



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

**DESENVOLVIMENTO DE REÔMETRO CAPILAR PRESSURIZADO  
E OTIMIZAÇÃO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE FLUIDOS A  
ALTAS TEMPERATURAS**

**VALQUÍRIA ROS POLSKI**  
Engenheira de Alimentos

**PROF. DR. FLÁVIO LUIS SCHMIDT**  
Orientador

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia de  
Alimentos da Universidade Estadual de  
Campinas (UNICAMP) para a obtenção do  
título de Doutor em Tecnologia de Alimentos

**Campinas - SP**  
**2011**

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA FEA – UNICAMP

R71d Ros-Polski, Valquíria  
Desenvolvimento de reômetro capilar pressurizado e otimização do  
tratamento térmico de fluidos a altas temperaturas / Valquíria Ros-  
Polski. -- Campinas, SP: [s.n], 2011.

Orientador: Flávio Luis Schmidt  
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas.Faculdade  
de Engenharia de Alimentos.

1. Reômetro capilar. 2. Tratamento térmico. 3. Otimização. 4.  
Cinética. 5. Microondas. I. Schmidt, Flávio Luis. II.  
Universidade Estadual de Campinas.Faculdade de Engenharia de  
Alimentos. III. Título.

cars/bibfea

Título em inglês: Development of a pressurized capillary rheometer and optimization of thermal  
treatment of fluids at high temperatures

Palavras-chave em inglês (Keywords): Capillary rheometer, Thermal treatment, Optimization,  
Kinetics, Microwave

Titulação: Doutor em Tecnologia de Alimentos

Banca examinadora: Flávio Luis Schmidt

Gisele Anne Camargo

Vijaya Grama Seetharamiengar Raghavan

Maria Isabel Berto

Rosiane Lopes da Cunha

Data da defesa: 05/05/2011

Programa de Pós Graduação: Programa em Tecnologia de Alimentos

## **Banca Examinadora**

Este exemplar corresponde à redação final da tese defendida por Valquíria Ros Polski aprovada pela Comissão julgadora em 05/05/2011.

---

Prof. Dr. Flávio Luis Schmidt  
Universidade Estadual de Campinas/FEA  
(Orientador)

---

Dra. Gisele Anne Camargo  
Instituto de Tecnologia de Alimentos/FRUTOTECH  
(Membro)

---

Prof. Dr. Marcelo Cristianini  
Universidade Estadual de Campinas/FEA  
(Membro)

---

Dra. Maria Isabel Berto  
Instituto de Tecnologia de Alimentos/GEPC  
(Membro)

---

Profa. Dra. Rosiane Lopes da Cunha  
Universidade Estadual de Campinas/FEA  
(Membro)

---

Prof. Dr. Antonio Marsaioli Junior  
Universidade Estadual de Campinas/FEA  
(Membro)

---

Dr. Valdecir Luccas  
Instituto de Tecnologia de Alimentos/CEREAL CHOCOTEC  
(Membro)

---

Prof. Dr. Vijaya Grama Seetharamiengar Raghavan  
McGill University / Bioresource Engineering Department  
(Membro)

## **Dedicatória**

Dedico esta tese a meus pais Isabel e Jorge (Fofo), a  
seus mentores iniciais Alfredo e Flávio e a todos a  
quem estas informações possam ajudar.



## **Agradecimentos**

ao Prof. Flávio pela oportunidade, orientação, encorajamento sempre e amizade  
ao Alfredo pela parceria de trabalho de tantos anos, pela orientação,  
companheirismo e amizade

ao Prof. Marsaioli pelas oportunidades, apoio, trabalho em conjunto e amizade  
ao Prof. Raghavan pela oportunidade de trabalho em seu grupo, exemplo,  
dedicação, oportunidades de crescimento, encorajamento e amizade

ao Rafa pelo trabalho em conjunto durante dois anos, esforço e amizade

aos membros da banca por seus valiosos comentários e paciência na correção

à FAPESP e ao Canadian Bureau for International Education - Foreign Affairs  
and International Trade Canada (DFAIT) - ELAP (Emerging Leaders in the Americas  
Scholarship Program) pelo financiamento

à empresa Banana Purê - N&N Comércio de Alimentos Ltda. por fornecer o  
purê de banana, pela atenção e apoio; ao Aleixo Comerc. de Peças e à Conexões Gerais

a todos os amigos e colegas de trabalho da FEA

a todos os amigos e colegas de trabalho do ITAL, representados aqui pela  
Márcia, Bel, Jorge, Ernesto, Luciano, Ricardo e Michele

à Lu pelo auxílio nas etapas finais da tese

a todos os amigos e colegas de trabalho da McGill BREE, representados aqui  
pelo Dr. Raghavan, Darwin, Yvan e Dr. Valérie

a Ana, Elizabeth, Cristina, Dona Ignês e Dona Brígida pela importância e apoio

à minha família e amigos

aos meus pais Isabel e Jorge (Fofó) por tudo o que são na minha vida, amor,  
apoio incondicional, fé, presença, paciência, encorajamento...

a todos que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho

a Deus

## Resumo

A importância de se utilizar tratamento térmico de alimentos a altas temperaturas e curto tempo é que este garante a segurança microbiológica do produto e leva a uma maior preservação das características de qualidade, devido a parâmetros cinéticos que permitem que os fatores de qualidade tenham uma velocidade de destruição menor do que a de microrganismos. Dados reológicos em geral são obtidos a partir de ensaios realizados em equipamentos não pressurizados até temperaturas em torno de 90°C, devido à ebulição da água. A altas temperaturas podem ocorrer alterações no produto causando mudança de viscosidade não prevista ao se extrapolar equações obtidas até 90°C. O aumento ou diminuição de viscosidade pode modificar o regime de escoamento do fluido, podendo chegar a causar um sub ou sobre-processamento, dependendo do caso. Por estas razões, é importante conhecer, às temperaturas de processo, as propriedades reológicas do produto, microrganismos alvo de tratamento térmico, pH, cinéticas de degradação de parâmetros de qualidade para que se possa otimizar o dimensionamento de tratamentos térmicos para produtos específicos. O objetivo deste projeto foi a realização de medidas reológicas de soluções-modelo e fluido alimentício a altas temperaturas e obtenção de dados cinéticos de alteração de qualidade como escurecimento, construindo-se, para este fim, um equipamento, que possa ser utilizado como um reômetro capilar pressurizado e como um reator. Um reômetro capilar foi dimensionado e construído com aquecimento por meio de tecnologia de microondas. Foi possível a utilização do equipamento para realização de medidas de propriedades reológicas acima de 100°C de soluções de sacarose a 64 e 63,5°Brix e de purê de banana a 22°Brix. Observou-se um desvio da curva de Arrhenius para o comportamento reológico do purê de banana acima de 100°C, mas não para a solução de sacarose. Foi desenvolvida e aperfeiçoada a metodologia para obtenção da região ótima de tratamento térmico e aplicada para purê de banana com minimização de escurecimento (valor de  $L$  menor ou igual a 56,2) e garantia de segurança microbiológica baseado em dados cinéticos para *Clostridium*

*botulinum*. Esta região compreende temperaturas de tratamento térmico acima de 123°C e tempos abaixo de 2 minutos.

**Palavras-chave:** reômetro capilar, tratamento térmico, otimização, cinética, microondas, sacarose, purê de banana, carboximetilcelulose.

## **Abstract**

The importance of using food thermal processing at high temperatures and short time (HTST) is that it guarantees the microbiological security of the product and leads to a higher preservation of quality characteristics, due to kinetic parameters that allow quality factors to have a lower destruction rate than that of microorganisms. There is a lack of data on rheological fluid behavior at high temperatures due to the difficulties brought by the experimental assembly and originated from the thermal degradation that the product can undergo during the long time required for reaching the equilibrium temperature. Product alterations can occur at high temperatures causing unexpected changes of viscosity, invalidating extrapolations obtained from equations that are true just for around 90°C (rheological measurements in non-pressurized equipment due to boiling of water). The increase or reduction of viscosity can modify the flow behavior of the fluid, thus causing an under or over-processing, depending on the case. For these reasons, it is important to know the rheological properties of the product, thermal treatment target microorganisms, pH, degradation kinetics of quality parameters at process temperatures, such as to make possible the design of optimized thermal treatments for specific products. The objective of this project was to study the rheological properties and degradation kinetics at high temperatures of products (food and model solutions) and to obtain quality degradation kinetic data such as browning, in order to optimize thermal treatments. In order to perform the experiments, the objective is to build a device (pressurized capillary rheometer and heat exchanger) capable of rapidly increasing the product temperature, thus minimizing changes due to heat. The capillary rheometer could be built, using microwave as the heating device. It was tested with sucrose solution and banana puree. It was observed a deviation from the Arrhenius curve for the rheological behavior of banana puree above 100°C, but not for sucrose solution. It was possible to model and study the dielectric properties at 915 MHz for different formulations of banana puree at thermal treatment temperatures. The methodology for obtaining the optimal region of thermal treatment was developed and

improved. It was tested for banana puree in order to minimize browning ( $L$  value lower or equal to 56.2) and to guarantee safety based on *Clostridium botulinum* kinetics data. This region has 123°C as lower thermal processing temperature and 2 minutes as higher thermal treatment time.

**Key-words:** capillary rheometer, thermal treatment, optimization, kinetics, microwave, sucrose, banana puree, carboxymethylcellulose.

# Índice

Lista de Tabelas.....	xvi
Lista de Figuras .....	xviii
Nomenclatura .....	xxi
<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>- 1 -</b>
<b>2. OBJETIVOS .....</b>	<b>- 4 -</b>
<b>3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>- 5 -</b>
<b>3.1. Processamento Térmico .....</b>	<b>- 5 -</b>
<b>3.2. Tratamento térmico contínuo de alimentos fluidos.....</b>	<b>- 6 -</b>
<b>3.3. Princípios de troca de calor .....</b>	<b>- 6 -</b>
<b>3.4. Escoamento e Processamento térmico .....</b>	<b>- 9 -</b>
<b>3.5. Reologia.....</b>	<b>- 14 -</b>
3.5.1. Geral.....	- 14 -
3.5.2. Reologia dos Fluidos.....	- 15 -
3.5.3. Reologia em tubos .....	- 19 -
3.5.4. Influência da temperatura .....	- 21 -
<b>3.6. Medidas reológicas a altas temperaturas .....</b>	<b>- 23 -</b>
<b>3.7. Tecnologia de microondas e propriedades dielétricas .....</b>	<b>- 25 -</b>
3.7.1. Propriedades dielétricas .....	- 26 -
<b>3.8. Cinética de reação.....</b>	<b>- 28 -</b>
3.8.1. Cinética de inativação microbiana .....	- 29 -
3.8.2. Cinética de degradação de qualidade .....	- 32 -
<b>3.9. Efeito do processamento térmico na qualidade dos alimentos.....</b>	<b>- 34 -</b>
3.9.1. Medida de cor .....	- 35 -
<b>3.10. Soluções-modelo .....</b>	<b>- 35 -</b>
<b>3.11. Purê de banana.....</b>	<b>- 36 -</b>

3.12. Otimização de processos com relação a segurança microbiológica e fatores de qualidade .....	- 37 -
<b>4. MATERIAL E MÉTODOS .....</b>	<b>- 40 -</b>
4.1. Desenvolvimento de um reômetro capilar pressurizado.....	- 40 -
4.1.1. Material.....	- 40 -
4.1.1.1. Constituintes do equipamento.....	- 40 -
4.1.1.2. Fluidos-modelo para teste do equipamento .....	- 50 -
4.1.2. Dimensionamento do equipamento .....	- 50 -
4.1.2.1. Capilares .....	- 50 -
4.1.2.2. Trocador de calor .....	- 51 -
4.1.2.3. Resistências elétricas.....	- 53 -
4.1.3. Construção do protótipo do equipamento .....	- 53 -
4.1.3.1. Testes preliminares com óleo como fluido modelo .....	- 55 -
4.1.4. Construção da versão intermediária do equipamento .....	- 55 -
4.1.4.1. Calibração do medidor diferencial de pressão .....	- 56 -
4.1.4.2. Construção de novos capilares e obtenção dos valores reais de seus diâmetros internos.....	- 56 -
4.1.4.3. Forma de operação do equipamento .....	- 56 -
4.1.4.4. Isolamento térmico do equipamento.....	- 57 -
4.1.4.5. Testes preliminares .....	- 57 -
4.1.4.6. Testes preliminares com solução de sacarose como fluido modelo .....	- 57 -
4.1.5. Construção da versão final do equipamento .....	- 59 -
4.1.5.1. Construção de novos capilares e obtenção dos valores reais de seus diâmetros internos.....	- 59 -
4.1.5.1. Isolamento térmico do equipamento.....	- 60 -
4.1.6. Protocolo para medida de vazão .....	- 60 -
4.1.7. Obtenção das curvas de vazão em função da frequência de rotação do inversor de frequência .....	- 60 -
4.1.8. Calibração dos termopares .....	- 61 -
4.1.9. Obtenção do diâmetro interno real de cada capilar .....	- 61 -
4.1.10. Ensaio reológico .....	- 62 -
4.1.10.1. Protocolo para análise reológica no reômetro capilar .....	- 62 -
4.1.10.2. Protocolo para análise reológica no reômetro rotacional Marca MLW, Modelo Rheotest 2,1 .....	- 64 -

4.1.10.3.	Protocolo para análise reológica no reômetro rotacional Brookfield ...	- 65 -
<b>4.2.</b>	<b><i>Análise Reológica de Solução de Sacarose a Altas Temperaturas Utilizando-se um Reômetro Capilar Pressurizado</i></b> .....	<b>- 65 -</b>
4.2.1.	Análise reológica de solução de sacarose utilizando-se reômetro capilar pressurizado .....	- 65 -
4.2.1.1.	Material .....	- 65 -
4.2.1.2.	Equipamento .....	- 66 -
4.2.1.3.	Ensaio reológico com o reômetro capilar.....	- 66 -
4.2.1.4.	Ensaio reológico com o reômetro rotacional Brookfield .....	- 66 -
<b>4.3.</b>	<b><i>Análise Reológica de Purê de Banana a Altas Temperaturas Utilizando-se um Reômetro Capilar Pressurizado</i></b> .....	<b>- 67 -</b>
4.3.1.	Testes preliminares com purê de banana .....	- 67 -
4.3.1.1.	Material .....	- 67 -
4.3.1.2.	Ensaio.....	- 67 -
4.3.2.	Análise reológica de purê de banana utilizando-se reômetro capilar pressurizado .....	- 68 -
4.3.2.1.	Material .....	- 68 -
4.3.2.2.	Equipamento .....	- 68 -
4.3.2.3.	Ensaio reológico com o reômetro capilar.....	- 68 -
<b>4.4.</b>	<b><i>Otimização do tratamento térmico de produtos fluidos: caso purê de banana</i></b> - 69	
-		
4.4.1.	Material.....	- 69 -
4.4.2.	Equipamento.....	- 69 -
4.4.3.	Tratamento térmico .....	- 70 -
4.4.4.	Medida de cor .....	- 70 -
4.4.5.	Construção das curvas de degradação térmica e otimização do tratamento térmico .....	- 71 -
<b>5.</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>- 72 -</b>
<b>5.1.</b>	<b><i>Desenvolvimento de um reômetro capilar pressurizado</i></b> .....	<b>- 72 -</b>
5.1.1.	Dimensionamento do equipamento .....	- 72 -
5.1.1.1.	Capilares .....	- 72 -
5.1.1.2.	Trocador de calor .....	- 74 -
5.1.1.3.	Resistências elétricas.....	- 75 -



