em termos de eficiência de produção de pó em leito de jorro, nas condições operacionais estudadas, foi superior comparado ao emprego da maltodextrina;
- Dentre todas as pastas formuladas neste trabalho (razões leite-polpa de amora e pastas modificadas), constatou-se que a pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)) foi a mais indicada ao processo de secagem em termos de estabilidade fluidodinâmica, quantidade de polpa de amora empregada e desempenho do processo, além da qualidade do produto obtido;
- A adição de leite reconstituído altamente concentrado ou maltodextrina à polpa de amora preta viabilizou a produção de pó;
- A secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75 % (V/V)) em leito de jorro cônico-cilíndrico empregando alimentação gotejante e partículas de poliestireno resultou em alta eficiência, superior a 60%, baixa umidade do pó e baixa degradação das antocianinas, menos de 15%;
- O processo de secagem foi fortemente influenciado pelas características físicas das partículas empregadas como inertes;

– Durante o período de armazenamento do pó leite-amora a concentração de antocianinas diminuiu consideravelmente, indicando a necessidade de tratamento da polpa para manutenção dos parâmetros de qualidade do produto.

A partir dos resultados obtidos utilizando o leito de jorro retangular com dupla fenda para a secagem de pastas com inertes, conclui-se que:

– A manutenção do regime dinâmico empregando uma única câmara *plenum* foi possível, entretanto, observaram-se significativas variações nos parâmetros fluidodinâmicos (queda de pressão máxima e mínima velocidade total para manutenção do regime de jorro) entre as câmaras direita e esquerda, o que poderia resultar em um eventual colapso do leito durante o processo de secagem;

– A divisão da linha de ar de jorro, o emprego de duas câmaras *plenum* completamente isoladas e de duas válvulas para o ajuste da vazão de ar, resultaram no eficiente controle do regime dinâmico tendo como parâmetro a manutenção da mesma altura da fonte nas câmaras direita e esquerda;

– O emprego das fendas na geometria de leito de jorro estudada resultou na formação de fontes altas, mesmo para velocidades muito próximas à mínima velocidade total para manutenção do regime de jorro;

– Aumentos da vazão de alimentação e da temperatura apresentaram efeito negativo para eficiência de produção de pó;

– A alimentação das pastas nas vazões estudadas não causou alterações na queda de pressão de jorro estável, apesar da visualização da diminuição da velocidade de circulação das partículas em alguns ensaios;

– Durante a secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (m/m)), uma maior eficiência de produção de pó foi obtida quando se empregou o PS como inerte, $\xi_{\max} = 77,95\%$, enquanto que para o PVC e o PEAD a eficiência se manteve abaixo de 30 %;

– A utilização do leito de jorro retangular com dupla fenda possibilitou triplicar a vazão de alimentação, mantendo-se a estabilidade fluidodinâmica com resultados semelhantes de eficiência de produção de pó, quando comparado ao leito de jorro cônico-cilíndrico. Constatou-

se, portanto, uma potencial capacidade de ampliação de escala do processo de secagem empregando tal configuração de leito.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Baseado no desenvolvimento desta pesquisa e nos resultados obtidos sugere-se:

- Avaliar a influência da intermitência da alimentação das pastas leite-polpa de amora no desempenho do processo;
- Estudar a estabilidade dos pós leite-amora durante o período de armazenamento, usando tratamentos químicos e/ou físicos da polpa de amora *in natura* e/ou da pasta leite-polpa de amora. Analisar a influência dos agentes físicos (oxigênio, luz, pH, umidade, temperatura) na degradação das antocianinas;
- Aplicar técnicas que possibilitem o melhoramento das características inerentes ao pó: dispersão, tempo de instantaneização, etc.;
- Analisar a estabilidade física dos polímeros empregados nos processos de secagem e avaliar a interação inerte-pasta-pó;
- Analisar a superfície dos inertes através de microscopia eletrônica de varredura;
- Realizar um estudo de ampliação de escala nos processos de secagem em leite de jorro analisados.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMR, A.; AL-TAMIMI, E. Stability of the crude extracts of *Ranunculus asiaticus* anthocyanins and their use as food colourants. **International Journal of Food Science and Technology**, v.42, n°.8, p.985-991, 2007.

ANDERSON, K.; RAGHAVAN, G. S. V.; MUJUMDAR, A. S. **Drying'84**. New York: Hemisphere Publishing Corp., 1984, p. 205-209.

ANTUNES, L. E. Amora-preta: nova opção de cultivo no Brasil. **Ciência Rural**. Santa Maria, v.32, n.1, p.151-158, 2002.

ALSINA, O. L. S.; LIMA, L. M. R.; MORAIS, V. L. M. Estudo das variáveis fluidodinâmicas na secagem de polpa de acerola em leito de jorro convencional. In: XXIV CONGRESSO BRASILEIRO DE SISTEMAS PARTICULADOS – ENEMP.,1996, Uberlândia. **Anais...**Uberlândia: LAPEMIG, CNPq, CAPES, CRQ/MG, UFU, 1996. v 1. p. 289-294.

ASSOCIATION OF THE OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS (AOAC). **Official and tentative methods of analysis**. 16 ed. Arlington, 1995.

BACELOS, M. S.; SPITZNER NETO, P. I.; SILVEIRA, A. M.; FREIRE, J. T. Analysis of drying of pastes in spouted beds. In: INTERNATIONAL DRYING SYMPOSIUM, 14., 2004, São Paulo. **Anais...** São Paulo: UNICAMP, SBEQ, FAPESP, CAPES, 2004. v. C. p. 1537-1544.

BACELOS, M. S.; SPITZNER NETO, P. I.; SILVEIRA, A. M.; FREIRE, J. T. Analysis of fluid dynamics behavior of conical spouted beds. **Drying Technology**. v. 23, p. 427-453, 2005.

BAJ, A.; BOMBARDELLI, E.; GABETTA, B.; MARTINELLI, E. M. Qualitative and quantitative evaluation of *Vaccinium myrtillus* anthocyanins by high-resolution gas chromatography and high-performance liquid chromatography. **Journal of Chromatography**, v. 279, p. 365-372, 1983.

BARRET, N.; FANE, A. Drying liquid materials in spouted bed. In: **Drying' 89**, ed. A. S. Mujundar and M. A. Roques, Hemisphere Publishing Corp., New York, p. 426-432, 1990.

BENALI, M.; AMAZOUZ, M. Drying of vegetable starch solutions on inert particles quality and energy aspects. **Journal of Food Engineering**. v. 76, p. 484-489, 2005.

BIRCHAL, V. S.; PASSOS, M. L.; WILDHAGEN, G. R. S.; MUJUMDAR, A. S. The influence of spray dryer operation variables on milk powder quality. In: INTERNATIONAL DRYING SYMPOSIUM, 14., 2004, São Paulo. **Anais...**São Paulo: UNICAMP, SBEQ, FAPESP, CAPES, 2004. v. A. p. 389-396.

BIRD, R. B.; STEWART, N. E.; LIGHTFOOT, E. N. **Transport Phenomena**. Wiley, 1960.

BHANDARI, B. R.; DATTA, N.; HOWES, T. Problems associated with spray drying of sugar-rich foods. **Drying Technology**, v. 15, n. 2, p. 671-684, 1997.

BHANDARI, B. R.; HOWES, T. Drying of sticky materials – Relevance to glass transition temperature. In: INTERNATIONAL FOOD DEHYDRATION CONFERENCE – 2000 AND BEYOND, 2000, Melbourne. **Anais...** Australia: Food Science Australia, 2000. p.8.2-8.12.

BLIGH, E. G.; DYER, W. J. A rapid method of total lipid extraction and purification. **Canadian Journal of Biochemistry and Physiology**. v. 37, p. 911-917, 1959.

BRAGA, M. B.; ROCHA, S. C. S. Effect of surface properties on spouted bed particle coating. **The International Review of Chemical Engineering**, v. 3, p. 656-662, 2011.

Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Gabinete do Ministro. Instrução normativa nº 51, de setembro de 2002. Disponível em: <http://www.qualidadedoleite.com.br/hd/arquivos/IN51de2002_leitecnormas.pdf>. Acesso em: 10/10/2012

BUTZGE, J. J. **Controle do regime fluidodinâmico estável durante o processo de umedecimento de inertes em leito de jorro utilizando análise espectral**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)- Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2012.

CHEN, Z. W. **Hydrodynamics, stability and scale-up of slot-rectangular spouted beds**. 2008. 282p. Ph.D. thesis - University of British Columbia, Vancouver- BC, 2008.

CORDEIRO, D. S.; OLIVEIRA, W. P. Technical aspects of the production of dried extract of *Maytenus ilicifolia* leaves by jet spouted bed drying. **International Journal of Pharmaceutics**, v. 299, p. 115–126, 2005.

CUNHA, F. O. **Contribuição à análise da secagem de pastas em leito de jorro com partículas inertes**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - UFSCar, São Carlos- SP, 1999, 103 p.

CUNHA, R. L.; CRUZ, A. G.; MENEGALLI, F. C. Effects of operating conditions on the quality of mango pulp dried in a spouted bed. **Drying Technology**. v. 24, p. 423-432, 2006.

DECKER, E. L.; FRANK, B.; GAROFF, S. Physics of angle measurement. **Colloids and Surfaces**, v.156, p.177-189, 1999.