5.1.2.	Construção do protótipo do equipamento .....	- 75 -
5.1.2.2.	Testes preliminares com óleo como fluido modelo .....	- 78 -
5.1.3.	Construção da versão intermediária do equipamento .....	- 79 -
5.1.3.1.	Calibração do medidor diferencial de pressão .....	- 80 -
5.1.1.	Construção de novos capilares e obtenção dos valores reais de seus diâmetros internos .....	- 80 -
5.1.1.1.	Forma de operação do equipamento .....	- 81 -
5.1.1.2.	Testes preliminares com solução de sacarose como fluido modelo .....	- 82 -
5.1.2.	Construção da versão final do equipamento .....	- 85 -
5.1.2.2.	Construção de novos capilares e obtenção dos valores reais de seus diâmetros internos.....	- 88 -
5.1.2.1.	Isolamento térmico do equipamento.....	- 88 -
5.1.2.2.	Apresentação da versão final do equipamento.....	- 89 -
5.1.3.	Obtenção das curvas de vazão em função da frequência de rotação do inversor de frequência .....	- 92 -
5.1.4.	Calibração dos termopares .....	- 93 -
<b>5.2.</b>	<b><i>Análise Reológica de Solução de Sacarose a Altas Temperaturas Utilizando-se um Reômetro Capilar Pressurizado .....</i></b>	<b>- 94 -</b>
5.2.1.	Ensaio reológico com o reômetro capilar e com o reômetro rotacional Brookfield .....	- 94 -
<b>5.3.</b>	<b><i>Análise Reológica de Purê de Banana a Altas Temperaturas Utilizando-se um Reômetro Capilar Pressurizado .....</i></b>	<b>- 99 -</b>
5.3.1.	Testes preliminares com purê de banana .....	- 99 -
5.3.2.	Análise reológica utilizando-se reômetro capilar pressurizado .....	- 103 -
<b>5.4.</b>	<b><i>Otimização do tratamento térmico de produtos fluidos: caso purê de banana - 106 -</i></b>	
<b>6.</b>	<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>- 109 -</b>
6.1.	<i>Contribuição para o conhecimento .....</i>	<i>- 111 -</i>
6.2.	<i>Sugestões para Trabalhos Futuros .....</i>	<i>- 111 -</i>
<b>7.</b>	<b>Referências Bibliográficas.....</b>	<b>- 112 -</b>
<b>8.</b>	<b>Anexos.....</b>	<b>- 123 -</b>

<b>8.1.      <i>Estudo preliminar de técnica para preparação de soluções-modelo de carboximetilcelulose (CMC)</i>.....</b>	<b>- 123 -</b>
8.1.1.    Material e Métodos .....	- 123 -
8.1.2.    Experimento 1 .....	- 123 -
8.1.3.    Experimento 2 .....	- 124 -
8.1.4.    Experimento 3 .....	- 124 -
8.1.5.    Experimento 4 .....	- 125 -
8.1.6.    Experimento 5 .....	- 126 -
8.1.7.    Experimento 6 .....	- 127 -
8.1.8.    Resultados e Discussão .....	- 127 -
8.1.9.    Experimento 1 .....	- 127 -
8.1.10.   Experimento 2 .....	- 129 -
8.1.11.   Experimento 3 .....	- 130 -
8.1.12.   Experimento 4 .....	- 132 -
8.1.13.   Experimento 5 .....	- 135 -
8.1.14.   Experimento 6 .....	- 137 -
8.1.15.   Conclusão .....	- 138 -
 <b>8.2.      <i>Dielectric Properties of Banana Puree under Thermal Processing Conditions as a Function of Temperature and Composition</i> .....</b>	<b>- 139 -</b>
8.2.1.    Introduction .....	- 140 -
8.2.2.    Banana puree .....	- 140 -
8.2.3.    Process optimization considering microbial safety and quality factors .....	- 140 -
8.2.4.    Microwave thermal treatment and dielectric properties .....	- 140 -
8.2.5.    Material and Methods .....	- 141 -
8.2.6.    Raw material .....	- 141 -
8.2.7.    Banana puree preparation .....	- 141 -
8.2.8.    Dielectric properties measurement .....	- 142 -
8.2.9.    Experimental design .....	- 142 -
8.2.10.   Results and Discussion: .....	- 142 -
8.2.11.   Raw banana characteristics.....	- 142 -
8.2.12.   Banana puree characteristics .....	- 142 -
8.2.13.   Dielectric properties .....	- 143 -
8.2.14.   Conclusions .....	- 144 -
8.2.15.   Acknowledgements .....	- 144 -

<b>8.3. Estudo de forma complementar de aquecimento utilizando-se tecnologia de campos elétricos moderados (aquecimento ôhmico) .....</b>	<b>- 145 -</b>
<b>8.4. Análise do efeito da pressão do sistema nos resultados reológicos .....</b>	<b>- 147 -</b>
<b>8.5. Manual de Operação do Equipamento .....</b>	<b>- 149 -</b>
<b>8.6. Relatos de dificuldades encontradas .....</b>	<b>- 152 -</b>
8.6.1. Sistemas desenvolvidos para medida de queda de pressão com o uso do medidor diferencial de pressão .....	- 152 -
8.6.2. Isolamento .....	- 154 -
8.6.3. Cuidados no uso do microondas .....	- 157 -
<b>8.7. Adequação da tecnologia de microondas ao aquecimento do equipamento - 158 -</b>	
8.7.1. Material e Métodos .....	- 158 -
8.7.1.1. Teste do aquecimento com microondas utilizando-se o equipamento de 5.8 GHz .....	- 158 -
8.7.2. Resultados e Discussão .....	- 161 -
<b>8.8. A RELATIVELY LOW COST MICROWAVE HEATED HIGH TEMPERATURE RHEOMETER .....</b>	<b>- 163 -</b>
<b>8.9. Tabela de rotações do Reômetro Rotacional MLW .....</b>	<b>- 171 -</b>

## Lista de Tabelas

Tabela 3.1.	Valores D e z de nutrientes e fatores de qualidade em diferentes produtos ( <sup>1</sup> Fellows (2008); <sup>2</sup> Karel (1975)).....	- 39 -
Tabela 5.1.	Cálculos para dimensionamento dos capilares utilizando-se a menor vazão ( $1,67 \cdot 10^{-5}$ L min <sup>-1</sup> ) .....	- 72 -
Tabela 5.2.	Cálculos para dimensionamento dos capilares utilizando-se a maior vazão ( $1,67 \cdot 10^{-1}$ L min <sup>-1</sup> ) .....	- 72 -
Tabela 5.3.	Quadro de análise dos dados das Tabelas 6.1 e 6.2.....	- 73 -
Tabela 5.4.	Comprimento, região de entrada e de saída de cada capilar .....	- 75 -
Tabela 5.5.	Diâmetros internos dos capilares de cobre de 1/8" OD, 3/16", 1/4" OD e 3/8" OD -	81 -
Tabela 5.6.	Diâmetros internos reais médios dos capilares de inox de 1/8" e 1/16" OD .....	- 88 -
Tabela 5.7.	Equações de calibração dos termopares .....	- 94 -
Tabela 5.8.	Parâmetro de viscosidade do modelo Newtoniano para solução de sacarose a 65°Brix a partir de ensaio realizado no reômetro capilar.....	- 96 -
Tabela 5.9.	Parâmetro de viscosidade do modelo Newtoniano para solução de sacarose a 65°Brix a partir de ensaio realizado no reômetro rotacional Brookfield .....	- 96 -
Tabela 5.10.	Viscosidade de solução de sacarose a 65°Brix (Chen & Chou, 1993) .....	- 97 -
Tabela 5.11.	Viscosidade de solução de sacarose a 69,67°Brix (Quintas <i>et al.</i> , 2006) .....	- 97 -
Tabela 5.12.	Valores de energia de ativação para soluções de sacarose .....	- 98 -
Tabela 5.13.	Valores de n e K para purês de banana tratados a 60°C por 10 e 60 minutos -	102 -
Tabela 5.14.	Valores de n e K para purês de banana tratados a 90°C por 10 e 60 minutos -	102 -
Tabela 5.15.	Parâmetros do modelo de Lei da Potência para purê de banana .....	- 104 -
Tabela 8.1.	$F_{calc}$ models $F_{value}$ , $R^2$ and the modeled equation for e' and e'' at 915 MHz ( $\alpha=0.05$ ) -	143 -

-

## Lista de Figuras

Figura 3.1. Perfil parabólico laminar de escoamento no interior de tubos para fluidos Newtonianos .....	- 11 -
Figura 3.2. Perfil turbulento “plug-flow” de escoamento no interior de tubos para fluidos Newtonianos .....	- 11 -
Figura 3.3. Perfis de velocidade laminar para fluidos Lei da Potência, em função do índice de comportamento do fluido ( $n$ ) (adaptado de Steffe (1996)) .....	- 12 -
Figura 3.4. Curvas típicas de fluido pseudoplástico (a), Newtoniano (b), dilatante (c), tipo Herschel-Bulkley com $n < 1$ (a’), tipo plástico de Bingham (b’) e tipo Herschel-Bulkley com $n > 1$ (c’). .....	- 16 -
Figura 3.5. Curva de sobreviventes onde D é o tempo requerido para que ocorra uma redução decimal no valor de N, que é o número de microrganismos. $t_1$ e $t_2$ são tempos arbitrários cujo intervalo é o valor de D.....	- 29 -
Figura 3.6. Curva de resistência térmica onde z é o intervalo de temperatura requerido para que ocorra uma redução decimal no valor de D. $T_1$ e $T_2$ são temperaturas arbitrárias cujo intervalo é o valor de z .....	- 30 -
Figura 3.7. Efeito de diferentes tratamentos térmicos sobre uma transformação desejável e duas indesejáveis. (Fonte: Quast, 1976).....	- 38 -
Figura 4.1. Sistema de aquecimento por microondas Gerling Applied Eng. Inc. ....	- 41 -
Figura 4.2. Gerador (a), absorvedor de onda refletida (b), guia de onda (c) e região de medida de potência de ondas transmitida e refletida (d) do sistema de aquecimento por microondas Alter .	- 42 -
Figura 4.3. Região para ajuste de impedâncias (a) e aplicador contínuo de microondas (b) do sistema de aquecimento por microondas Alter .....	- 42 -
Figura 4.4. Detalhe da região de aplicação de microondas do sistema de aquecimento por microondas Alter, tubo de Teflon <sup>®</sup> , termopar tipo T e isolamento térmico .....	- 43 -
Figura 4.5. Controle do sistema de aquecimento por microondas Alter .....	- 43 -

<b>Figura 4.6.</b>	<b>Medidores e indicadores de potência (“watt meters”) das ondas transmitida e refletida do sistema de aquecimento por microondas Alter .....</b>	<b>- 44 -</b>
<b>Figura 4.7.</b>	<b>Curto móvel do sistema de aquecimento por microondas Alter.....</b>	<b>- 44 -</b>
<b>Figura 4.8.</b>	<b>Esquema dos sistemas de aquecimento contínuo com microondas .....</b>	<b>- 45 -</b>
<b>Figura 5.1.</b>	<b>Regiões de trabalho de cada capilar .....</b>	<b>- 74 -</b>
<b>Figura 5.2.</b>	<b>Esquema da montagem do equipamento.....</b>	<b>- 77 -</b>
<b>Figura 5.3.</b>	<b>Foto do equipamento.....</b>	<b>- 77 -</b>
<b>Figura 5.4.</b>	<b>Curvas de log tensão de cisalhamento vs. log taxa de deformação para óleo mineral automotivo medidos em reômetro rotacional e reômetro capilar .....</b>	<b>- 78 -</b>
<b>Figura 5.5.</b>	<b>Curva de calibração do medidor diferencial de pressão .....</b>	<b>- 80 -</b>
<b>Figura 5.6.</b>	<b>Visão geral do equipamento .....</b>	<b>- 82 -</b>
<b>Figura 5.7.</b>	<b>Curvas de log tensão de cisalhamento vs. log taxa de deformação para solução de sacarose a 64°Brix medidos em reômetro rotacional e reômetro capilar (primeiro experimento)-</b>	<b>83 -</b>
<b>Figura 5.8.</b>	<b>Curvas de log tensão de cisalhamento vs. log taxa de deformação para solução de sacarose a 63,5°Brix medidos em reômetro rotacional e reômetro capilar (segundo experimento) ..</b>	<b>84 -</b>
<b>Figura 5.9.</b>	<b>Vista da montagem dos medidores diferenciais de pressão na entrada e na saída dos capilares, ligados a linhas de entrada e de saída que interconectam os locais de medida de pressão na entrada e na saída dos capilares, respectivamente. ....</b>	<b>- 85 -</b>
<b>Figura 5.10.</b>	<b>Transdutor de pressão Danfoss® e visão dos tubos capilares ao fundo à esquerda .....</b>	<b>- 87 -</b>
<b>Figura 5.11.</b>	<b>Aparelhos de aquisição de dados (MyPCLab®) fixados ao equipamento .....</b>	<b>- 87 -</b>
<b>Figura 5.12.</b>	<b>Visão geral do reômetro capilar definitivo .....</b>	<b>- 89 -</b>
<b>Figura 5.13.</b>	<b>Tanques de alimentação.....</b>	<b>- 90 -</b>
<b>Figura 5.14.</b>	<b>Bomba de deslocamento positivo Netzsch® .....</b>	<b>- 90 -</b>

Figura 5.15.	Variador de frequência de rotação do motor da bomba de deslocamento positivo - 91 -
Figura 5.16.	Esquema da versão final do equipamento ..... - 91 -
Figura 5.17.	Curva e equação de calibração da vazão da bomba com a frequência de rotação . - 92 -
Figura 5.18.	Curvas de calibração dos termopares ..... - 93 -
Figura 5.19.	Curva de tensão de cisalhamento ( $\sigma$ ) vs. taxa de deformação ( $\dot{\gamma}$ ) para solução de sacarose a 65°Brix na faixa de temperatura de 60,5 a 130°C ..... - 95 -
Figura 5.20.	Curvas de $\log \eta_a$ vs. $1/T$ para solução de sacarose a 65°Brix a temperaturas abaixo e acima de 100°C ..... - 98 -
Figura 5.21.	Reograma do purê de banana tratado a 60°C por 10 minutos ..... - 100 -
Figura 5.22.	Reograma do purê de banana tratado a 60°C por 60 minutos ..... - 100 -
Figura 5.23.	Reograma do purê de banana tratado a 90°C por 10 minutos ..... - 101 -
Figura 5.24.	Reograma do purê de banana tratado a 90°C por 60 minutos ..... - 101 -
Figura 5.25.	Curva de $\log$ da tensão de cisalhamento ( $\log \sigma$ ) vs. $\log$ da taxa de deformação ( $\log \dot{\gamma}$ ) para purê de banana na faixa de temperatura de 26,5 a 110°C ..... - 103 -
Figura 5.26.	Curvas de $\log$ de viscosidade aparente ( $\eta_a$ ) vs. $1/T$ para purê de banana a temperaturas abaixo e acima de 100°C a uma taxa de deformação de $630.96 \text{ s}^{-1}$ ..... - 105 -
Figura 5.27.	$\log L^*$ vs. tempo para cada temperatura ..... - 107 -
Figura 5.28.	$\log$ tempo vs. temperatura para $L^*$ de 56,20, curva de $F_0 = 3 \text{ min}$ para <i>Clostridium Botulinum</i> e região ótima de tratamento térmico (verde) ..... - 107 -
Figura 8.1.	Reograma CMC 2,0 % - primeira análise ..... - 128 -
Figura 8.2.	Reograma CMC 2,0 % - segunda análise ..... - 128 -
Figura 8.3.	Reograma CMC 1,5 % - primeira análise ..... - 129 -

<b>Figura 8.4.</b>	<b>Reograma CMC 1,5 % - segunda análise.....</b>	<b>- 130 -</b>
<b>Figura 8.5.</b>	<b>Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 1.....</b>	<b>- 131 -</b>
<b>Figura 8.6.</b>	<b>Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 2.....</b>	<b>- 131 -</b>
<b>Figura 8.7.</b>	<b>Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 1.....</b>	<b>- 133 -</b>
<b>Figura 8.8.</b>	<b>Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 2.....</b>	<b>- 133 -</b>
<b>Figura 8.9.</b>	<b>Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 3.....</b>	<b>- 134 -</b>
<b>Figura 8.10.</b>	<b>Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 1.....</b>	<b>- 135 -</b>
<b>Figura 8.11.</b>	<b>Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 2.....</b>	<b>- 136 -</b>
<b>Figura 8.12.</b>	<b>Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 3.....</b>	<b>- 136 -</b>
<b>Figura 8.13.</b>	<b>Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 4.....</b>	<b>- 137 -</b>
<b>Figura 8.14.</b>	<b>Surfaces of <math>\epsilon'</math> (a) and <math>\epsilon''</math> (b) at 915 MHz.....</b>	<b>- 143 -</b>
<b>Figura 8.15.</b>	<b>Condutividade elétrica em função da temperatura e concentração de NaCl. -</b>	<b>- 145 -</b>
<b>Figura 8.16.</b>	<b>Montagem do aquecedor ôhmico de bancada .....</b>	<b>- 146 -</b>
<b>Figura 8.17.</b>	<b>Sistema de medida de delta P com ar comprimido .....</b>	<b>- 153 -</b>
<b>Figura 8.18.</b>	<b>Temperaturas de entrada e saída do produto (água) na guia de onda.....</b>	<b>- 161 -</b>
<b>Figura 8.19.</b>	<b><math>\Delta T</math> e Eficiência vs. Potência Aplicada .....</b>	<b>- 162 -</b>



## Nomenclatura

$$\pi = 3,14$$

$$\dot{Q} - \text{calor por tempo, J.s}^{-1}$$

$$\lambda_0 - \text{comprimento de onda no espaço livre, m}$$

$$\eta_{a0} - \text{fator de frequência, Pa s}$$

$$\dot{\gamma} - \text{taxa de deformação, s}^{-1}$$

$$\sigma - \text{tensão de cisalhamento, Pa}$$

$$\sigma_0 - \text{tensão inicial de cisalhamento, Pa}$$

$$\bar{n} - \text{valor médio do índice de comportamento do fluido}$$

$$\dot{V} - \text{vazão volumétrica, m}^3 \text{ s}^{-1}$$

$$\bar{v} - \text{velocidade média, m s}^{-1}$$

$$\eta_r - \text{viscosidade aparente de referência, Pa s}$$

$$\dot{m} - \text{vazão mássica, kg s}^{-1}$$

$$v_{\max} - \text{velocidade máxima, m s}^{-1}$$

$$\eta_a - \text{viscosidade aparente, Pa s}$$

$$A - \text{área, m}^2$$

$$a_w - \text{atividade de água}$$

$$c - \text{velocidade da luz no espaço livre (3x10}^8 \text{ m s}^{-1}\text{)}$$

$c_p$  – calor específico,  $\text{J kg}^{-1} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$

$d$  – diâmetro interno da tubulação, m

$D$  – tempo para que ocorra uma redução decimal no valor de  $N$  a uma dada temperatura constante, min

$D_1$  – valor de  $D$  à temperatura  $T_1$ , min

$D_2$  – valor de  $D$  à temperatura  $T_2$ , min

$e$  – número de Euler ( $e \approx 2.718$ )

$E_a$  – energia de ativação, ( $\text{J mol}^{-1}$ )

$E_{ff}$  – Eficiência (%)

$f$  – frequência, Hz

$h$  – coeficiente convectivo,  $\text{kJ s}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$

$k$  – condutividade térmica,  $\text{kJ s}^{-1} \text{ m}^{-1} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$

$K$  – índice de consistência,  $\text{Pa s}^n$

$k_c$  - parâmetro cinético

$k_r$  – constante de proporcionalidade de reação

$l$  – comprimento do tubo, m

$L$  – letalidade

$m$  – massa, g

$n$  – índice de comportamento do fluido

$N$  - número final de microrganismos ou composto (parâmetro de qualidade)

$N_0$  – número inicial de microrganismos ou composto (parâmetro de qualidade)

$P_{ab}$  - potência absorvida (calculada a partir da vazão do fluido, calor específico e aumento de temperatura), W

$P_{ap}$  - potência aplicada (obtida a partir do indicador do medidor de potência do equipamento), W

$R$  – constante dos gases, ( $\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$ )

$r$  - raio interno da tubulação, m

$Re$  – Número de Reynolds

$Re_g$  – Reynolds Generalizado

$r_r$  - distância radial em relação ao centro do tubo, m

$T$  – temperatura absoluta, K

$t$  – tempo, s

$T_e$  – temperatura de entrada, °C

$T_r$  – temperatura de referência, K

$T_s$  - temperatura de saída, °C

$U$  – coeficiente global de troca de calor,  $\text{kJ s}^{-1} \text{m}^{-2} \text{C}^{-1}$

$v$  – velocidade,  $\text{m s}^{-1}$

$V$  – volume,  $\text{m}^3$

$x$  – espessura, m

$z$  – variação de temperatura necessária para causar uma redução decimal no valor de  $D$ , °C

$\Delta P = P_1 - P_2$  – diferencial de pressão entre a entrada e a saída do capilar, Pa

$\Delta T$  – diferença de temperatura, °C

$\Delta T_{ml}$  – média logarítmica das temperaturas, °C

$\varepsilon^*$  - permissividade relativa, número complexo

$\varepsilon'$  - constante dielétrica – parte real da permissividade relativa

$\varepsilon''$  – fator de perda – parte imaginária da permissividade relativa

$\eta$  – viscosidade newtoniana, Pa s

$\rho$  – densidade, kg m<sup>-3</sup>

---

# 1. INTRODUÇÃO

Cálculos de tratamento térmico, otimização e desvios de processo para esterilização de alimentos convencional ou asséptica requerem conhecimento de propriedades de engenharia de alimentos, como: calor específico, difusividade térmica, densidade, comportamento reológico, cinéticas de transformações, entre outras. Estas propriedades são, em maior ou menor grau, dependentes da temperatura (Vitali, 1997).

Para produtos fluidos o escoamento em trocador de calor pode ser laminar, de transição ou turbulento. Assumindo comportamento Newtoniano para um produto pseudoplástico, o cálculo da velocidade máxima leva a um processamento térmico superestimado. Esta superestimativa é um fator de segurança do ponto de vista microbiológico (Palmer e Jones, 1976), mas pode levar a um sobre-cozimento indesejável do produto (Rao, 1990). O contrário ocorre no caso de assumir comportamento Newtoniano para um produto dilatante. Por esta razão é importante saber as características reológicas do produto na temperatura de processo.

Alimentos fluidos de baixa acidez ( $\text{pH} \geq 4,6$ ) e alta atividade de água ( $a_w > 0,85$ ) (Food Processors Institute, 1983) como creme de leite, leite fluido, chás, extratos de soja, achocolatados, sopas e molhos, bases para sorvete, derivados de coco demandam tratamento térmico a temperaturas superiores a  $100^\circ\text{C}$  antes do envase asséptico. Mesmo produtos ácidos como atomatados, polpas e purês de frutas têm sido processados a altas temperaturas com enchimento asséptico devido à possível presença de microrganismos termorresistentes tais como *Byssochlamys fulva* (Kotzekidou, 1997) e *Aliciclobacillus sp* (Eiroa, 1999) que têm causado problemas em produtos ácidos envasados a quente (abaixo de  $100^\circ\text{C}$ ). Há também a citação de ocorrência de *Bacillus coagulans* (Rice, 1954; Palop, 1996), um microrganismo esporulado, em produtos de tomate.

Dados reológicos a altas temperaturas de processamento são geralmente obtidos através de extrapolações utilizando modelos clássicos, como o de Arrhenius, baseados em dados obtidos a temperaturas inferiores a  $100^\circ\text{C}$ . Estas extrapolações são questionáveis, porque não levam em conta transformações inesperadas, como hidrólise,

---

gelatinização, coagulação, caramelização, entre outras (Fennema, 1976; Bobbio, 2001; Bobbio, 2003).

Estas alterações podem causar aumento ou diminuição da viscosidade (Rao, 1999a; Rao, 1999b; Ditchfield, 2004), levando a um desvio do comportamento das propriedades reológicas com relação à temperatura modelado por Arrhenius.

Por ser uma propriedade muito dependente da temperatura, a viscosidade altera consideravelmente o valor do número de Reynolds ao haver uma variação de temperatura. Por isso, se o tempo de retenção de um processo for calculado baseado em parâmetros reológicos obtidos por extrapolação, o caso mais crítico (segurança microbiológica) é quando se considera um escoamento turbulento e, ao haver um aumento de viscosidade, o regime pode torna-se laminar. A partícula do centro radial do tubo passa a ter uma velocidade maior, implicando em um tempo de retenção menor do que o requerido, levando a um sub-processamento. Este exemplo é para fluidos Newtonianos.

Para a obtenção de perfis de velocidade confiáveis, é recomendável o uso de reômetros capilares ou rotacionais pressurizados para a aquisição de dados próximos às condições operacionais reais (Vitali, 1994, 1997b).

A literatura apresenta poucos dados sobre o comportamento reológico de fluidos a altas temperaturas (Dail e Steffe, 1990a; Dail e Steffe, 1990b; Abdelrahim, 1995; Rao, 1999b; Ditchfield, 2004; Chakrabandhu, 2005), justamente pela dificuldade da montagem experimental e pela degradação térmica que o alimento pode sofrer durante o tempo requerido para equilíbrio da temperatura, principalmente nos sistemas descontínuos que demandam certo tempo para este equilíbrio.

No presente trabalho optou-se por utilizar um reômetro capilar pressurizado, eliminando assim desvantagens de outros métodos, como tempo de equilíbrio da temperatura e necessidade de pressurizar um grande ambiente, além de possibilitar o trabalho com suspensões e ter um menor custo.

---

O tratamento térmico a altas temperaturas e curto tempo, mesmo nos produtos de alta acidez, é justificado, pois os microrganismos são destruídos mais rapidamente do que a ocorrência de alterações indesejáveis, como escurecimento e destruição de nutrientes. Esta é a fundamentação do HTST (High Temperature, Short Time – Alta Temperatura, Curto Tempo).

Por ser de baixa acidez, o purê de banana é um produto que requer tratamento térmico a altas temperaturas e deve seguir os padrões de qualidade. Uma importante característica de qualidade do purê de banana é a cor (Guerrero, 1996; Ávila, 1999), que deve ser clara e sem manchas.

Existem casos de problema de escurecimento na indústria de purê de banana devido a tratamento térmico não dimensionado corretamente. Por isso é importante a otimização do binômio tempo e temperatura de processamento, para que haja segurança microbiológica e preservação máxima possível das características de qualidade do purê de banana, assim como para outros produtos fluidos, como os derivados de soja, lácteos e frutas, como purê de pêra (Ávila & Silva, 1999).

---

## 2. OBJETIVOS

### Objetivos gerais

1 - Estudar o comportamento reológico de fluidos alimentícios e modelos a temperaturas superiores a 100°C utilizando-se a técnica de reologia capilar (escoamento em tubos) para subsidiar o dimensionamento ótimo de tubo de retenção de processos térmicos a altas temperaturas e curto tempo.

2 – Obtenção da cinética de transformação térmica de produtos e otimização de processos de tratamento térmico a altas temperaturas por curto tempo combinando segurança microbiológica e características de qualidade.

### Objetivos específicos

1 - Dimensionamento e construção de um reômetro capilar e reator contínuo para análise de cinética de degradação de produtos, que foi composto por uma região de aquecimento, um reômetro capilar ou tubo de retenção e um resfriador.

2 – Verificação da validade da extrapolação dos parâmetros reológicos para altas temperaturas (Modelo de Arrhenius), a partir de dados obtidos abaixo e acima de 100°C.

3 – Determinação e cálculo dos parâmetros cinéticos de perda de qualidade sensorial.



---

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1. *Processamento Térmico*

Com os avanços tecnológicos e as mudanças na sociedade, como inclusão da mulher no mercado de trabalho e aumento de centros urbanos, tornou-se cada vez mais necessária a disponibilidade de produtos alimentícios seguros, práticos de serem utilizados, com maior vida-de-prateleira e características desejáveis de qualidade e nutricionais.

A indústria de alimentos passou por muitas mudanças e avanços, que foram subsidiados por intensiva pesquisa nas áreas de química, biologia, bacteriologia, engenharia de processamento de alimentos, dimensionamento e construção de equipamentos e plantas-piloto (Kessler, 1981).

O tratamento térmico de alimentos é uma das principais operações em processamento de alimentos. Os principais objetivos são a obtenção de um produto comercialmente seguro do ponto de vista microbiológico e de segurança-pública e a preservação das características biológicas, químicas e físicas (Fellows *et al.*, 2006) de qualidade, como cor, aroma, textura, quantidade e disponibilidade de nutrientes.

Dependendo da natureza do produto, características físicas e químicas, forma de consumo, embalagem, entre outros, o processamento térmico pode ocorrer de diferentes maneiras. Os principais tipos de tratamentos térmicos visando preservação microbiológica e de qualidade são branqueamento, pasteurização e esterilização.

Fatores que influenciam na troca de calor na pasteurização e na esterilização são relacionados ao produto e ao processo. Com relação ao produto devem-se levar em conta as características de qualidade, microbiológicas e físicas, como parâmetros cinéticos de destruição de vitaminas, cor, parâmetros reológicos, homogeneidade, contaminação inicial e densidade. Com relação ao processo, os principais fatores são o tipo de tratamento térmico, embalagem, equipamento, meio de condução de calor e forma de aquecimento.

---

### **3.2. *Tratamento térmico contínuo de alimentos fluidos***

Tratamentos térmicos tradicionais de pasteurização e esterilização de alimentos ocorrem principalmente de duas formas: após o envase, onde embalagens cheias são tratadas termicamente em banho térmico ou autoclaves, chamado de esterilização comercial; ou através do processo asséptico, no qual o tratamento térmico ocorre antes do envase, de forma contínua, em geral no interior de tubos ou placas.

No tratamento térmico contínuo de alimentos fluidos, os de baixa acidez ( $\text{pH} \geq 4,6$ ) e  $a_w > 0,85$ ) (Food Processors Institute, 1983) como creme de leite, leite fluido, chás, extratos de soja, achocolatados, sopas e molhos, bases para sorvete, derivados de coco demandam tratamento térmico a temperaturas superiores a  $100^\circ\text{C}$  antes do envase. Mesmo produtos ácidos como atomatados, polpas e purês de frutas têm sido processados a temperaturas superiores a  $100^\circ\text{C}$  com envase asséptico devido à possível presença de microrganismos termorresistentes tais como *Byssochlamys fulva* (Kotzekidou, 1997) e *Aliciclobacillus sp* (Eiroa *et al.*, 1999). Há também citações de ocorrência de *Bacillus coagulans* (Rice & Pederson, 1954; Palop *et al.*, 1996), um microrganismo esporulado, em produtos de tomate.

### **3.3. *Princípios de troca de calor***

Com relação às formas de aquecimento, o tratamento térmico convencional ocorre por meio de troca de calor, principalmente por condução e convecção. Há também novas tecnologias de tratamento térmico onde há ou não a combinação destas formas de troca de calor com outras formas de aquecimento, como radiação eletromagnética e aquecimento por passagem de corrente elétrica. Dentro das novas tecnologias, há também os tratamentos não-térmicos de alimentos como aplicação de altas-pressões, radiação ionizante e aplicação de pulsos elétricos (Ramaswamy *et al.*, 2005).

Para cálculos de dimensionamento de troca de calor por escoamento em tubos, cálculos de coeficientes globais de troca de calor ( $U$ ) são necessários. Eles envolvem coeficientes convectivos ( $h$ ) de fluidos e condutividades térmicas de materiais ( $k$ ), assim como gradientes de temperatura, vazão e calor específico do produto ( $cp$ ).