DOGAN, O. M.; FREITAS, L. A. P.; LIM, C. J.; GRACE, J. R.; LUO, B. Hydrodynamics and stability of slot-rectangular spouted beds. Part I: Thin bed. **Chemical Engineering Communications**. v. 181, p. 225-242, 2000.

DONIDA, M. W. **Análise das influências das características do sólido e da suspensão no processo de recobrimento em leito de jorro**. 2004. 133p. Tese (Doutorado em Engenharia Química)- Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2004.

DOTTO, G. L.; SOUZA, V. C.; PINTO, A. A. Drying of chitosan in a spouted bed: The influences of temperature and equipment geometry in powder quality. **Food Science and Technology**, v. 44, p.1786-1792, 2011.

EMBRAPA. 2008. Disponível em: <<http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Amora/SistemaProducaoAmoreiraPreta/index.htm>>. Acesso em: 28 set. 2012, 10: 47: 00.

EMBRAPA. 2012. Disponível em: <<http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Leite/BovinoLeiteRegiaoSudoesteRioGrandeSul/importancia.htm>>. Acesso em 21 ago. 2012.

EPSTEIN, N.; GRACE, J. R. **Spouted and Spout-Fluid Beds**. Cambridge: Cambridge University Press, 2011. p.340.

EVANGELISTA, J. **Tecnologia de Alimentos**. 2 ed. São Paulo: Atheneu, 1999, p. 203-207.

FERRARI, C. C.; RIBEIRO, C. P.; AGUIRRE, J. M. Secagem por atomização de polpa de amora-preta usando maltodextrina como agente carreador. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 15, n.2, p. 157-165, 2012.

FOUST, A. S.; WENZEL, L. A.; CLUMP, C. W.; MAUS, L.; ANDERSEN, L. B. **Princípios das Operações Unitárias**. 2.ed., Rio de Janeiro: LTC, 1982, p. 670.

FRANCIS, F. J. Food colorants: anthocyanins. **Critical Reviews of Food Science and Nutrition**, v. 28, n. 4, p.273-314, 1989.

FREIRE, J. T.; OLIVEIRA, W. P. Aspectos tecnológicos dos processos de recobrimento de partículas. In: FREIRE, J. T.; SARTORI, D. J. M. **Tópicos Especiais em Secagem**. São Carlos: UFSCAR, 1992. v.1, p.253-293.

FREIRE, J. T.; FERREIRA, M. C.; FREIRE, F. B. Drying of solutions, slurries, and pastes. In: EPSTEIN, N.; GRACE, J. R. **Spouted and Spout-Fluid Beds**. Cambridge: Cambridge University Press, 2011. p.206-221.

FREIRE, J. T.; FERREIRA, M. C.; FREIRE, F. B. Secagem de pastas em leito de jorro. In: FREIRE, J. T.; SILVEIRA, A. M. **Fenômenos de Transporte em Sistemas Particulados: Fundamentos e aplicações**. São Carlos: SUPREMA, 2009. p. 97-129.

FREITAS, L. A. P.; DOGAN, O. M.; LIM, C. J.; GRACE, J. R.; LUO, B. Hydrodynamics and stability of slot-rectangular spouted beds part II: increasing bed thickness. **Chemical Engineering Communications**. v. 181, p. 243- 258, 2000.

FULEKI, T.; FRANCIS, F. J. Quantitative methods for anthocyanins 1. Extraction and determination of total anthocyanin in cranberries. **Journal of Food Science**, v. 33, p. 72-76, 1968.

FULEKI, T.; FRANCIS, F. J. Quantitative methods for anthocyanins 2. Determination of total anthocyanin and degradation index for cranberries juice. **Journal of Food Science**, v. 33, p. 78-83, 1968.

GIANFRANCESCO, A.; KOCKEL, T. Achieving food products performance by mastering the drying process. In: INTERNATIONAL DRYING SYMPOSIUM, 19., 2014, Lyon. **Anais...**Lyon: UNIVERSITÉ DE LYON, 2014. CD-rom.

GRACE, J. R.; LIM, C. J. Scaleup, slot-rectangular, and multiple spouting: Spouted and Spout-Fluid Beds. In: EPSTEIN, N.; GRACE, J. R. **Spouted and Spout-Fluid Beds**. Cambridge: Cambridge University Press, 2011. p.283-296.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz**- Métodos químicos e físicos para análise de alimentos. 3 ed. São Paulo: IMESP, 1985, v. 1, p.874.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz**- Métodos físico-químicos para análise de alimentos. São Paulo, 1976, v. 1, p.42.

LEE, J.; DRUST, R. W.; WROLSTAD, R. E. Determination of total monomeric anthocyanin pigment content of fruit juices, beverages, natural colorants, and wines by pH differential method: collaborative study. **Journal of AOAC International**, v.88, n. 5, p. 1269-1278, 2005.

KALWAR, M. I.; RAGHAVAN, G. S. V.; MUJUMDAR, A. S. Spouting of tow-dimensional beds with draft plates. **Canadian Journal of Chemical Engineering**. v. 70, p. 887-894, 1992.

KWOK, D.Y.; NEUMANN, A.W. Contact angle measurement and contact angle interpretation. **Advances in Colloid and Interface Science**, v.81, p.167-249, 1999.

MARMUR, A. Equilibrium contact angles: theory and measurement. **Colloids and Surface**, Amsterdam, v.116, p.55-61, 1996.

MARQUES, A. M. M. **Influência da adesão partícula-suspensão durante o processo de recobrimento em leito de jorro com atomização na base**. 2007. 91p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)-Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2007.

MARTUR, K. B.; EPSTEIN, N. **Spouted Beds**. New York: Academic Press, 1974, p.1-45.

MARKOWSKI, A.; KAMINSKI, W. Hydrodynamic characteristics of jet-spouted beds. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 61, p. 377-381, 1983.

MARTINS, P. C. **Estudo da influência de uma fase lipídica na aglomeração de pós alimentícios.** 2006. 178p. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos)-Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2006.

MEDEIROS, M. F. D. **Influência da composição química dos materiais no desempenho do processo de secagem de polpas de frutas em leito de jorro.** 2001. 274p. Tese (Doutorado em Engenharia Química)- Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2001.

MEDEIROS, M. F. D.; ALSINA, O. L. S.; ROCHA, S. C. S.; JERÔNIMO, C. E. M.; MEDEIROS, U. K. L. Drying of pastes in spouted beds: influence of the paste composition on the material retention in the bed. In: INTERNATIONAL DRYING SYMPOSIUM, 14., 2004, São Paulo. **Anais...**São Paulo: UNICAMP, SBEQ, FAPESP, CAPES, 2004. v. C. p. 1529-1536.

MEDEIROS, U. K. L. **Viabilidade técnica de uma rota não convencional para a produção de leite de cabra em pó em cooperativas do Rio Grande do Norte.** 2010. p. 166. Tese (Doutorado em Engenharia Química)- Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2010.

MIZRAHI, S. Accelerated shelf-life tests. In: Steele, R. (org). **Understanding and measuring the shelf-life of food.** Boca Raton: Taylor e Francis-CRC Press, 2004, 317-339.

MUJUMDAR, A. S. Spouted bed technology—a brief review. In: **Drying' 84**, eds. A. S. Mujumdar, Hemisphere Publishing Corporation, New York, 1984, p. 151-157.

NEUMANN, A. W.; GOOD, R. J. Techniques of Measuring Contact Angles. In: GOOD, R. J.; STROMBERG, R. R. **Surface and Colloid Science**, New York, v.11, p. 31-39, 1979.

OCHOA-MARTINEZ, L. A.; BRENNAN, J. G.; NIRANJAN, K. Spouted bed dryer for liquid foods. **Food Control.** v. 4, p. 41-45, 1993.

OWER, E.; PANKHURST, R. C. **The Measurement of Air Flow**. 5 ed. New York: Pergamon Press, 1997, p.51-57.

PATEL, K.; BRIDGWATER, C. G. J.; SCHNEIDER, T. Spouting behavior of wet solids. In: **Drying' 86**, eds. A. S. Mujumdar e M.A. Roques, Hemisphere Publishing Corporation, New York, 1986, p. 415-420.

PASSOS, M. L.; MUJUMDAR, A. S.; RAGHAVAN, G. S. V. Prediction of maximum spoutable bed height in tow-dimensional spouted beds. **Powder Technology**, v. 74, p. 97-105, 1993.

PASSOS, M. L.; MUJUMDAR, A. S. Effect of cohesive forces on fluidized and spouted beds of wet particles. **Powder Technology**. v. 110, p. 222-238, 2000.

PEÇANHA, R. P.; MASSARANI, G. Dimensão característica e forma de partículas. In: ENCONTRO SOBRE ESCOAMENTO EM MEIOS POROSOS, 14., 1986, Campinas. **Anais...** São Paulo: Universidade Estadual de Campinas, 1986. p. 302-312.

PHAM, Q. T. Behaviour of a conical spouted-bed dryer for animal blood. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**. v. 61, p. 426-434, 1983.

PORTER, S. C.; HOGAN, J. E. Tablet film-coating. **Pharmaceutic International**, v. 5, nº 5, p.122-127, 1984.

PROVENZI, G.; LUIZ, M. T. B.; FETT, R. Estudo da estabilidade das enocianinas adicionadas de γ -ciclodextrina. **Revista Brasileira de Corantes Naturais**. v. 4, p.51-55, 2000.