A equação 1 ilustra um exemplo adaptado e simplificado de cálculo de resistências térmicas do coeficiente global de troca de calor para um sistema em que o óleo é o meio de aquecimento no exterior do tubo e a água é o produto escoando no interior do tubo.

$$\frac{1}{U} = \frac{1}{h_{oleo}} + \frac{x}{k} + \frac{1}{h_{agua}} \quad [1]$$

Onde:  $U$  – coeficiente global de troca de calor,  $\text{kJ s}^{-1} \text{m}^{-2} \text{C}^{-1}$

$k$  – condutividade térmica,  $\text{kJ s}^{-1} \text{m}^{-1} \text{C}^{-1}$

$h$  – coeficientes convectivos,  $\text{kJ s}^{-1} \text{m}^{-2} \text{C}^{-1}$

$x$  – espessura, m

As equações 2 e 3 correspondem ao cálculo do coeficiente global de troca de calor e à média logarítmica das temperaturas, respectivamente.

$$\dot{Q} = U \cdot A \cdot \Delta T_{ml} \quad [2]$$

$$\Delta T_{ml} = \frac{(T_m - T_e) - (T_m - T_s)}{\log \frac{(T_m - T_e)}{(T_m - T_s)}} \quad [3]$$

(adaptado de Kreith, 1977)

Onde:  $U$  – coeficiente global de troca de calor,  $\text{kJ s}^{-1} \text{m}^{-2} \text{C}^{-1}$

$\dot{Q}$  – calor por tempo,  $\text{J.s}^{-1}$

---

$\Delta T_{ml}$  – média logarítmica das temperaturas, °C

$T_e$  – temperatura de entrada, °C

$T_s$  - temperatura de saída, °C

$T_m$  - temperatura do meio de aquecimento, °C

Na troca de calor entre o produto e o meio de aquecimento, o calor transferido no trocador de calor (equação 2), deve ser igual ao calor sensível necessário para o aquecimento do produto, para que se atinjam as temperaturas de tratamento térmico estabelecidas. Baseada nas leis da termodinâmica, a equação 4 representa o cálculo do calor sensível, para quando não há mudança de estado.

$$\dot{Q} = \dot{m} \cdot c_p \cdot \Delta T \quad [4]$$

(adaptado de Kreith, 1977)

Onde:  $\dot{Q}$  – calor por tempo, J.s<sup>-1</sup>

$\dot{m}$  - vazão mássica, kg s<sup>-1</sup>

$c_p$  – calor específico, J kg<sup>-1</sup> °C<sup>-1</sup>

$\Delta T$  – diferença de temperatura, °C

Sendo o calor específico uma propriedade dependente da temperatura, seu valor para o produto utilizado na equação 4 deve ser na temperatura em que este se encontra. Como o produto sofrerá mudança de temperatura, uma forma de se utilizar o calor específico do mesmo é utilizar seu valor na temperatura média entre temperatura de entrada ( $T_e$ ) e de saída ( $T_s$ ). Para isto existem equações de calor específico em função da temperatura que foram modeladas para diversos produtos. No caso de um produto

---

muito similar à água, pode-se simplificar utilizando-se equações e tabelas que existem para a água que podem ser encontradas em Silva (1970).

Então, a partir do cálculo do valor da energia necessária para aquecer o produto (equação 4), calcula-se a área de troca térmica necessária utilizando-se a equação 2.

Desta forma, dado o diâmetro interno do tubo, pode-se dimensionar o comprimento do tubo de retenção para que o tempo requerido do binômio tempo e temperatura do tratamento térmico calculado para este produto e processo seja alcançado (Lewis *et al.*, 2000).

### **3.4. Escoamento e Processamento térmico**

Cálculos de tratamento térmico, otimização e desvios de processo para esterilização de alimentos convencional ou asséptica requerem conhecimento de propriedades de engenharia de alimentos, como: calor específico, difusividade térmica, densidade, comportamento reológico, cinéticas de transformações, entre outras. Estas propriedades são, em maior ou menor grau, dependentes da temperatura (Vitali, 1997).

No processamento asséptico o aquecimento ocorre rapidamente em trocadores de calor, com as contribuições letais e principais transformações acontecendo durante a manutenção isotérmica do produto no tubo de retenção. O alimento geralmente escoar em um tubo para cumprir o tempo de retenção programado, o qual é baseado na partícula mais rápida do fluxo (posição axial) e depende das propriedades reológicas do produto (Toledo, 1991; Rao & Rizvi, 1995).

As velocidades máxima e média são utilizadas para dimensionamento do tubo de retenção e a relação entre elas é função do comportamento reológico do produto (Rao, 1990; Palmer e Jones, 1976, Steffe, 1996). O tipo de escoamento depende do número de Reynolds ( $Re$ ) e o perfil de velocidades dentro do tubo depende do tipo de fluido.

---

Para se definir o regime de escoamento é necessário o cálculo do Número de Reynolds ( $Re$ ), um adimensional que relaciona forças inerciais e forças viscosas. O escoamento de fluidos é caracterizado como laminar ( $Re \leq 2100$ ), turbulento ( $Re \geq 4000$ ) ou transição ( $2100 \leq Re \leq 4000$ ).

Se o produto é Newtoniano, o  $Re$  é obtido a partir da equação 5.

$$Re = \frac{\rho D v}{\eta} \quad [5]$$

Onde:  $\rho$  – densidade,  $\text{kg m}^{-3}$

$v$  – velocidade,  $\text{m s}^{-1}$

$d$  – diâmetro interno da tubulação, m

$\eta$  – viscosidade newtoniana, Pa s

No caso de fluidos não-Newtonianos, o  $Re$  é dado pela equação 6 (Reynolds Generalizado) (Kreith, 1977; Toledo, 1991; Rao & Rizvi, 1995; Steffe, 1996).

$$Re_g = \left( \frac{(v)^{2-n} D^n \rho}{8^{n-1} K} \right) \left( \frac{4n}{3n+1} \right)^n \quad [6]$$

Onde:  $\rho$  – densidade,  $\text{kg m}^{-3}$

$v$  – velocidade,  $\text{m s}^{-1}$

$d$  – diâmetro interno da tubulação, m

$n$  – índice de comportamento do fluido

$K$  – índice de consistência,  $\text{Pa s}^n$

---

Nas equações 5 e 6, os valores das propriedades do produto devem ser à temperatura de processo. Para os casos em que há variação da temperatura, devem ser utilizadas aproximações, como a média da temperatura do produto em um determinado trecho da tubulação. No caso de reologia capilar, a análise deve ser isotérmica.

Para fluidos Newtonianos em escoamento laminar, o perfil de velocidade é parabólico (Figura 3.1), em escoamento turbulento, o perfil é empistonado (“plug flow”) (Figura 3.2).

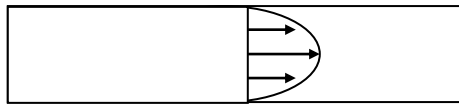


Figura 3.1. Perfil parabólico laminar de escoamento no interior de tubos para fluidos Newtonianos

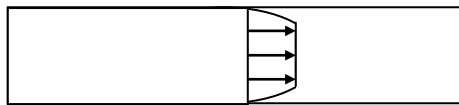


Figura 3.2. Perfil turbulento “plug-flow” de escoamento no interior de tubos para fluidos Newtonianos

No caso de fluidos não-Newtonianos, os perfis de velocidade podem ser mais pontiagudos ou empistonados, dependendo do seu comportamento reológico. A Figura 3.3 mostra os perfis de velocidade laminar para fluidos que seguem a Lei da Potência, em função do índice de comportamento do fluido ( $n$ ). Na figura,  $r_r$  representa a distância radial com relação ao centro do tubo e  $r$ , o raio do tubo;  $v_{max}$  e  $\bar{v}$  são as velocidades máxima e média das partículas, respectivamente.

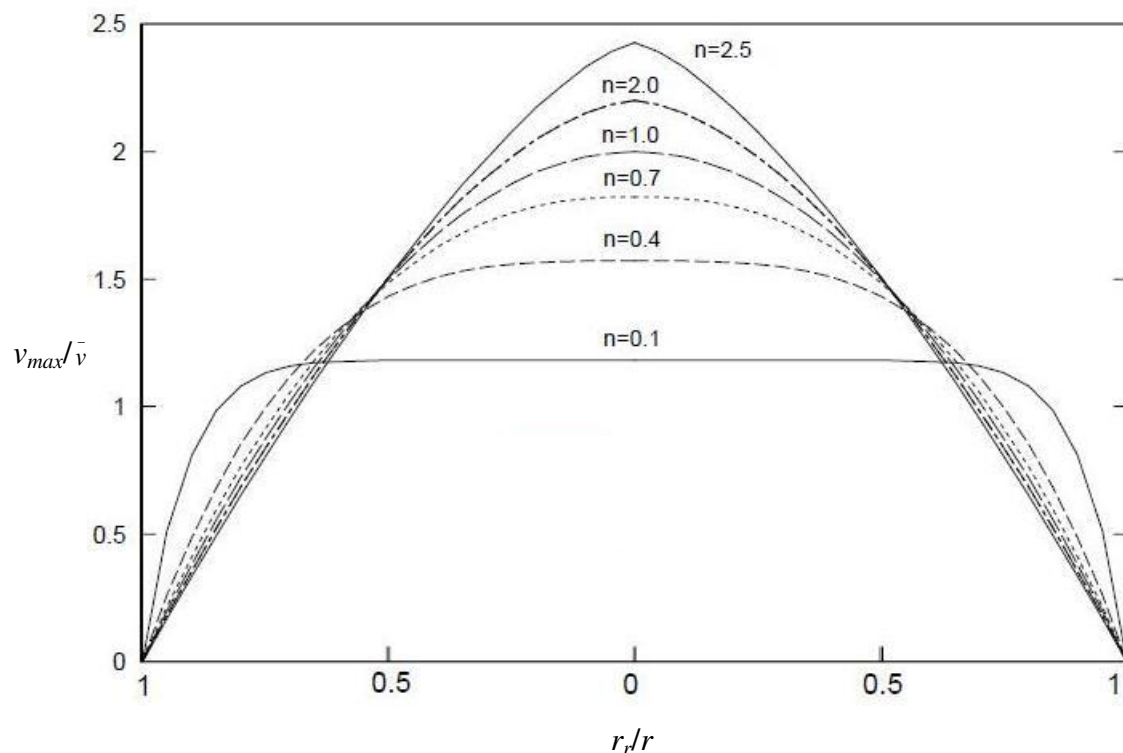


Figura 3.3. Perfis de velocidade laminar para fluidos Lei da Potência, em função do índice de comportamento do fluido ( $n$ ) (adaptado de Steffe (1996))

Assumindo comportamento Newtoniano para um produto pseudoplástico, o cálculo da velocidade máxima leva a um processamento térmico superestimado. Esta superestimativa é um fator de segurança do ponto de vista microbiológico (Palmer e Jones, 1976), mas pode levar a um sobre-cozimento indesejável do produto (Rao, 1990). O contrário ocorre no caso de assumir comportamento Newtoniano para um produto dilatante. Por esta razão é importante saber as características reológicas do produto na temperatura de processo.

Em escoamento no interior de tubos a velocidade média é obtida através da razão entre vazão volumétrica e área transversal da tubulação (Toledo, 1991), segundo equação 7. Em escoamento laminar, o fluido apresenta perfil parabólico (no caso de fluidos Newtonianos) ou mais pontiagudo (no caso de fluidos pseudoplásticos) dentro da tubulação, com a partícula mais rápida escoando a uma velocidade maior do que em



escoamento turbulento. No caso de escoamento turbulento, o fluido assume um perfil de escoamento mais linear e a partícula de maior velocidade tem uma velocidade menor do que no caso de escoamento laminar. A velocidade da partícula mais rápida no escoamento laminar é função da velocidade média e do índice de comportamento do fluido, como mostra a Figura 3.3. No caso de fluidos Newtonianos, a velocidade máxima é obtida multiplicando-se a velocidade média por 2,0 e, no escoamento turbulento, por 1,2 (Palmer e Jones, 1976; Steffe, 1996).

$$\bar{v} = \frac{\dot{V}}{A_{transversal}} \quad [7]$$

Onde:  $\bar{v}$  – velocidade média, m s<sup>-1</sup>

$\dot{V}$  - vazão volumétrica, m<sup>3</sup> s<sup>-1</sup>

$A$  – área, m<sup>2</sup>

A área transversal é calculada utilizando-se o valor do raio interno da tubulação, a partir da equação 8:

$$A = \pi \cdot r^2 \quad [8]$$

Onde:  $r$  – raio interno, m

$A$  – área, m<sup>2</sup>

Com o valor de velocidade máxima obtém-se o valor de tempo de residência na tubulação. O tempo de residência é calculado através da equação 9.

$$t = \frac{l}{v_{\max}} \quad [9]$$

Onde:  $t$  - tempo, s

---

$l$  – comprimento, m

$v_{\max}$  - velocidade máxima, m s<sup>-1</sup>

Portanto, a determinação do comportamento reológico e do regime de escoamento do fluido à temperatura de processo são importantes para o correto dimensionamento do comprimento ( $l$ ) do tubo de retenção.

### **3.5. *Reologia***

#### **3.5.1. Geral**

De acordo com Steffe (1996), reologia é a ciência da deformação e fluxo da matéria, ou seja, seria a ciência dos materiais de alimentos.

Na indústria de alimentos, dados reológicos são necessários em várias áreas (Steffe, 1996):

- Cálculos de engenharia de processos para dimensionamento de bombas, tubulações, extrusores, misturadores, trocadores de calor, homogeneizadores, entre outros;
- Determinação da funcionalidade de um ingrediente em desenvolvimento de produtos;
- Controle de qualidade;
- Teste de vida de prateleira;
- Análise de textura correlacionada a dados sensoriais.

---

Idealmente, propriedades reológicas fundamentais são independentes do instrumento de medida (Steffe, 1996). Há também os instrumentos que permitem caracterizações subjetivas dos materiais, como farinógrafo, consistômetro de Bostwick, viscoamilógrafo, entre outros (Bourne, 1982).

Instrumentos que medem propriedades reológicas fundamentais são em geral divididos em dois grandes grupos: rotacionais e tipo tubo (Steffe, 1996).

Os rotacionais incluem: placas paralelas, placas planas, cone e placa, cilindros concêntricos e agitadores (tipo turbina, “vane”).

Os equipamentos tipo tubo são: capilar de vidro, capilar de alta pressão e tubo (nomenclatura utilizada em Steffe (1996) para capilares com diâmetros, em geral, acima de 4 mm).

### **3.5.2. Reologia dos Fluidos**

Fluidos podem ser classificados como dependentes ou independentes do tempo. Fluidos independentes do tempo são os Newtonianos e alguns não-Newtonianos. Fluidos Newtonianos obedecem à lei de Newton, na qual a relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação é constante para uma dada temperatura e pressão (Vitali, 1983). E a razão entre elas é a chamada viscosidade newtoniana ( $\eta$ ) (Steffe, 1996).

Quando há desvio desta lei, os fluidos são chamados não-Newtonianos. Estes fluidos podem ser divididos dependentes e independentes do tempo. A categoria de fluidos não-Newtonianos independentes do tempo engloba os fluidos que seguem a Lei da Potência, plásticos de Bingham e Herschel-Bulckley.

Fluidos que seguem a Lei da Potência podem ser pseudoplásticos ou dilatantes. Fluidos pseudoplásticos apresentam diminuição do coeficiente angular da curva entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação, com o aumento desta taxa. Já os fluidos dilatantes, apresentam aumento do coeficiente angular. Alguns fluidos podem apresentar uma tensão de cisalhamento inicial ( $\sigma_0$ ) e o escoamento somente ocorrerá uma vez transposta essa tensão inicial. A Figura 3.4 ilustra estes conceitos. A curva (a)

representa um fluido pseudoplástico, a curva (b) um fluido Newtoniano, a curva (c) representa um fluido dilatante, a curva (a') um fluido tipo Herschel-Bulkley com  $n < 1$ , a curva (b') um fluido tipo plástico de Bingham e a curva (c') um fluido tipo Herschel-Bulkley com  $n > 1$ .

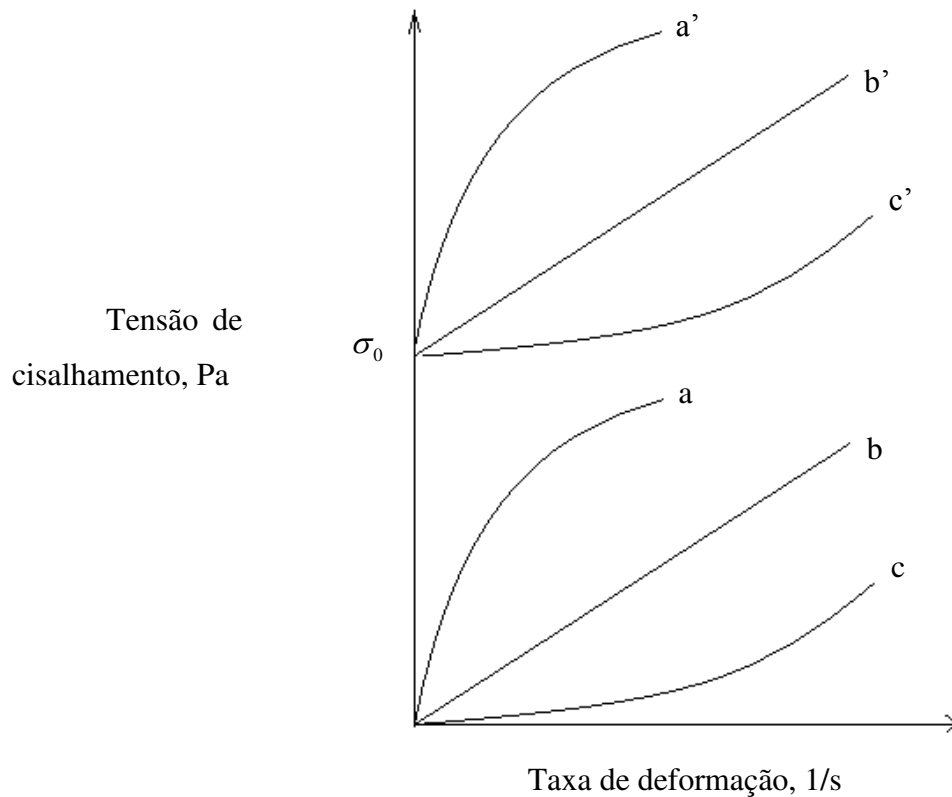


Figura 3.4. Curvas típicas de fluido pseudoplástico (a), Newtoniano (b), dilatante (c), tipo Herschel-Bulkley com  $n < 1$  (a'), tipo plástico de Bingham (b') e tipo Herschel-Bulkley com  $n > 1$  (c').

A maioria dos alimentos fluidos têm comportamento pseudoplástico, como polpas e sucos concentrados de frutas (Holdsworth, 1971), soluções de pectina (Saravacos *et al.*, 1967), entre outros. Esse comportamento é explicado pela reorganização da estrutura formada por cadeias longas, que tendem a alinhar-se paralelamente às linhas de corrente, com o aumento da taxa de deformação, diminuindo a resistência ao escoamento (Holdsworth, 1971).

---

Fluidos dilatantes são formados por um sistema de partículas densamente empacotado que, quando submetido a cisalhamento, há a necessidade de ocorrer certa separação das partículas antes que comecem a deslizar umas sobre as outras. Com o aumento das tensões, as partículas passam a interagir entre si, havendo um aumento da viscosidade aparente do sistema. Exemplos de fluidos dilatantes são suspensões de areia, amido, alguns tipos de méis de eucalipto (Vitali, 1983).

Fluidos dependentes do tempo são os tixotrópicos e os reopéticos, que têm diminuição ou aumento de sua viscosidade aparente com o tempo de cisalhamento, respectivamente.

Existem também sistemas mais complexos que podem apresentar recuperação elástica da estrutura, uma vez retirada a tensão. Estes materiais são classificados como viscoelásticos (Vitali, 1983). Fluidos viscoelásticos apresentam simultaneamente comportamento de fluido (viscoso) e de sólido (elástico). Em alguns casos, devido ao grande componente elástico, estes fluidos podem criar problemas de dimensionamento em engenharia de processos. Em geral ocorrem na indústria de plásticos. Na indústria de alimentos exemplos são massas, principalmente as que contêm grande quantidade de proteína de trigo (Steffe, 1996).

Entre os modelos matemáticos para fluidos inelásticos independentes do tempo, os principais são apresentados abaixo (Steffe, 1996):

Modelo Newtoniano:

$$\sigma = \eta \cdot \dot{\gamma}$$
[10]

Lei da Potência ou Ostwald-de-Waele:

$$\sigma = K \cdot \dot{\gamma}^n$$
[11]

---

Herschel-Bulkley:

$$\sigma = \sigma_0 + K \cdot \dot{\gamma}^n \quad [12]$$

Bingham (plásticos de Bingham):

$$\sigma = \sigma_0 + \eta \cdot \dot{\gamma} \quad [13]$$

Casson:

$$\sigma^{0,5} = \sigma_0 + K \cdot \dot{\gamma}^{0,5} \quad [14]$$

Onde:  $\eta$  – viscosidade, Pa s

$\sigma$  - tensão de cisalhamento, Pa

$\dot{\gamma}$  - taxa de deformação, s<sup>-1</sup>

$K$  – índice de consistência, Pa s<sup>n</sup>

$n$  – índice de comportamento do fluido

$\sigma_0$  - tensão inicial de cisalhamento, Pa

Exemplos de fluidos tipo Herschel-Bulkley são pasta de peixe, pasta de uvas-passas; de fluidos Newtonianos são água, sucos de fruta clarificados, leite, mel, óleo vegetal; de fluidos pseudoplásticos são molho de maçã, purê de banana, suco de laranja concentrado; de fluidos dilatantes são alguns tipos de mel, solução de amido de milho a

---

40%; de plástico de Bingham são pasta de dente, pasta de tomate (Steffe, 1996). O modelo de Casson é geralmente utilizado para chocolates.

Para fluidos Newtonianos a viscosidade Newtoniana, ou simplesmente viscosidade, é a constante de proporcionalidade entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação, conforme a equação abaixo (Steffe, 1996).

$$\eta = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} \quad [15]$$

No caso dos fluidos não-Newtonianos, a razão entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação é denominada viscosidade aparente ( $\eta_a$ ) (equação 16) e, no caso de fluidos que seguem a lei da potência, ela pode ser calculada conforme a equação 17.

$$\eta_a = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} \quad [16]$$

$$\eta_a = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} = \frac{K \cdot \left(\dot{\gamma}\right)^n}{\dot{\gamma}} = K \cdot \left(\dot{\gamma}\right)^{n-1} \quad [17]$$

### 3.5.3. Reologia em tubos

A equação de Hagen-Poiseuille (Vitali, 1981, Steffe, 1996) para escoamento laminar isotérmico em tubos e comportamento Newtoniano é deduzida a partir das equações 18 e 19 que correspondem ao cálculo da tensão de cisalhamento e taxa de deformação, respectivamente.

---


$$\sigma = \frac{d \cdot \Delta P}{4 \cdot l} \quad [18]$$

$$\dot{\gamma} = \frac{32 \cdot \dot{V}}{\pi \cdot d^3} \quad [19]$$

Sendo a viscosidade aparente a razão entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação:

$$\eta_a = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} = \frac{d \cdot \Delta P \cdot \pi \cdot d^3}{4 \cdot l \cdot 32 \cdot \dot{V}} \quad [20]$$

Reordenando a equação, tem-se a equação de Hagen-Poiseuille:

$$\frac{d^4}{l} = 40,74 \cdot \frac{\dot{V}}{\Delta P} \cdot \eta_a \quad [21]$$

Onde:  $\eta_a$  – viscosidade aparente, Pa s

$\sigma$  - tensão de cisalhamento, Pa

$\dot{\gamma}$  - taxa de deformação, s<sup>-1</sup>

$\Delta P = P_1 - P_2$  – diferencial de pressão, Pa

$l$  – comprimento do tubo, m

$d$  – diâmetro interno da tubulação, m

$\dot{V}$  - vazão volumétrica, m<sup>3</sup> s<sup>-1</sup>

$\pi = 3,14$



---

Para fluidos não-Newtonianos a taxa de deformação precisa ser corrigida pelo índice de comportamento do fluido ( $n$ ), a equação de Weissenberg-Rabinowitsch-Mooney com correção para o comportamento não-Newtoniano é apresentada por Brodkey (1967), Vitali (1981 e 1982), Toledo (1991) e Steffe (1996).

Para a correção do comportamento não-Newtoniano do modelo da Lei da Potência, a equação de taxa de deformação é (Steffe, 1996; Steffe & Daubert, 2006):

$$\dot{\gamma} = \left( \frac{3 \cdot n + 1}{4 \cdot n} \right) \cdot \frac{32 \cdot \dot{V}}{\pi \cdot d^3} \quad [22]$$

#### 3.5.4. Influência da temperatura

A temperatura tem grande influência no comportamento reológico de fluidos (Steffe & Daubert, 2006).

A viscosidade Newtoniana em função da temperatura pode ser modelada através da equação de Arrhenius (Steffe & Daubert, 2006):

$$\eta = k_r \cdot \exp \left( \frac{E_a}{R \cdot T} \right) \quad [23]$$

A viscosidade aparente em função da temperatura também pode ser modelada através da equação de Arrhenius (Steffe & Daubert, 2006), mantendo-se a taxa de deformação constante:

$$\eta_a = k_r \cdot \exp \left( \frac{E_a}{R \cdot T} \right) \quad [24]$$

Onde:  $\eta$  – viscosidade newtoniana, Pa s

---

$\eta_a$  - viscosidade aparente, Pa s

$E_a$  – energia de ativação, (J mol<sup>-1</sup>)

$R$  – constante dos gases, (J mol<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>)

$T$  – temperatura absoluta, K

$k_r$  – constante de proporcionalidade de reação

Para fluidos da Lei da Potência, a viscosidade aparente a uma taxa de deformação constante, expressa em termos de uma viscosidade de referência dada a uma certa temperatura de referência, também pode ser modelada pela equação de Arrhenius (Steffe & Daubert, 2006):

$$\ln\left(\frac{\eta}{\eta_r}\right) = \left(\frac{E_a}{R}\right) \cdot \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_r}\right) \quad [25]$$

Onde:  $\eta_r$  - viscosidade aparente de referência, Pa s

$T_r$  – temperatura de referência, K

Pode-se também exprimir o comportamento da tensão de cisalhamento ( $\sigma$ ) em função da temperatura, considerando-se um valor médio do índice de comportamento ( $\bar{n}$ ) do fluido, nos casos em que este varia pouco com a temperatura. Para o caso de fluidos da Lei da Potência, utiliza-se a equação de Arrhenius como apresentada abaixo (Harper & El Sahrigi, 1965 *in* Steffe & Daubert, 2006):

$$\sigma = f\left(T, \dot{\gamma}\right) = \left[k_r \cdot \exp\left(\frac{E_a}{R \cdot T}\right)\right] \cdot \left(\dot{\gamma}\right)^{\bar{n}} \quad [26]$$

---

### 3.6. *Medidas reológicas a altas temperaturas*

O desafio é a obtenção de dados reológicos confiáveis às altas temperaturas de processamento, uma vez que eles são geralmente obtidos através de extrapolações utilizando modelos clássicos como o de Arrhenius baseados em dados obtidos a temperaturas inferiores a 100°C. Estas extrapolações são questionáveis, porque não levam em conta transformações inesperadas, como hidrólise, gelatinização, coagulação, caramelização, entre outras (Fennema, 1976; Bobbio & Bobbio, 2001; Bobbio & Bobbio, 2003).

Estas alterações também podem causar aumento ou diminuição da viscosidade (Rao, 1999a; Rao *et al.*, 1999b; Ditchfield *et al.*, 2004), levando a um desvio do comportamento das propriedades reológicas com relação à temperatura modelado por Arrhenius.

Por ser uma propriedade muito dependente da temperatura, a viscosidade altera consideravelmente o valor do Reynolds ao haver uma variação de temperatura. Por isso, se o tempo de retenção de um processo for calculado baseado em parâmetros reológicos obtidos por extrapolação, o caso mais crítico (segurança microbiológica) é quando se considera um escoamento turbulento e, ao haver um aumento de viscosidade, o regime torna-se laminar. A partícula do centro radial do tubo passa a ter uma velocidade maior, implicando em um tempo de retenção menor do que o requerido, levando a um sub-processamento. Se o posto ocorre, ou seja, considera-se um escoamento laminar para o cálculo da velocidade máxima e a viscosidade diminui, o regime pode tornar-se turbulento, com a partícula mais rápida passando a ter uma velocidade menor e, portanto, um tempo de retenção maior. No segundo caso, haverá um sobre-processamento do produto, podendo ter um efeito negativo nas suas características de qualidade.

Para a obtenção de perfis de velocidade confiáveis, é recomendável o uso de reômetros capilares ou rotacionais pressurizados para a aquisição de dados próximos às condições operacionais reais (Vitali, 1994).

---

A literatura apresenta poucos dados sobre o comportamento reológico de fluidos a altas temperaturas (Dail & Steffe, 1990a; Dail & Steffe, 1990b; Abdelrahim & Ramaswamy, 1995; Rao *et al.*, 1999b; Ditchfield *et al.*, 2004; Chakrabandhu & Singh, 2005), justamente pela dificuldade da montagem experimental e pela degradação térmica que o alimento pode sofrer durante o tempo requerido para equilíbrio da temperatura, principalmente nos sistemas descontínuos que demandam certo tempo para equilíbrio da temperatura.

O trabalho de Rao *et al.* (1999b) apresenta dados de comportamento reológico de purê de tomate e suspensão de amido até 120°C, utilizando um reômetro rotacional pressurizado com ar comprimido no interior de uma câmara. Esta montagem, referida como “The Bomb”, foi baseada no trabalho de Vitali (1994).

Chakrabandhu & Singh (2005) trabalharam com reômetro capilar pressurizado para medir propriedades reológicas de suspensões de ervilhas inteiras em solução de Carboxi Metil Celulose (CMC). Os dados apresentam desvios significativos, mesmo para a solução de CMC pura, porém indicam a tendência dos resultados. Abdelrahim & Ramaswamy (1995) estudaram propriedades reológicas de CMC a altas temperaturas e obtiveram como resultado comportamento dilatante, talvez por ocorrer pós-hidratação do polímero com a ação do calor, levando a solução a seguir hidratando durante o tratamento térmico, devido a uma possível não completa hidratação inicial da amostra. Os autores também sugeriram que pode ter sido devido a erros durante as medidas, por trabalharem em uma região pequena da faixa de medida do equipamento. Ditchfield *et al.* (2004) utilizou reômetro rotacional pressurizado para determinar propriedades reológicas de purê de banana a altas temperaturas, até 120°C. A desvantagem deste equipamento é o longo tempo para equilíbrio da temperatura, que pode causar alterações no produto. Dail & Steffe (1990a) estudaram o comportamento reológico de soluções de amido, concluindo que ocorre comportamento dilatante.

No presente trabalho optou-se por utilizar um reômetro capilar pressurizado, eliminando assim desvantagens dos métodos citados anteriormente, como tempo de equilíbrio da temperatura e necessidade de pressurizar um grande ambiente, além de possibilitar que se trabalhe com suspensões e ter um menor custo, uma vez que um

---

reômetro capilar pode ser construído, sem a necessidade de se adquirir equipamentos comerciais, que são geralmente de elevado custo.

### **3.7. *Tecnologia de microondas e propriedades dielétricas***

A tecnologia de microondas tem sido utilizada crescentemente na área de alimentos. Ela pode ser aplicada em tratamento térmico; processos de secagem; como coadjuvante (método de aquecimento) em análises reológicas, de cinética de transformações físicas, químicas e microbiológicas, extrações e reações químicas; na caracterização de produtos através das suas propriedades dielétricas.

Dentro do espectro eletromagnético, as ondas de microondas encontram-se na faixa de comprimento de onda de  $10^{-3}$  m a 1 m correspondendo à faixa de frequências de 300 GHz a 0,3 GHz, respectivamente (Pozar, 2005).