PROVENZI, G.; FALCÃO, L.D.; FETT, R.; LUIZ, M.T.B. Estabilidade de antocianinas de uvas Cabernet Sauvignon com β e γ -ciclodextrinas. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 9, nº 3, p.165-170, 2006.

RAMOS, C. M. P. ; SANTOS, C. I.; LIMA, L. M. O.; LIMA, M. F. M.; MARIA, Z. L. Influence of Chemical Composition of Fruit Pulps on the Spouted Bed. In: BRAZILIAN CONGRESS OF SCIENTIFIC INITIATION IN CHEMICAL ENGINEERING, 2, Uberlândia. **Anais...** Minas Gerais, 1997. p. 222-225.

RÉ, M. I.; FREIRE, J. T. Drying of pastelike materials in spouted beds. In: DRYING SIMPOSIUM, 6., 1989, Versailles. **Anais...** Versailles, 1989. p. 426-432.

REYES-CARMONA, J.; YOUSEF, G. G.; MARTÍNEZ-PENICHE, R. A.; LILA, M. A. Antioxidant capacity of fruit extracts of blackberry (*Rubus sp.*) produced in different climatic regions. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 70, n. 7, p. 497-503, 2005.

RIBEIRO, E. P.; SERAVALLI, E. A. G. **Química de Alimentos**. 2 ed. São Paulo: Blucher, 2007, p.157-163.

ROCHA, S. C. S.; DONIDA, M. W.; MARQUES, A. M. M. Liquid-particle surface properties on spouted bed coating and drying performance. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**. Ottawa, v. 87, p.695-703, 2009.

ROCHA, S. C. S.; SOUZA, J. S.; ALSINA, O. L. S.; MEDEIROS, M. F. D. Drying of tropical fruit pulps: spouted bed process optimization as a function of pulp composition. **Drying Technology**. v. 29, p.1587-1599, 2011.

ROCHA, S. C. S.; TARANTO, O. P. Advances in spouted bed drying of foods. In: Cristina Ratti. (org). **Advances in Food Dehydration**. 1 ed. Boca Raton: Taylor e Francis-CRC press, 2008, v. 5, p.153-186.

ROOS, Y.; KAREL, M. Water and molecular weight effects on glass transitions on amorphous carbohydrates and carbohydrate solutions. **Journal of Food Science**, v. 56, n. 6, p.1676-1681, 1991.

SCHNEIDER, T.; BRIDGWATER, J. Drying of solutions and suspensions in spouted beds. In: **Drying' 88**, ed. A. S. Mujumdar, Hemisphere Publishing Corp., New York, p. 421-425, 1989.

SCHNEIDER, T.; BRIDGWATER, J. The stability of wet spouted bed. **Drying Technology**, v. 11, n. 2, p. 277-301, 1993.

SCHUBERT, H. Instantization of powdered foods. **International Chemical Engineering**, v. 33, n. 1, p. 28-45, 1993.

SPITZNER NETO, P. I.; CUNHA, F. O.; FREIRE, J. T. Effect of the presence of paste in a conical spouted bed dryer with continuous feeding. **Drying Technology**, v. 20, p. 789–811, 2002.

SOBCZAR, Natalia; ASTHANA, Rajiv. Wettability, spreading, and interfacial phenomena in high temperature coatings. **JOM-e**, New York, n.52. Jan. 2000. Disponível em: <<http://www.tms.org/pubs/journals/JOM/0001/Asthana/Asthana-0001.html>>. Acesso em: 09 ago. 2010.

SOUZA, C. R. F.; OLIVEIRA, W. P. Spouted bed drying of *Bauhinia forficata*, link extract: the effects of feed atomizer position and operating conditions on equipment performance and product properties. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 22, p. 239-247, 2005.

STRUMILLO, C.; MARKOWISKI, A.; KAMINSKI, W. Modern developments in drying of pastelike materials. In: *Advances in Drying*. Washington: Ed. A. S. Mujumdar, v. 2, p. 193-231, 1983. Apud: FREIRE, J. T.; FERREIRA, M. C.; FREIRE, F. B. Secagem de pastas em leito de jorro. In: FREIRE, J. T.; SILVEIRA, A. M. **Fenômenos de transporte em sistemas particulados: Fundamentos e aplicações**. São Carlos: SUPREMA, 2009. p. 97-129.

TONON, R.V.; BRABET, C.; HUBINDER, M.D. Anthocyanin stability and antioxidant activity of spray-dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice produced with different carrier agents. **Food Research International**, v.43, p. 907-914, 2010.

VLADOIU, R.; CIUPINA, V.; DINCA, V.; MUSA, G. Influence of operational parameters on the wettability of the DLC films deposited by TVA method. In: CENTRAL EUROPEAN SYMPOSIUM ON PLASMA CHEMISTRY, 2., 2008, Brno. **Anais...** Czech Republic: Masaryk University; Union of Czech Mathematicians and Physicists, 2008.p 1463-1466.

VIEIRA, M. G. A.; DONIDA, M. W.; ROCHA, S. C. S. Adhesion of aqueous polymeric suspension to inert particles in a spouted bed. **Drying Technology**, v.22, p.1069-1085, 2004.

VOLP, A. C. P.; RENHE, I. R. T.; BARRA, K.; STRINGUETA, P. C. Flavonóides antocianinas: características e propriedades na nutrição e saúde. **Revista Brasileira de Nutrição Clínica**. v. 23, n. 2, p. 141-149, 2007.

WALSTRA, P.; WOUTERS, J. T. M.; GEURTS, T. J. **Dairy Science and Technology**. CRC Press Taylor and Francis Group, 2006. p. 3-16.

WEI-DONG WANG; SHI-YING XU. Degradation kinetics of anthocyanins in blackberry juice and concentrate. **Journal of Food Engineering**. v. 82, p. 271-275, 2007.

ZHANG, D.; FLORY, J. H.; PANMAI, S.; BATRA, U.; KAUFMAN, M. J. Wettability of pharmaceutical solids: its measurement and influence on wet granulation. **Colloids and Surfaces**, v.A, p.547-554, 2002.

APÊNDICE A

Curvas fluidodinâmicas construídas antes e após o processo de secagem da pasta leite-polpa de amora (25%: 75% (V/V)).

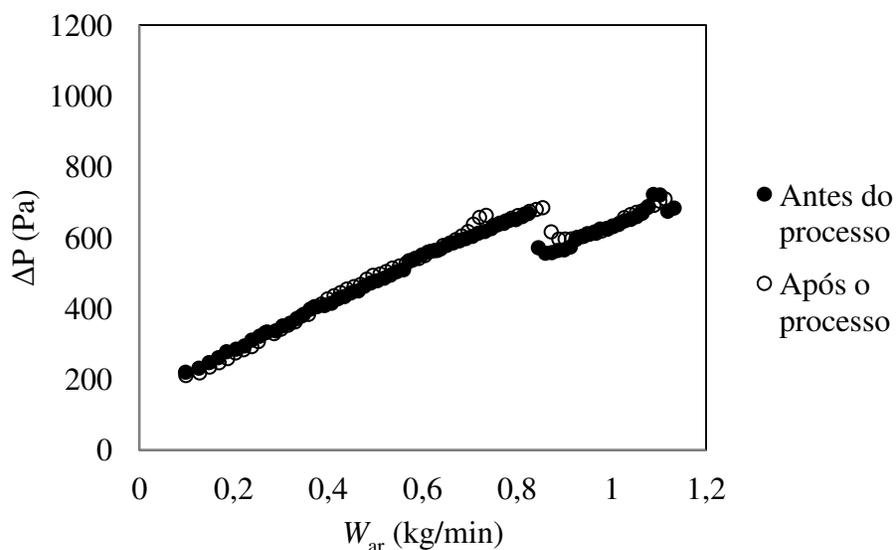


Figura 1: Curva fluidodinâmica para vazões decrescentes, sem ar de atomização, PP, carga de 1,4 kg, ensaio 2 ($W_f=2$ mL/min, $P_{at}=20$ psig e $T_e=60$ °C).

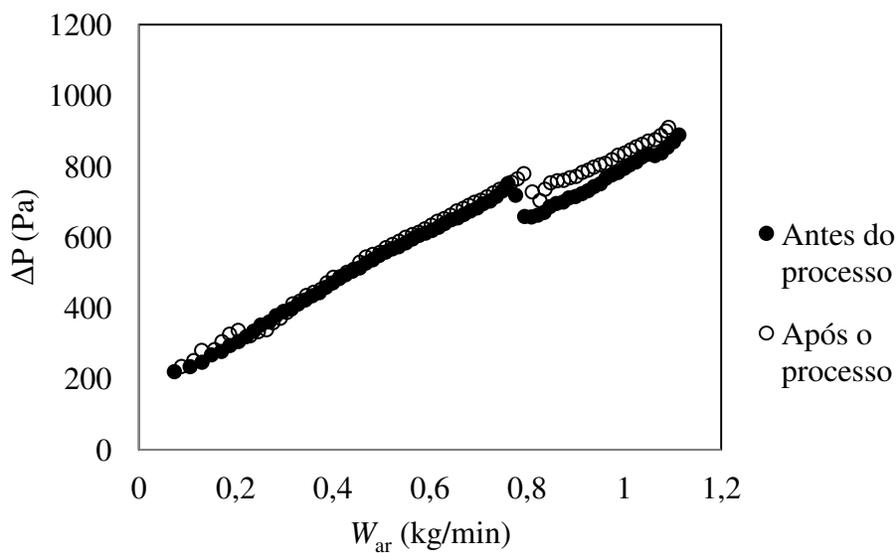
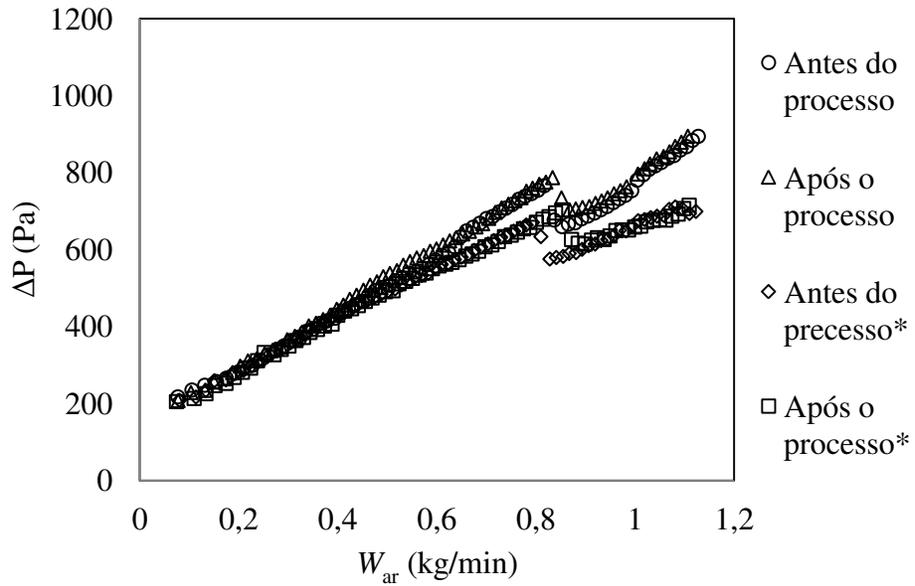


Figura 2: Curva fluidodinâmica para vazões decrescentes, sem ar de atomização, PP, carga de 1,4 kg, ensaio 4 ($W_f=2$ mL/min, $P_{at}=20$ psig e $T_e=80$ °C).



*duplicata

Figura 3: Curva fluidodinâmica para vazões decrescentes, sem ar de atomização, PP, carga de 1,4 kg, ensaio 5 ($W_f= 4$ mL/min, $P_{at}= 10$ psig e $T_e= 60$ °C).

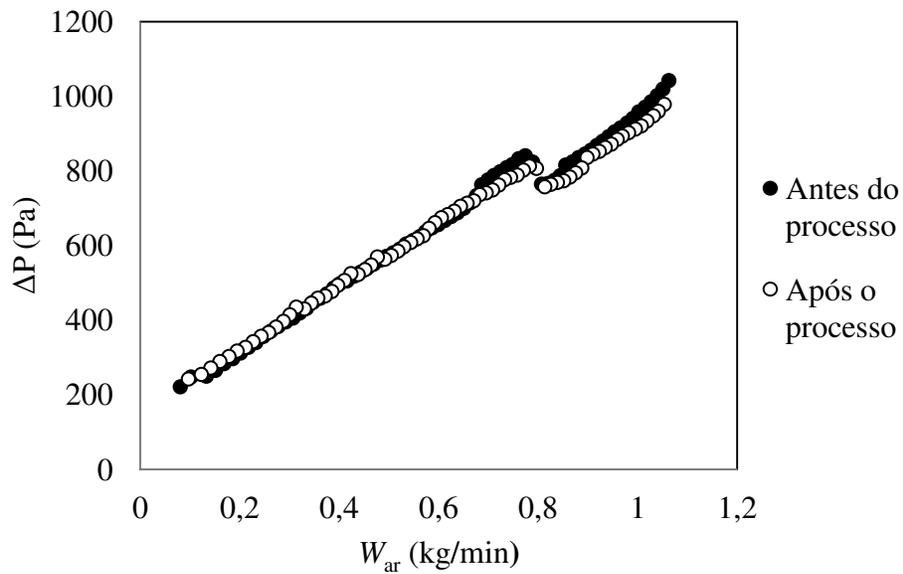


Figura 4: Curva fluidodinâmica para vazões decrescentes, sem ar de atomização, PP, carga de 1,4 kg, ensaio 8 ($W_f= 4$ mL/min, $P_{at}= 20$ psig e $T_e= 80$ °C).

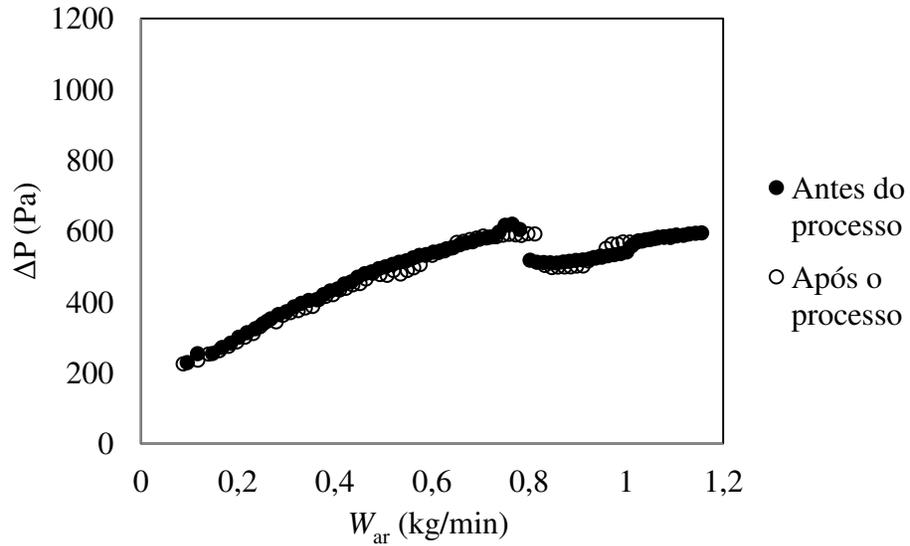


Figura 5: Curva fluidodinâmica para vazões decrescentes, sem ar de atomização, PP, carga de 1,4 kg, ensaio 9 ($W_f= 3$ mL/min, $P_{at}= 15$ psig e $T_e= 70$ °C).

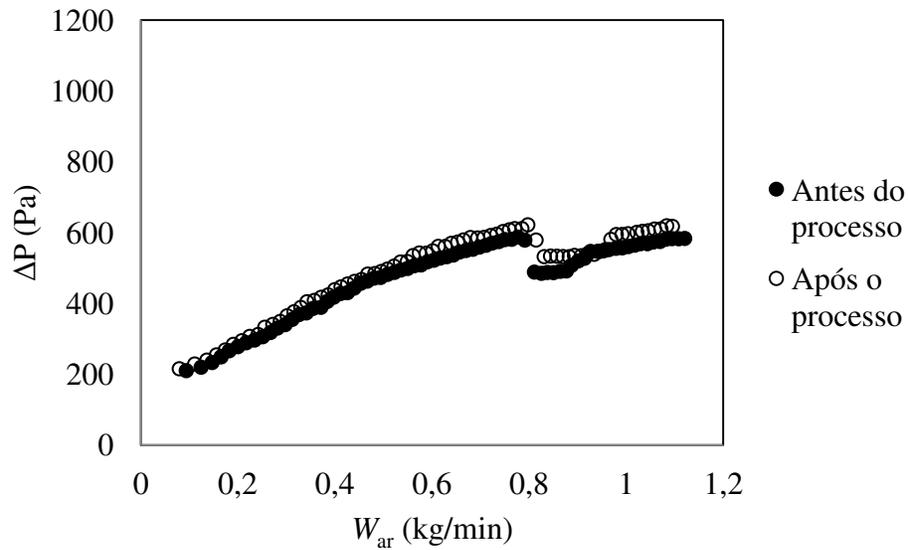


Figura 6: Curva fluidodinâmica para vazões decrescentes, sem ar de atomização, PP, carga de 1,4 kg, ensaio 10 ($W_f= 3$ mL/min, $P_{at}= 15$ psig e $T_e= 70$ °C).

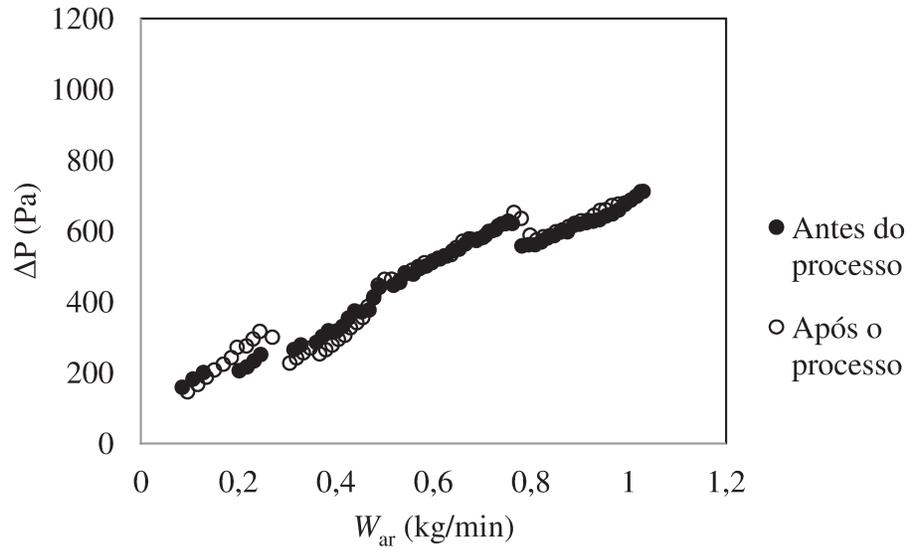


Figura 7: Curva fluidodinâmica para vazões decrescentes, PS, carga de 1,4 kg, ensaio 1 ($W_f=2$ mL/min, $P_{at}=10$ psig e $T_e=60$ °C).