Os campos elétrico e magnético oscilam juntos, mas perpendicularmente um ao outro. A onda eletromagnética, por sua vez, move-se em uma direção perpendicular a ambos os campos.

A fonte geradora de microondas é geralmente um magnetron. Além do magnetron, os principais componentes de um sistema de geração e aplicação de microondas, são: o guia de onda por onde as ondas são propagadas e o aplicador onde fica o produto a ser aquecido (Decareau & Peterson, 1986).

As ondas eletromagnéticas podem ser refletidas, transmitidas ou absorvidas. Os dois principais mecanismos de aquecimento do produto sob o campo de microondas são rotação de dipolo e condução iônica. O atrito entre as moléculas ao girarem rapidamente causa um rápido aquecimento volumétrico do produto (Schubert & Regier, 2005).

Existem geradores de microondas de diferentes frequências. Os mais comumente utilizados são de 2450 MHz (microondas domésticos e industrial), 915 MHz (industrial) e 5,8 GHz (mais utilizado em pesquisas).

---

Os guias de onda são dimensionados de acordo com a frequência, uma vez que para cada frequência, as ondas têm dimensões específicas (Roussy & Pearce, 1995).

Dois tipos de aplicadores básicos existem: aplicadores monomodo (onde o produto flui através de uma guia de onda retangular) e os multimodo (onde o produto é colocado dentro de um espaço ressonante) (Decareau & Peterson, 1986; Schubert & Regier, 2005).

O uso de tecnologia de microondas para alcançar a temperatura de processo designada permite um período de tempo mais curto para o aquecimento do produto.

O uso desta tecnologia para pasteurização e esterilização de alimentos fluidos tem sido estudado (Steed *et al.*, 2008; Kumar *et al.*, 2007; Coronel *et al.*, 2005) e resultados mostram que ela é mais eficiente e causa menos danos térmicos ao alimento, quando comparada às tecnologias convencionais de tratamento térmico.

Souza (2007) estudou comparativamente os efeitos de pasteurização de leite pelo método convencional e utilizando tecnologia de aquecimento por microondas. Foi constatado que, segundo análise sensorial, o leite tratado com tecnologia de microondas teve maior aceitação de qualidade.

### **3.7.1. Propriedades dielétricas**

Em sistemas de aquecimento por microondas, a distribuição da energia eletromagnética é governada pelas equações de Maxwell. As propriedades dielétricas dos materiais são os principais parâmetros das equações de Maxwell e, portanto, influenciam significativamente a eficiência de conversão da energia eletromagnética em energia térmica dentro dos materiais (Schubert & Regier, 2005).

As propriedades dielétricas de um material, e portanto a interação das microondas com as moléculas do mesmo, é explicada pela permissividade relativa, que é um número complexo. Ela pode ser representada pela equação (Schubert & Regier, 2005):

---


$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j \cdot \varepsilon'' \quad [27]$$

A parte real ( $\varepsilon'$ ) é a constante dielétrica. Ela representa a energia que pode ser armazenada em um determinado material em determinadas condições de temperatura e frequência.

A parte imaginária ( $\varepsilon''$ ) é o fator de perda. Ele descreve a eficiência das moléculas em converter a energia absorvida em calor.

A profundidade de penetração é outro parâmetro importante. Ela é a profundidade (distância da superfície) dentro de um material na qual a intensidade da radiação transmitida tem um valor igual a  $1/e$  (número de Euler  $e \approx 2,718$ ) do valor na superfície do material (Schubert & Regier, 2005).

$$D_p = \frac{c}{2 \cdot \pi \cdot f \sqrt{2 \cdot \varepsilon' \left[ 1 + \sqrt{\left( \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \right)^2 - 1} \right]}} \quad [28]$$

Onde:  $c = \lambda_0 \cdot f$

A velocidade da luz no espaço livre é  $c$  ( $3 \times 10^8 \text{ m s}^{-1}$ ),  $\lambda_0$  é o comprimento de onda no espaço livre e  $f$  é a frequência (Schubert & Regier, 2005).

A profundidade de penetração depende da frequência. Quanto maior a frequência, menor a profundidade de penetração no material. Este parâmetro é importante no dimensionamento de equipamentos, principalmente em escala industrial.

Os principais métodos de medida de propriedades dielétricas são: linhas coaxiais de transmissão, método da cavidade ressonante e medidor de extremidade aberta combinado com cabo coaxial (Schubert & Regier, 2005).

Sipahioglu & Barringer (2003) apresentam equações preditivas de constante dielétrica ( $\varepsilon'$ ) e fator dielétrico de perda ( $\varepsilon''$ ) em função da temperatura para vegetais

---

*in-natura* na faixa de 20 a 130°C. A temperatura e a composição do produto podem afetar significativamente os valores das propriedades dielétricas (Venkatesh & Raghavan, 2004) e, portanto, o comportamento dos produtos sob o campo de microondas. Para se dimensionar e otimizar tratamentos térmicos com o uso de microondas, é importante que se conheçam as propriedades dielétricas dos produtos nas temperaturas de processo.

### **3.8. Cinética de reação**

A cinética estuda a velocidade de reações em função de fatores que a influenciam (Cooper & Jeffreys, 1971).

Tanto produtos processados como *in natura* sofrem reações químicas e bioquímicas importantes para sua qualidade final. Estas reações dependem de uma série de fatores como temperatura, concentração de reagentes, umidade relativa, presença de catalisadores ou inibidores, entre outros (Vitali, 1996). Sabendo-se como estes fatores influenciam as velocidades das reações, pode-se determinar e prever como influem também na qualidade final dos produtos.

Um dos principais fatores que atuam significativamente na velocidade de reações microbiológicas e químicas em alimentos é a temperatura.

As equações cinéticas podem ser de diversas ordens (Cooper & Jeffreys, 1971). No caso de crescimento e morte de microrganismos, destruição de vitaminas e de pigmentos durante o processamento e armazenamento, destruição da atividade enzimática por aquecimento, destruição de toxinas por aquecimento, alterações de qualidade, a cinética é de primeira ordem (Vitali, 1996). Uma cinética de primeira ordem é caracterizada por depender da concentração de um único reagente (Kessler, 1981).



### 3.8.1. Cinética de inativação microbiana

Em geral, para processos térmicos de redução da carga microbiana inicial e inativação microbiana, as reações são de primeira ordem. Segundo Stumbo (1973), a morte microbiana a uma dada temperatura pode ser representada por uma curva de modelo semi-logarítmico. Esta curva de sobreviventes (Pflug, 1999) é apresentada na Figura 3.5.

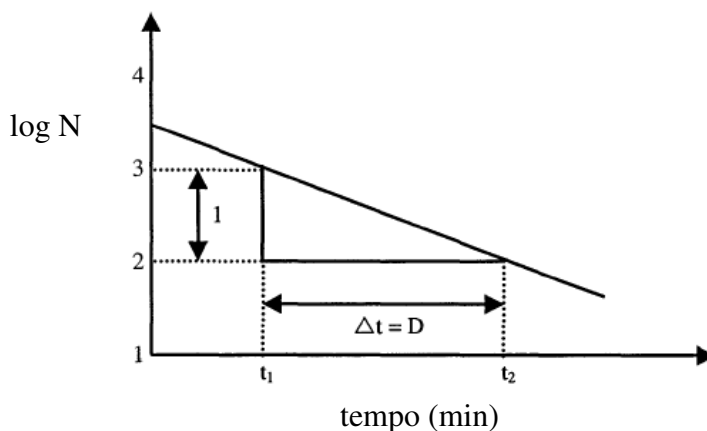


Figura 3.5. Curva de sobreviventes onde D é o tempo requerido para que ocorra uma redução decimal no valor de N, que é o número de microrganismos.  $t_1$  e  $t_2$  são tempos arbitrários cujo intervalo é o valor de D

A partir desta curva pode-se obter o parâmetro cinético D, que representa o tempo necessário para reduzir 90% de uma população a uma dada temperatura constante (Stumbo, 1973).

Para a obtenção do valor de D, tanto de microrganismos como de fatores de qualidade, utiliza-se a equação 29 (Pflug, 1999):

$$\log N = \log N_o - \frac{1}{D}t \quad [29]$$

Onde:  $t$  – tempo, min

$N_0$  – número inicial de microrganismos ou composto (parâmetro de qualidade)

$N$  - número final de microrganismos ou composto (parâmetro de qualidade)

$D$  – tempo para que ocorra uma redução decimal no valor de  $N$  a uma dada temperatura constante, min

Para se analisar a influência da temperatura na destruição microbiana, outro parâmetro cinético importante é o valor  $z$ , que corresponde à variação de temperatura necessária para causar alteração de um ciclo logarítmico no valor de  $D$  (Stumbo, 1973).

Para a obtenção deste parâmetro, é construído um gráfico com os valores de  $\log D$  a várias temperaturas e a curva obtida é a curva de resistência térmica (Stumbo, 1973; Pflug, 1999). O valor de  $z$  é obtido a partir do coeficiente angular da curva, conforme Figura 3.6.

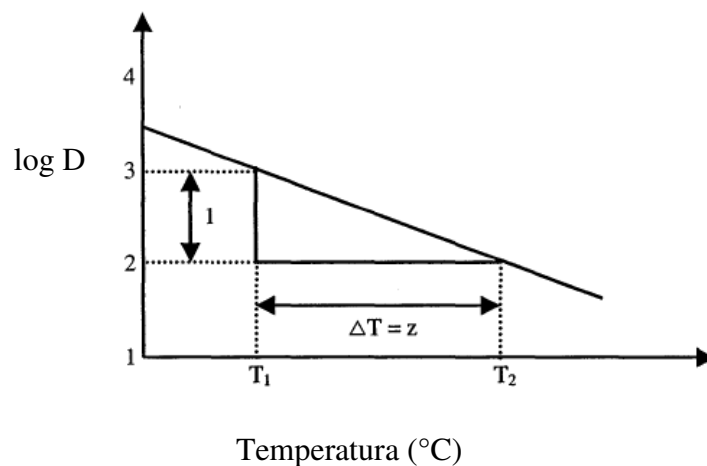


Figura 3.6. Curva de resistência térmica onde  $z$  é o intervalo de temperatura requerido para que ocorra uma redução decimal no valor de  $D$ .  $T_1$  e  $T_2$  são temperaturas arbitrárias cujo intervalo é o valor de  $z$

---

A Equação 30 (Pflug, 1999) descreve a relação entre o valor de  $z$  e o comportamento do valor  $D$  em função da temperatura ( $T$ ):

$$\log D_2 - \log D_1 = \frac{1}{z} \cdot (T_1 - T_2) \quad [30]$$

Onde:  $D$  – tempo para que ocorra uma redução decimal no valor de  $N$  a uma dada temperatura constante, min

$z$  – variação de temperatura necessária para causar uma redução decimal no valor de  $D$ , °C

O microrganismo alvo em processos térmicos varia de acordo com o produto. O *Clostridium botulinum* é o microrganismo alvo para alimentos de baixa acidez (Pflug, 1999), ou seja, pH maior que 4,6 e atividade de água maior que 0,85 (Food Processors Institute, 1983).

Os valores de  $D$  e  $z$  para *Clostridium botulinum* em tampão fosfato com pH 7,0 são:  $D$  igual a 0,21 minutos à temperatura de 121,1°C e  $z$  igual a 10°C (Stumbo, 1973).

A taxa letal de processos térmicos é calculada de acordo com a Equação 31.

$$Taxa\ Letal = 10^{\frac{T-T_{ref}}{z}} \quad [31]$$

A letalidade é calculada a partir da integração da taxa letal.

$$L = \int_{t=0}^{t=t} 10^{\left(\frac{T-Tr}{z}\right)} \cdot dt \quad [32]$$

O cálculo da letalidade permite prever o efeito térmico no microrganismo a diferentes parâmetros de processo (tempo e temperatura), uma vez que se tenham os valores de referência. Para esterilização,  $T_{ref} = 121,1^\circ\text{C}$ .

---

Para *Clostridium Botulinum* os valores de referência são:

$$T_{\text{ref}} = 121,1 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$z = 10^{\circ}\text{C}$$

(Pflug, 1987)

A letalidade também pode ser representada pela letra F. No caso do *Clostridium botulinum* e seus parâmetros cinéticos, ela é chamada de  $F_0$  e seu valor é dado em minutos.

### 3.8.2. Cinética de degradação de qualidade

Parâmetros de qualidade e nutrição em alimentos envolvem cor, aroma, vitaminas, aminoácidos, enzimas. Em geral sua degradação térmica segue uma cinética de reação de primeira ordem, segundo a Equação 33 (Kessler, 1981).

$$-\left(\frac{dN}{dt}\right) = k_r \cdot N_0 \quad [33]$$

Onde:  $N_0$  – número inicial de microrganismos ou composto (parâmetro de qualidade)

$N$  - número final de microrganismos ou composto (parâmetro de qualidade)

$k_r$  – constante de proporcionalidade de reação

O conceito de cinética de D e z apresentado no item 3.8.1 também pode ser aplicado no caso de fatores de qualidade. Para uma cinética de primeira ordem, o valor de D pode ser obtido a partir da Equação 34, que relaciona o valor D (baseado em logaritmo de base 10) e o valor de  $k_c$ , que é um parâmetro cinético baseado no

---

logaritmo natural. O valor de 2,303 é o valor de conversão entre logaritmo de base 10 e logaritmo neperiano ou natural.

$$D = \frac{2,303}{k_c} \quad [34]$$

A influência da temperatura geralmente é modelada pela equação de Arrhenius. A Equação 35 apresenta o modelo de Arrhenius para a constante de reação  $k_r$ .

$$k_r = k_{r0} \cdot e^{\frac{-Ea}{R \cdot T}} \quad [35]$$

Em termos do valor de D a equação 35 fica:

$$D = D_0 \cdot 10^{\frac{T_0 - T}{Z}} \quad [36]$$

Outro parâmetro utilizado para expressar a influência da temperatura é o  $Q_{10}$ , este valor expressa o quanto a velocidade da reação muda ao se variar a temperatura em 10°C (Kessler, 1981).

No caso de parâmetros cinéticos de degradação de qualidade, o valor de F também é chamado de valor de “cooking” (cozimento) e é designado pela letra C.

Características como cor, textura, aspectos nutricionais e parâmetros reológicos são afetados pelo tratamento térmico. Muitos estudos apresentam teoria e valores cinéticos de degradação de parâmetros de qualidade. Lund (1975) apresentou valores cinéticos de D, z e energia de ativação compilados para tiamina em purê de cenoura, ervilha, espinafre, para reação de Maillard em suco de maçã, para antocianina em sucos de uva, morango, para escurecimento em leite de cabra, para textura e qualidade em geral para ervilha, brócolis, cenoura. Fellows (2006) apresenta porcentagem de perda de vitaminas na esterilização em alimentos de baixa acidez e em alimentos ácidos. Labuza & Riboh (1982) descreveram aplicação da cinética de Arrhenius na predição de perda de nutrientes me alimentos. Loey (2005) descreve modelos cinéticos e apresenta

---

valores de D e z para microrganismos, inativação enzimática, degradação de cor e aroma. Vikram *et al.* (2005) estudaram a degradação de vitamina C em suco de laranja em processos convencionais e utilizando-se microondas. Concluíram que no processos por microondas houve maior degradação, o que não seria esperado, pela dificuldade de controle de temperatura que houve durante os experimentos. Ghani *et al.* (2002) estudaram a degradação térmica de vitamina C em pouches de sopa de cenoura e laranja.

### ***3.9. Efeito do processamento térmico na qualidade dos alimentos***

Além do ponto de vista de segurança-pública, a preservação das características de qualidade como cor, aroma, textura, quantidade e disponibilidade de nutrientes é importante no processamento térmico de alimentos (Fellows *et al.*, 2006).

Vários trabalhos apresentam estudos de degradação de qualidade em alimentos. Vikram *et al.* (2005) apresentou o estudo de cinética de degradação de vitamina C em suco de laranja. Ditchfield *et al.* (2006) estudou a degradação térmica de polifenoloxidase e peroxidase durante a pasteurização em purê de banana acidificado. Ahmed & Ramaswamy (2006) estudaram características viscoelásticas e térmicas de purês de vegetais como ervilha, milho e feijão na faixa de temperatura de 20 a 80°C e observaram que houve um aumento significativo dos parâmetros viscoelásticos em torno da temperatura de gelatinização do amido, que foi de 50°C para ervilha e feijão e de 80°C para milho. Ahmed *et al.* (2000) mostrou características reológicas e cinética de degradação de cor em purê de pimentão (“chilli”) verde. Kwok *et al.* (1999) apresenta estudo de cinética de alterações de cor devido ao calor em leite de soja tratados de 80 a 140°C. E mostraram que para as temperaturas de 90, 120 e 140°C, quanto maior o tempo de aquecimento, menor a aceitação sensorial. Lozano & Ibarz (1997) estudaram alterações de cor em concentrados de polpa de frutas (maçã, pêra e ameixa) submetidas a aquecimento a altas temperaturas (até 94°C). Os resultados indicaram que o escurecimento (parâmetro *L*) tem comportamento cinético seguindo

---

reação de primeira ordem. Barreiro *et al.* (1997) estudaram cinética de alteração de cor em pasta de tomate duplamente concentrada durante tratamento térmico (de 70 a 100°C) utilizando a técnica de tubo capilar e mostraram que os parâmetros de cor  $L$ ,  $a$  e  $b$  apresentaram comportamento cinético seguindo reação de primeira ordem.

### 3.9.1. Medida de cor

Um dos importantes parâmetros de qualidade em alimentos a serem medidos é a cor.

A medida de cor instrumental é feita utilizando-se um espectrocolorímetro.

Existem duas principais escalas de medida instrumental de cor: a escala Hunter e a CIELAB. Ambas são baseadas no espaço tridimensional de cor. Os três eixos são representados pelas letras  $L$ ,  $a$  e  $b$  (HunterLab, 2008):

- $L$  – intensidade de luz: de 0 (preto) a 100 (branco)
- $a$ : de verde (valores negativos) a vermelho (valores positivos)
- $b$ : de azul (valores negativos) a amarelo (valores positivos)

Na escala Hunter estas letras são representadas por  $L$ ,  $a$  e  $b$ , já na escala CIELAB são representadas por  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  (HunterLab, 2008).

## 3.10. Soluções-modelo

Em estudos de engenharia comumente são utilizadas soluções-modelo para ensaios de operações unitárias, como tratamento térmico.

O uso de soluções-modelo para estudos de processos de engenharia de alimentos é importante pela sua versatilidade, custo e estabilidade frente aos produtos reais.

---

Vários produtos são utilizados como soluções-modelo em tratamento térmico, como suspensões de amido (Chen & Ramaswamy, 2000), soluções de carboximetilcelulose (Berto et al., 2003), soluções de sacarose (Berto et al., 2003), suspensões de bentonita (Berto, 2009; Mohamed, 2010), soluções-tampão e óleos.

### **3.11. Purê de banana**

A banana nanica (*Musa Cavendish*) faz parte do grupo de maior exportação entre os tipos de banana. A banana é o quinto produto agrícola mais importante no mercado internacional em termos de valor. Índia, Brasil, Equador, Filipinas, China e Indonésia são responsáveis por 55% da produção mundial de bananas (Aurore et. al., 2009). O purê de banana tem tido crescente produção no Brasil, inclusive para exportação (Sebrae, 2008).

Por ser de baixa acidez, o purê de banana é um produto que requer tratamento térmico a altas temperaturas e deve seguir padrões de qualidade. Uma importante característica de qualidade do purê de banana é a cor (Guerrero *et al.*, 1996; Ávila & Silva, 1999), que deve ser clara e sem manchas.

O teor de amido na banana madura varia de 0,9% (nanica) a 7,1% (ouro da mata) (Mota *et al.*, 1997). A temperatura de início de gelatinização do amido em banana é em torno de 70 a 75°C (Mota, 2000; Bello-Pérez *et al.*, 2000; Núñez-Santiago *et al.*, 2004). Segundo Ditchfield *et al.* (2004), a partir de aproximadamente 50°C há um aumento significativo da viscosidade do purê de banana e de 110 a 120°C também, provavelmente devido à interação de polissacarídeos.

Aurore et. al. (2009) apresentam uma extensa pesquisa sobre banana, suas características fisiológicas, físicas e químicas, aplicações industriais e produtos, mostrando a importância da banana no mercado mundial.

Existem casos de problema de escurecimento na indústria de purê de banana devido a tratamento térmico não dimensionado corretamente. Por isso é importante a



---

otimização do binômio tempo e temperatura de processamento, para que haja segurança microbiológica e preservação máxima possível das características de qualidade do purê de banana, assim como abordado para purê de pêra no trabalho de Ávila & Silva (1999).

### ***3.12. Otimização de processos com relação a segurança microbiológica e fatores de qualidade***

O tratamento térmico a altas temperaturas e curto tempo, mesmo nos produtos de alta acidez, é justificado devido ao fato de que microrganismos são destruídos mais rapidamente do que a ocorrência de alterações indesejáveis como escurecimento e destruição de nutrientes (Fellows *et al.*, 2006), devido a parâmetros cinéticos. Analisando-se a Figura 3.7, pode-se visualizar que, com referência ao binômio  $T=120^{\circ}\text{C}$  e  $t=3\text{min}$  (para este exemplo) qualquer combinação  $T, t$  sobre a linha de  $Z=10^{\circ}\text{C}$  (esterilização microbiana) acima de  $120^{\circ}\text{C}$ , implica em tempos mais curtos e distanciamento das linhas com  $Z$  maiores que  $10^{\circ}\text{C}$ . Isto significa que com a mesma intensidade de destruição térmica, obtêm-se produtos menos escuros e menos cozidos do que a referência. Esta é a fundamentação do HTST (High Temperature, Short Time – Alta Temperatura, Curto Tempo).

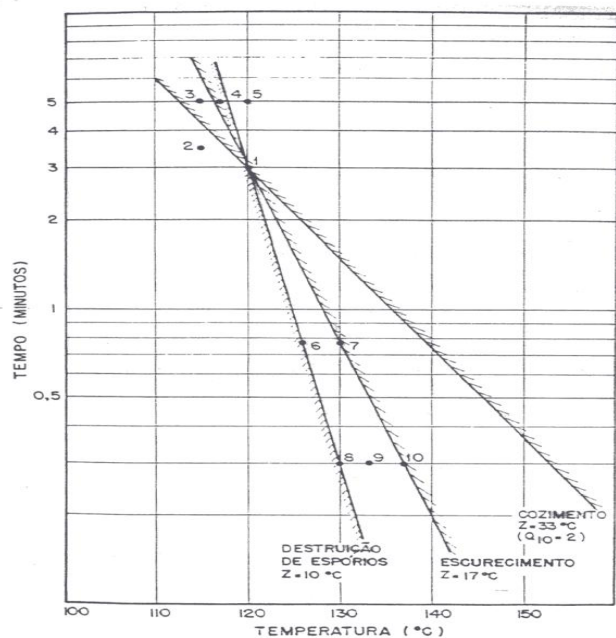


Figura 3.7. Efeito de diferentes tratamentos térmicos sobre uma transformação desejável e duas indesejáveis. (Fonte: Quast, 1976)

Ávila & Silva (1999) estudou a cinética de degradação térmica de cor em purê de pêssgo utilizando sistema de medida CIELab e observou que as mudanças nos valores de  $L$  e  $b$  seguiram uma cinética de primeira ordem.

A Tabela 3.1 apresenta alguns dos valores de  $D$  e  $z$  para nutrientes e fatores de qualidade em diferentes produtos compilados por Fellows (2008) e Karel (1975).

Tabela 3.1. Valores D e z de nutrientes e fatores de qualidade em diferentes produtos (<sup>1</sup>Fellows (2008); <sup>2</sup>Karel (1975)).

Componente	Fonte	z (°C)	D <sub>121</sub> (min)	Faixa de T (°C)
Tiamina <sup>1</sup>	purê de cenoura	25	158	109-149
Tiamina <sup>1</sup>	purê de ervilha	27	247	121-138
Peroxidase <sup>1</sup>	ervilha	37,2	3	110-138
Escurecimento <sup>2</sup>	leite de cabra homogenizado	25	1,08	93,3-121,1
Textura e qualidade de cozimento geral <sup>2</sup>	cenoura	16,67	1,4	80-115,56

---

## 4. MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1. *Desenvolvimento de um reômetro capilar pressurizado*

#### 4.1.1. Material

##### 4.1.1.1. Constituintes do equipamento

Neste item são descritos os elementos utilizados na montagem do reômetro capilar pressurizado, com breve descrição de seu uso no equipamento. Ao longo do capítulo será explicado com detalhes o uso de cada elemento.

Uma observação a ser feita é que, ao longo do texto, os tubos serão referenciados de acordo com seu diâmetro comercial, usualmente em unidades de polegadas, para efeito de nomenclatura. Nos resultados serão apresentados os valores de suas dimensões em unidades do sistema internacional.

Para o aumento de temperatura do produto foram utilizados três sistemas de aquecimento:

- Sistema de aquecimento 1: Trocador de calor tubular, que consiste em uma serpentina de cobre (120 cm de comprimento e 0,5 mm de diâmetro interno) imersa em banho contendo fluido térmico agitado como meio de aquecimento. O fluido térmico utilizado foi da marca Paratherm OR<sup>®</sup> (revendedor no Brasil: Danvic<sup>®</sup>). Ele é resistente à oxidação pelo contato com o ar. Foram utilizadas duas resistências de 200 W e uma de 700 W para aquecimento do óleo mineral. Para controle liga-desliga (on-off) da resistência do banho com fluido térmico, foram utilizados um controlador de temperatura da marca Markare<sup>®</sup>, Modelo:M-400 e um rele de estado sólido da marca Markare<sup>®</sup> Modelo: MKRL-100 (24-280VAc).

- Sistema de aquecimento 2: Equipamento gerador de microondas marca GAE: Gerling Applied Eng. Inc., modelo GA4007A, 5800MHz, 700W, fabricado nos Estados Unidos. A montagem deste equipamento é mostrada na Figura 4.1.

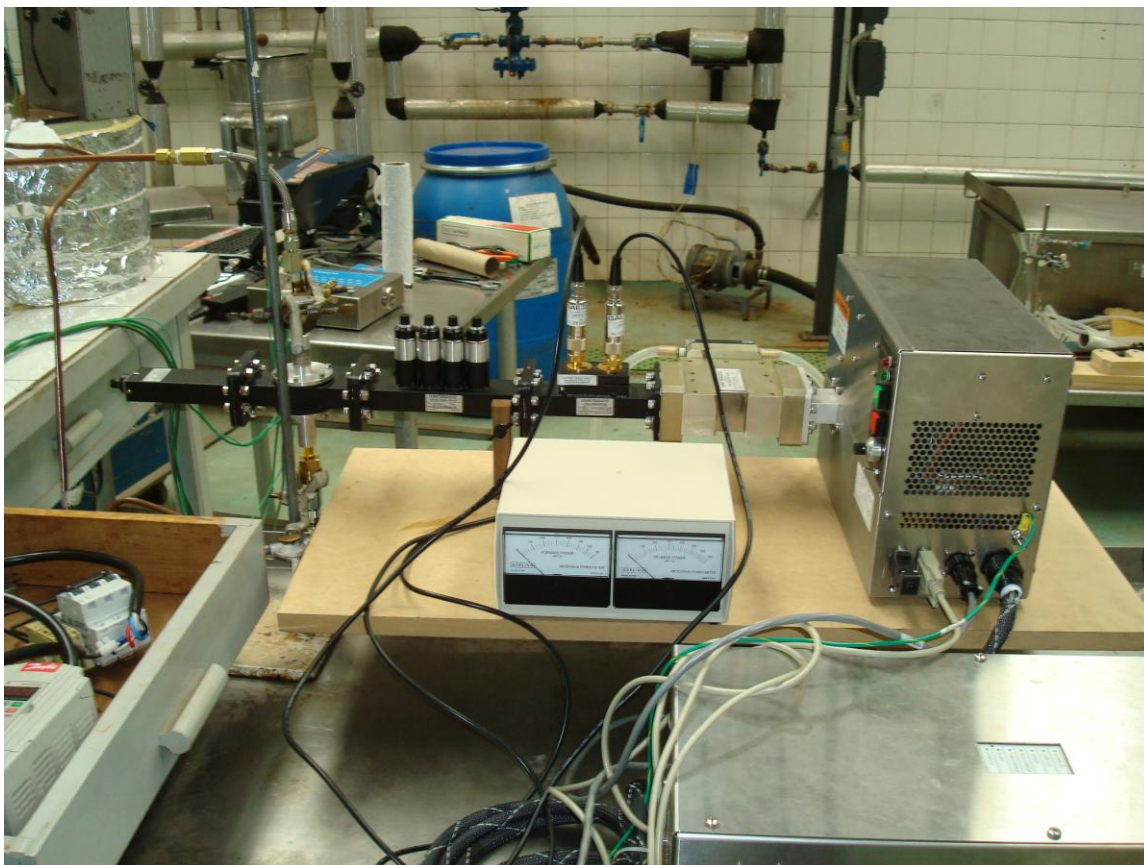


Figura 4.1. Sistema de aquecimento por microondas Gerling Applied Eng. Inc.

- Sistema de aquecimento 3: Equipamento gerador de microondas marca Alter, modelo SM745, 2450MHz, 1900W, fabricado na Itália. A montagem deste equipamento é mostrada nas Figuras 4.2 a 4.7.