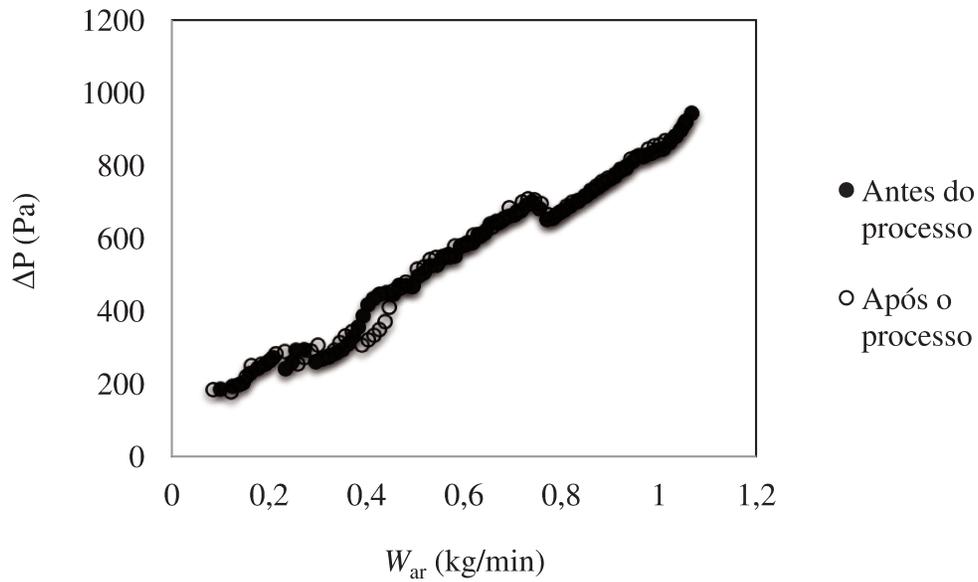


Figura 8: Curva fluidodinâmica para vazões decrescentes, PS, pasta leite-polpa de amora (10 %: 90 % (V/V)), ensaio 1.

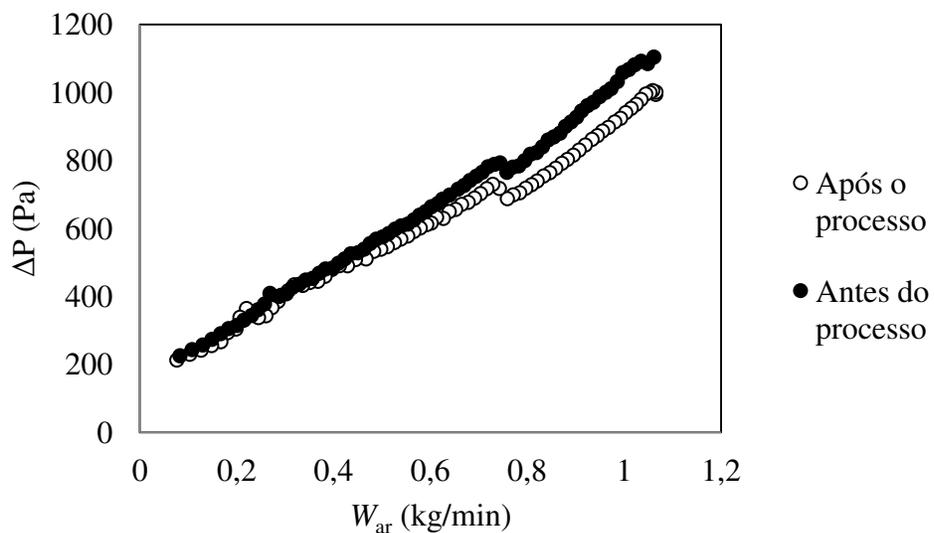


Figura 9: Curva fluidodinâmica para vazões decrescentes, PS, pasta leite-polpa de amora (10 %: 90 % (V/V)), ensaio 2.

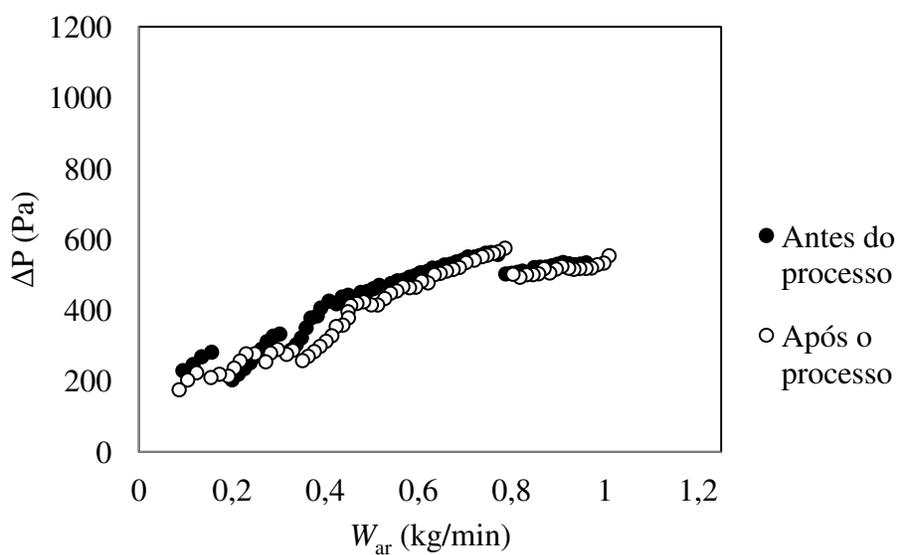


Figura 10: Curva fluidodinâmica para vazões decrescentes, PS, pasta leite-polpa de amora (50 %: 50 % (V/V)), ensaio 5.

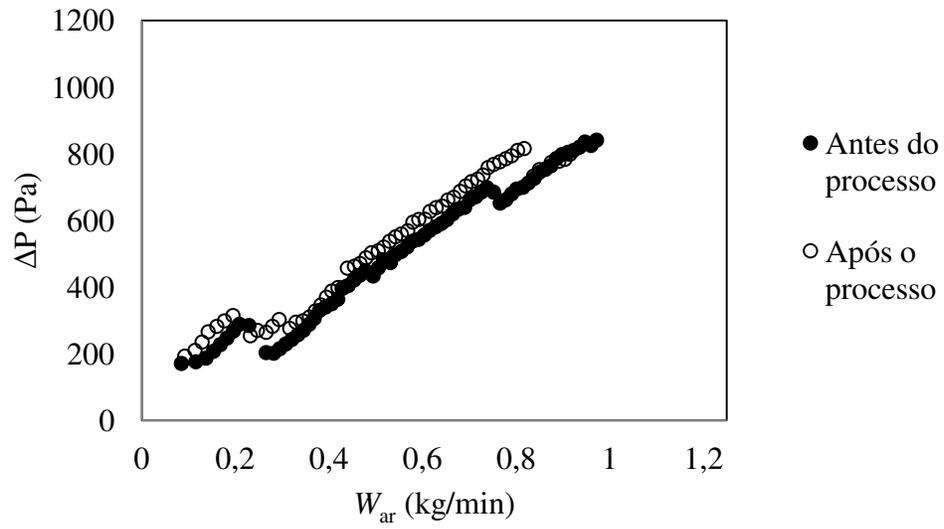


Figura 10: Curva fluidodinâmica para vazões decrescentes, PS, pasta leite-polpa de amora (50 %: 50 % (V/V)), ensaio 6.

APÊNDICE B

Curvas fluidodinâmicas do leito de jorro retangular com dupla fenda e altura de 100 cm.

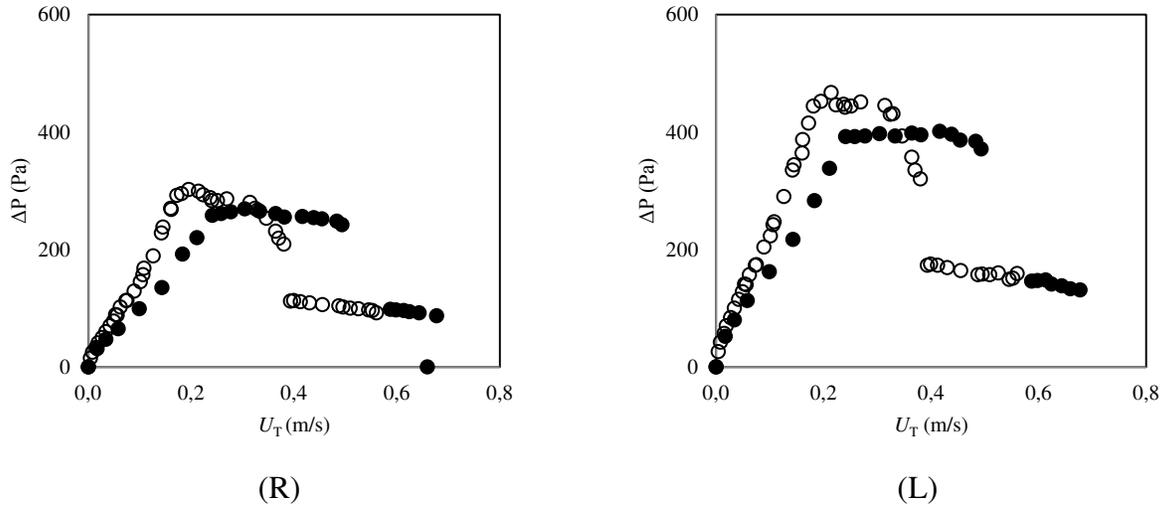


Figura 1: Curva fluidodinâmica para partículas de vidro, $H= 15$ cm, vazão de gás crescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.

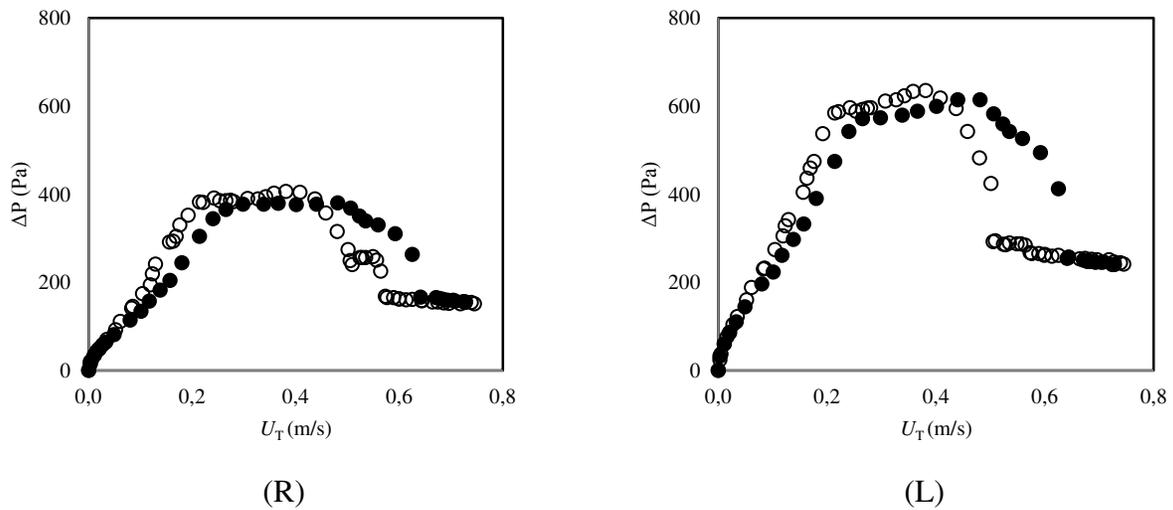
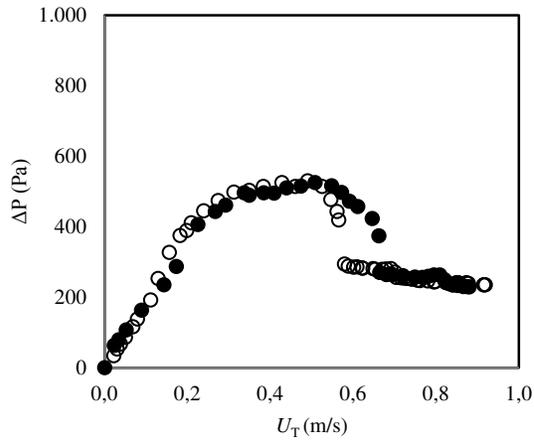
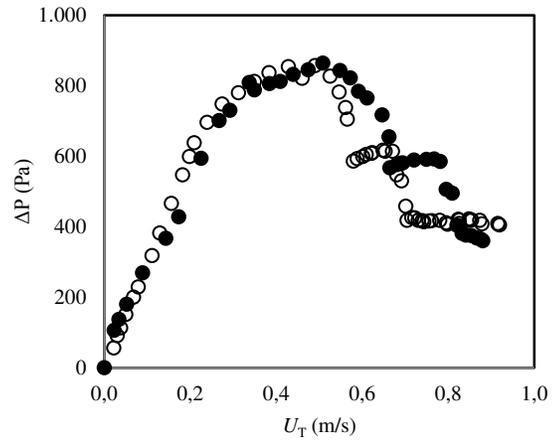


Figura 2: Curva fluidodinâmica para partículas de vidro, $H= 20$ cm, vazão de gás crescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.

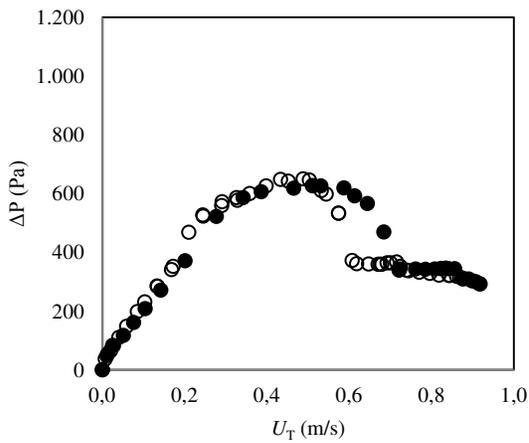


(R)

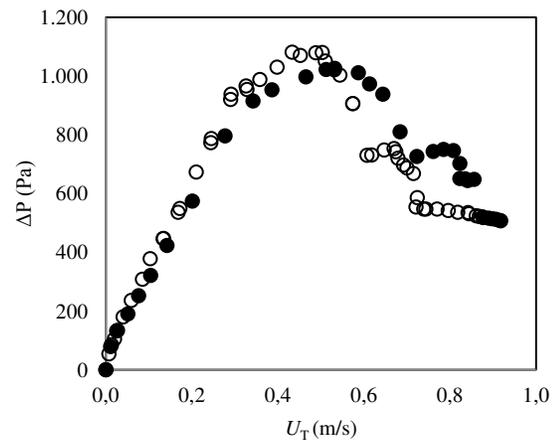


(L)

Figura 3: Curva fluidodinâmica para partículas de vidro, $H= 25,4$ cm, vazão de gás crescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.

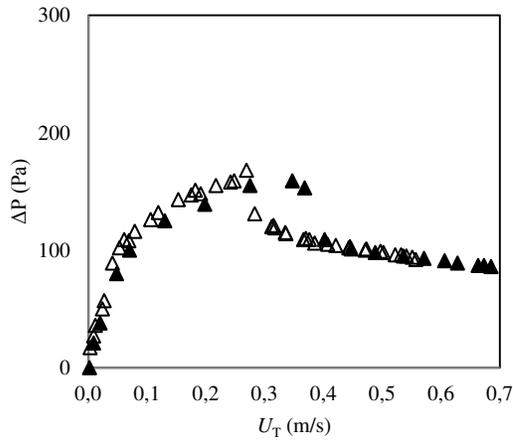


(R)

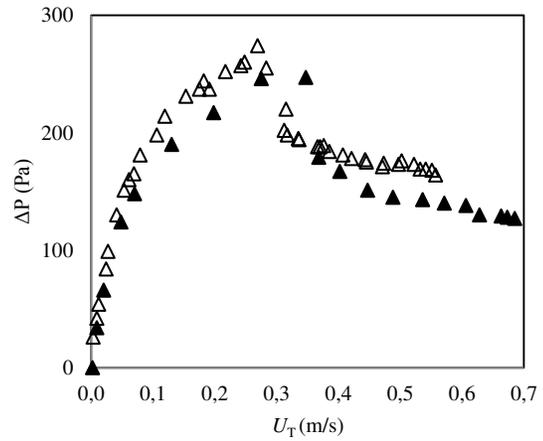


(L)

Figura 4: Curva fluidodinâmica para partículas de vidro, $H= 30,4$ cm, vazão de gás crescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.

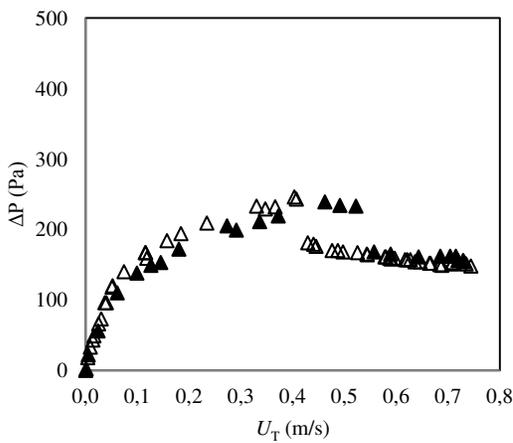


(R)

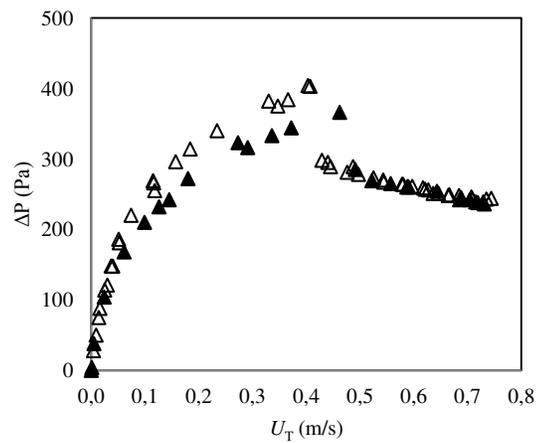


(L)

Figura 5: Curva fluidodinâmica para partículas de vidro, $H= 15$ cm, vazão de gás decrescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.

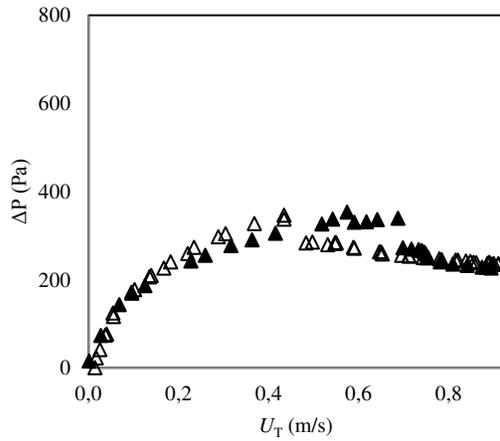


(R)

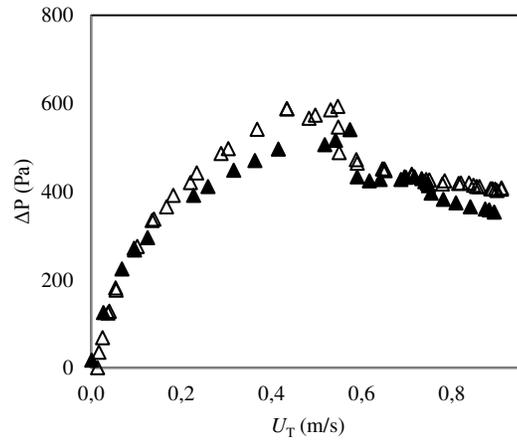


(L)

Figura 6: Curva fluidodinâmica para partículas de vidro, $H= 20,3$ cm, vazão de gás decrescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.



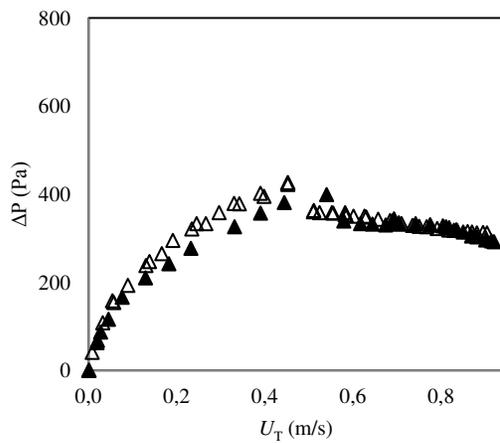
(R)



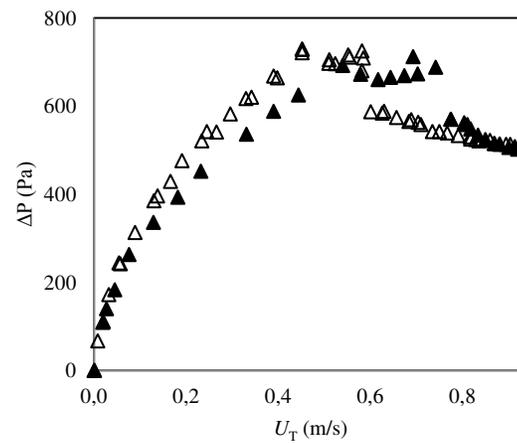
(L)

Figura 7: Curva fluidodinâmica para partículas de vidro, $H= 25,4$ cm, vazão de gás decrescente:

(R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.



(R)



(L)

Figura 8: Curva fluidodinâmica para partículas de vidro, $H= 30,4$ cm, vazão de gás decrescente:

(R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.

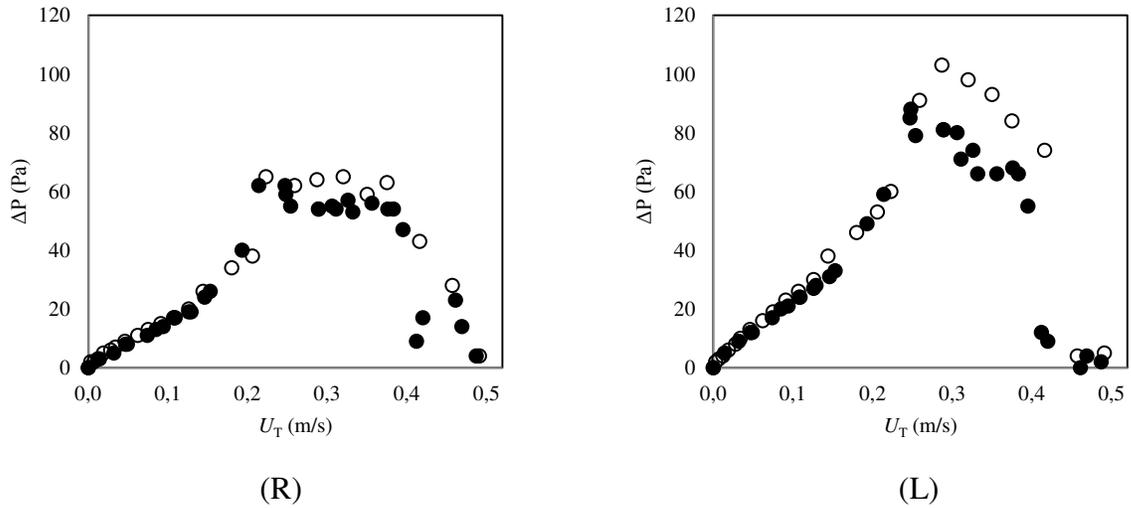


Figura 9: Curvas fluidodinâmicas para partículas de poliestireno, $M= 1,4$ kg, vazão de gás crescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.

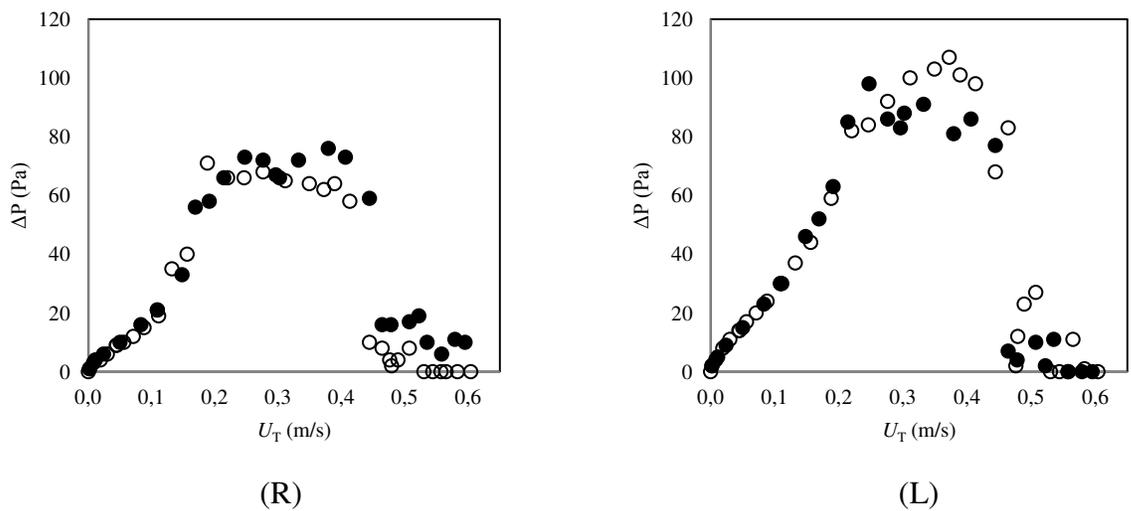
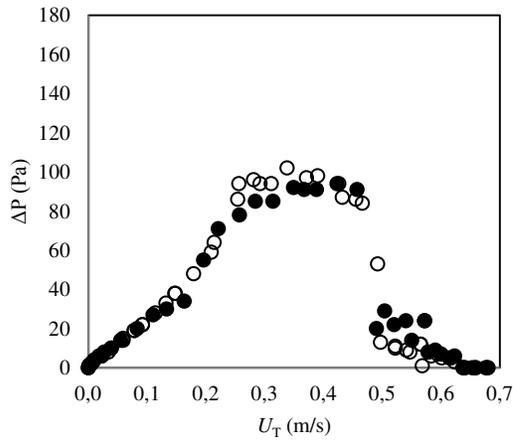
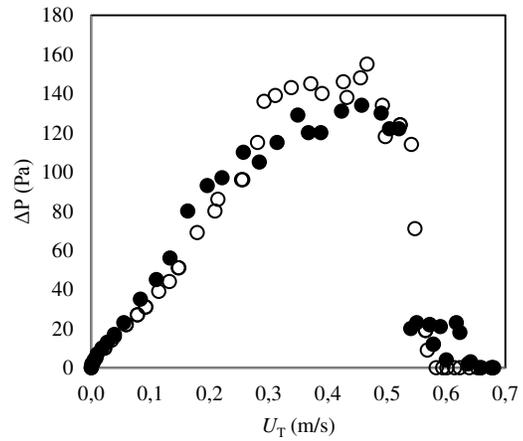


Figura 10: Curvas fluidodinâmicas para partículas de poliestireno, $M= 1,8$ kg, vazão de gás crescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.

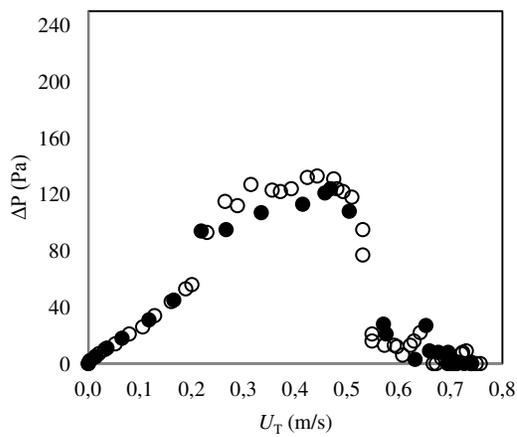


(R)

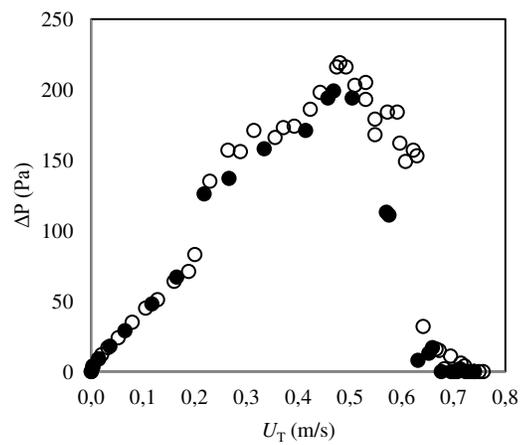


(L)

Figura 11: Curvas fluidodinâmicas para partículas de poliestireno, $M= 2,2$ kg, vazão de gás crescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.

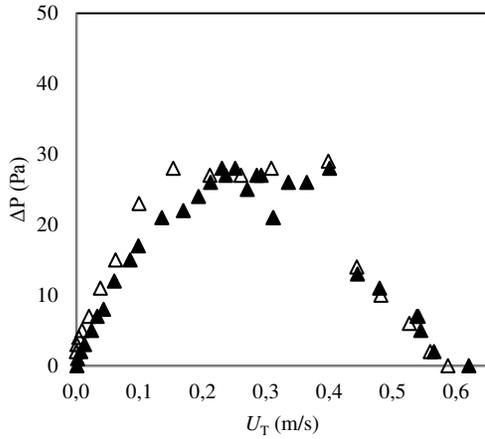


(R)

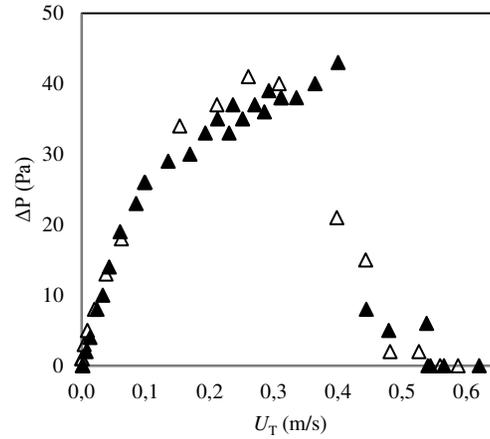


(L)

Figura 12: Curvas fluidodinâmicas para partículas de poliestireno, $M= 2,8$ kg, vazão de gás crescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.

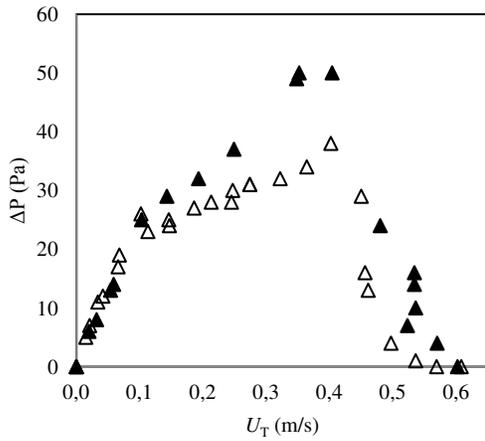


(R)

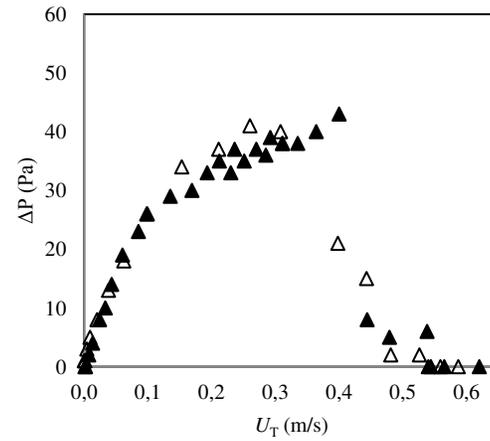


(L)

Figura 13: Curvas fluidodinâmicas para partículas de poliestireno, $M= 1,4$ kg, vazão de gás decrescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.



(R)



(L)

Figura 14: Curvas fluidodinâmicas para partículas de poliestireno, $M= 1,8$ kg, vazão de gás decrescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.

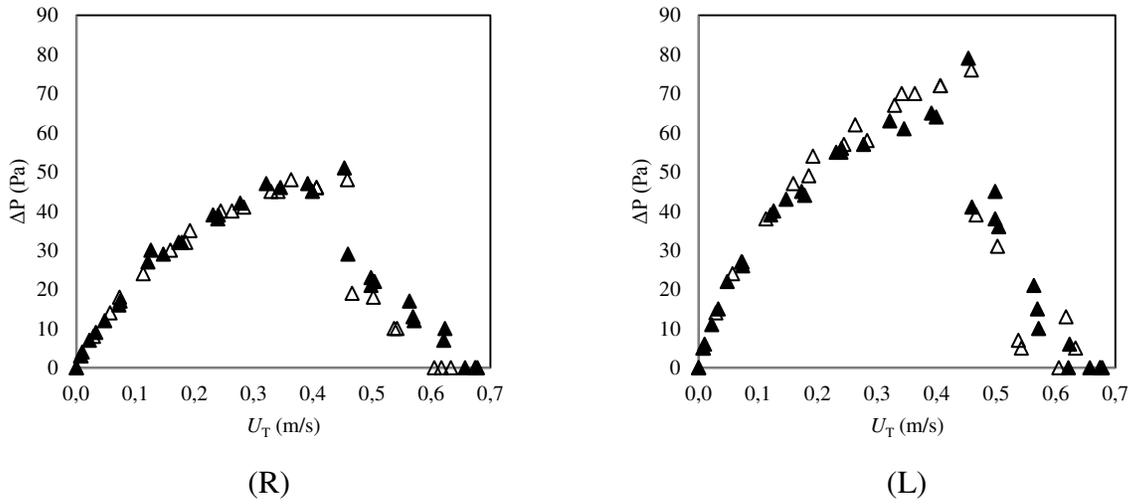


Figura 15: Curvas fluidodinâmicas para partículas de poliestireno, $M= 2,2$ kg, vazão de gás decrescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.

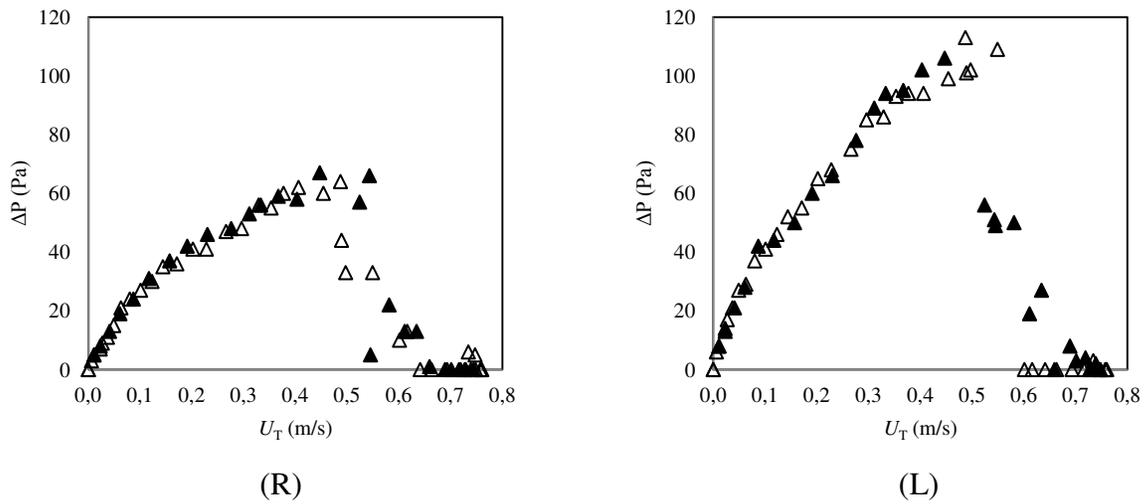


Figura 16: Curvas fluidodinâmicas para partículas de poliestireno, $M= 2,8$ kg, vazão de gás decrescente: (R) câmara da direita e (L) câmara da esquerda.