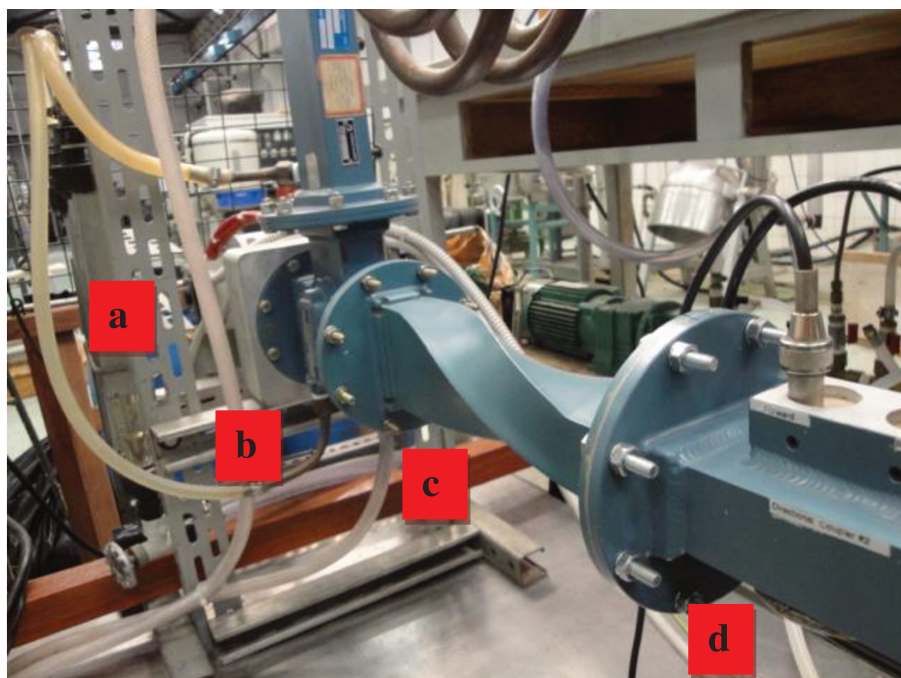


Figura 4.2. Gerador (a), absorvedor de onda refletida (b), guia de onda (c) e região de medida de potência de ondas transmitida e refletida (d) do sistema de aquecimento por microondas Alter

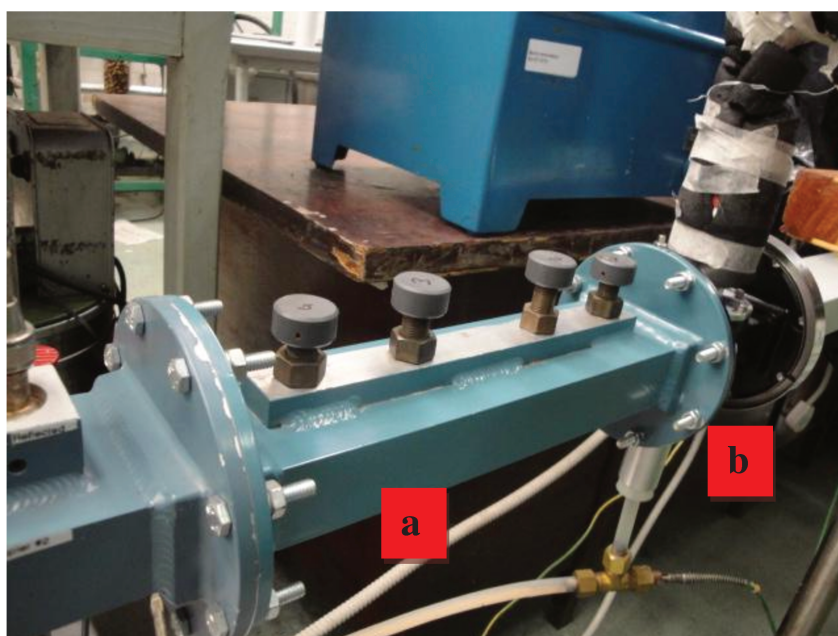


Figura 4.3. Região para ajuste de impedâncias (a) e aplicador contínuo de microondas (b) do sistema de aquecimento por microondas Alter





Figura 4.4. Detalhe da região de aplicação de microondas do sistema de aquecimento por microondas Alter, tubo de Teflon®, termopar tipo T e isolamento térmico



Figura 4.5. Controle do sistema de aquecimento por microondas Alter



Figura 4.6. Medidores e indicadores de potência (“watt meters”) das ondas transmitida e refletida do sistema de aquecimento por microondas Alter

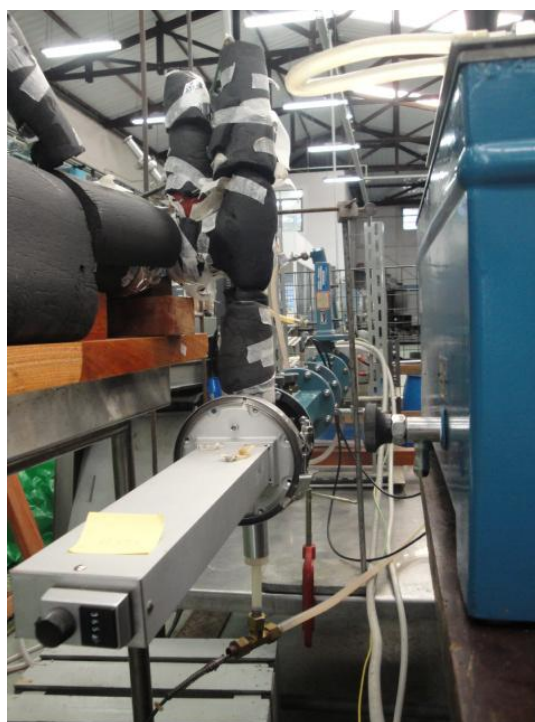


Figura 4.7. Curto móvel do sistema de aquecimento por microondas Alter



---

A Figura 4.8 apresenta um esquema dos sistemas de aquecimento contínuo utilizando tecnologia de microondas.

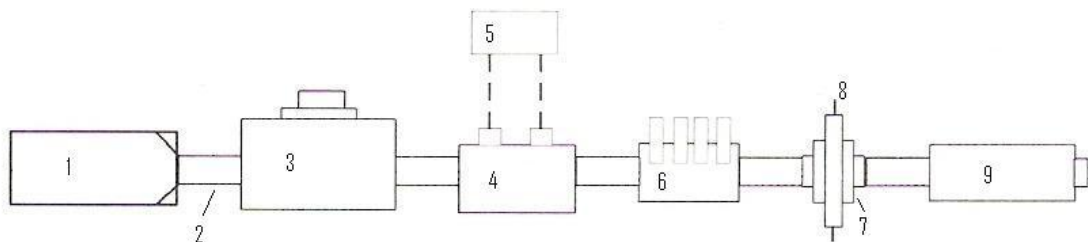


Figura 4.8. Esquema dos sistemas de aquecimento contínuo com microondas

Onde: 1 – Gerador de microondas

2 – Guia de onda

3 – Circulador de água (absorvedor de onda refletida)

4 e 5 – Sistema para medida de potência das ondas transmitida e refletida

6 – Região para ajuste de impedâncias

7 – Aplicador contínuo de microondas

8 – Tubo de teflon por onde escoo o produto de baixo para cima

9 – Curto móvel

Para uso nos sistemas de aquecimento com microondas foram utilizados tubos de quartzo e de Teflon<sup>®</sup>:

- Tubo de quartzo de dimensões: 10 mm de diâmetro interno, 12 mm de diâmetro externo e 120 mm de comprimento. Conexões flexíveis de teflon com malha de aço inox.

- 
- Tubo de Teflon<sup>®</sup> (PTFE) translúcido, fornecedor Megaflon<sup>®</sup>, de dimensões: 9,6 mm de diâmetro interno, 11,6 mm de diâmetro externo e 20 m de comprimento

Para a construção dos tubos capilares foram utilizados tubos de cobre e de aço inox de diâmetros nominais de 1/8"; 3/16"; 1/4"; 3/8"; 1/2". Estes tubos foram cortados com cortador de tubo manual e montados baseados nos comprimentos determinados pelos cálculos descritos no item 4.1.3.

Para bombear o produto foi utilizada uma bomba de deslocamento positivo Netzsch<sup>®</sup> tipo NM 011BY02S12B (local de fabricação: Brasil) e um inversor de frequência de 10 a 60 Hz (marca: Danfoss<sup>®</sup>, 1HP/0,75kW) que permitem que uma vazão específica seja mantida constante durante o período de medida. A faixa de vazão varia de acordo com o conjunto rotor/estator utilizado. Foram utilizados dois conjuntos de rotor/estator (NM011-02S SBE e NM005-06S SBE). Suas faixas de vazão foram medidas, segundo protocolo para medida de vazão apresentado no item 4.1.6. A bomba foi desmontada, relubrificada e o conjunto de rotor/estator trocado constantemente de acordo com as vazões necessárias para cada ensaio e recomendações do fabricante (Netzsch, 2005).

Uma serpentina de aço inox (6,5 m de comprimento e diâmetro 0,7 mm de diâmetro interno) imersa em banho com água corrente à temperatura ambiente foi utilizada para o resfriamento do produto.

Manômetros da marca: Hidrotem<sup>®</sup>, com faixas de pressão de 0 a 4; 0 a 7 e 0 a 10 kgf/cm<sup>2</sup> (0 a 3,9.10<sup>5</sup>; 0 a 6,9.10<sup>5</sup>, 0 a 9,8.10<sup>5</sup> Pa), com conexões rosqueadas de 1/8, foram utilizados para medida da queda de pressão e visualização da pressão na saída da bomba.

Dois medidores diferenciais de pressão foram utilizados para a obtenção do valor de queda de pressão (perda de carga) ao longo dos capilares. Estes medidores diferenciais de pressão são da marca Sensym<sup>®</sup>, modelo MTP-103, faixas de pressão de 0 a 10 bar (0 a 10.10<sup>5</sup> Pa) e de 0 a 3 bar (0 a 3.10<sup>5</sup> Pa), saída de 4 a 20 mA, alimentação

---

24 Vcc. Os indicadores de pressão conectados aos medidores são da marca Markare<sup>®</sup>, modelo MKI-48.

Um transdutor de pressão da marca Danfoss<sup>®</sup>, modelo MBS33-1821-1AB, faixa de pressão de 0 a 6 bar (0 a  $6 \cdot 10^5$  Pa), alimentação de 10 a 30 Vdc, saída de 4 a 20 mA foi utilizado para medida de pressão no final da linha.

Foram utilizadas duas válvulas de contrapressão (back-pressure), instaladas no final da linha, para que o equipamento fosse mantido pressurizado e o produto não entrasse em ebulição. As válvulas de contrapressão utilizadas foram:

- Válvula de contrapressão 1: Construída em latão, marca Teledyne<sup>®</sup>, modelo: 647B – 2 -  $\frac{3}{4}$  - 22.
- Válvula de contrapressão 2: Construída em aço inox.

Para aquisição, registro e controle de temperatura foram utilizados dois conjuntos de termopares e sistema de aquisição de dados:

- Conjunto 1: seis termopares tipo T blindados (Ellab<sup>®</sup>) e equipamento de aquisição de dados com capacidade para 16 canais da marca Ellab<sup>®</sup>, modelo TM9616, produzido na Dinamarca e software correspondente (E-Val<sup>TM</sup>).
- Conjunto 2: seis termopares tipo T blindados e quatro equipamentos de aquisição de dados com capacidade para 2 canais da marca MyPCLab<sup>®</sup>, produzido no Brasil e software correspondente (MyPCLab<sup>®</sup>).

Para obtenção dos dados de vazão, conforme item 4.1.6, foram utilizados balões volumétricos de 25, 50 e 100 ml.

Mangueira de silicone (2,7 mm de espessura), manta térmica de fibra de vidro e borracha (Dinnil<sup>®</sup> - 3,8 mm de espessura), espuma isolante (K-Flex<sup>®</sup> - 12, 36 e 51 mm

---

de espessura) e fita adesiva metálica foram utilizados para o isolamento térmico do equipamento.

Foi utilizado agitador para preparo de soluções com os seguintes componentes:

Agitador mecânico Mod. RW20. N digital 20 Lt. 230 V – Marca IKA

Hélice de Agitação com 4 palas – Mod. R1342 – Marca: IKA

Suporte com base para RW20 e IKA T25 Mod. R1822 – Marca: IKA

Grampo de Fixação para RW20 T-18 e T-25 Mod. R182 – Marca: IKA

De forma geral, na montagem do equipamento e adequação de linhas de utilidades de ar comprimido e água, foram utilizados os seguintes itens:

Válvulas de esfera ½ BSP F;

Válvulas de esfera mini ¼ BSP F;

Válvulas de esfera mini ½ e ¼ BSP M;

Válvulas de esfera mini ½ BSP M;

Válvulas de esfera mini 1/4 BSP M;

Conector ½, niple 1/8, união 1/8, luva, conector e bicos NPT M de latão;

Regulador de ar ¼ BR e Filtro regulador de ar mini 1/8 AFR;

Abraçadeiras 13-19 / 14-22 / 12-16;

Engate rápido ¼ - 5/16, engate rápido ½, engate rápido ¾;

Tubos PU azul 8mm;

Válvula reguladora de fluxo 8mm;

Cruzeta ¼, união 8 mm e te união 8 mm em plástico;

---

Conector, luva redutora, bicos NPT M, insert 8 mm e te união em latão;

Tubos polietileno natural ¼, 5/16 e 3/8;

Mangueiras pretas para ar 5/16;

Conectores, inserts, niple, te M lateral e bico NPT M em latão;

Válvula agulha, anillas, porca, conectores, inserts, te e conexão reta em latão;

Conector, niple, te e tampão em latão;

Conectores, bico ½ e anilha ½ em latão;

Conectores, uniões 5/16 e ½ e cotovelos em latão;

Cotovelo, te's, inserts 3/8 e 5/8, niple ½, bucha redutora e união ¼ em latão;

União, luva redutora, bicos, bujão sextavado ¼ NPT M e tampão ¼ NPT F em latão;

Te e conector em latão;

Anilhas 1/8 e 5/16, conectores, te macho lateral, niple, união ½ e bico ½ em latão;

Niple ¾ galvanizado;

Bujão sextavado ¼ e ½ NPT M e cotovelo em latão;

Te união 5/16 e ½, cotovelo e bucha redutora ½ p/ 1/8 em latão;

Conector, uniões, te e niples em latão;

Redução concêntrica c/ term. clamp., 1 ½" x 1" OD, AISI 304 L, PI/PE;

Tampão TC, 1" A I ½" OD, AISI 304 L, PI/PE;

Conector ¼, insert ¼ e bicos ¼, 3/8 e ½ em latão.

---

#### **4.1.1.2. Fluidos-modelo para teste do equipamento**

Foram utilizados três fluidos-modelo para teste do equipamento:

- Fluido-modelo 1: óleo mineral automotivo SAE 20W50 (Lubrax SJ® - Petrobrás).
- Fluido-modelo 2: soluções de sacarose a 63,5 e 64°Brix.
- Fluido-modelo 3: soluções de CMC descritas no Anexo 8.1.

#### **4.1.2. Dimensionamento do equipamento**

Para o dimensionamento foram feitas considerações e estimativas dos parâmetros utilizados nos cálculos, que foram baseados nos conceitos de troca de calor e escoamento.

##### **4.1.2.1. Capilares**

Os tubos capilares foram dimensionados de acordo com a equação de Hagen-Poiseuille (Equação 21) (Vitali, 1981, Steffe, 1996), considerando-se as condições abaixo:

Diâmetros: foram baseados nos tamanhos de 1/16", 1/8"; 3/16"; 1/4", 3/8"; 1/2", disponíveis comercialmente.

Comprimento: inicialmente, para facilitar a troca dos capilares construtivamente, considerou-se um comprimento fixo de 1,3 m. Este comprimento respeita a relação entre comprimento da região de medida e diâmetro  $\geq 100$  (Vitali, 1981) para todos os casos.

Pressão: 0,01 a 10 bar, limites mínimo e máximo do medidor diferencial de pressão adquirido inicialmente.

---

Vazão: considerou-se a faixa aproximada operacional utilizada nos testes preliminares com a bomba de deslocamento positivo, que foi de  $1,67.10^{-5}$  L.min<sup>-1</sup> a  $1,67.10^{-1}$  L.min<sup>-1</sup>.

Condição de escoamento: uma das exigências para medida reológica capilar é a manutenção do escoamento laminar, portanto um dos fatores limitantes é o número de Reynolds, que deve ser menor ou igual a 2100 (Vitali e Rao, 1982; Brodkey, 1967; Toledo, 1991; Steffe, 1996). Este valor é válido para fluidos Newtonianos, mas utilizou-se esta aproximação para a realização dos testes.

Velocidade: outro fator limitante considerado foi a menor velocidade do fluido igual a 0,01 m/s. Este valor foi escolhido arbitrariamente para efeito das estimativas, de forma que a menor velocidade não fosse nula.

Para os cálculos foi utilizada a Equação 21. Fixou-se a menor e maior vazão em  $1,67.10^{-5}$  L min<sup>-1</sup> e  $1,67.10^{-1}$  L min<sup>-1</sup>. Para cada vazão calculou-se a viscosidade para a maior e a menor variação de pressão em cada diâmetro.

#### **4.1.2.2. Trocador de calor**

Para o dimensionamento do trocador de calor do sistema de aquecimento 1 (item 4.1.1.1) foram consideradas as condições extremas de temperatura a serem atingidas, isto é, a maior variação de temperatura do produto necessária.

Calculou-se o comprimento tanto para uma serpentina de aço inox, quanto para uma serpentina de cobre, considerando-se para ambas os maiores coeficientes convectivos de óleo (considerado como o fluido de aquecimento) e da água (considerada como o produto) no interior do tubo.

Os dados utilizados nos cálculos são apresentados a seguir.

Coeficientes convectivos máximos ( $h$ ) segundo Kreith (1977):

$$h_{\text{óleo}} (\text{kcal.h}^{-1}.\text{m}^{-2}.\text{°C}^{-1}): 1500$$

---

$h_{\text{água}}$  (kcal.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>.°C<sup>-1</sup>): 1000

Condutividade térmica dos materiais ( $k$ ) segundo Silva (1970):

$k_{\text{inox}}$  (kcal h<sup>-1</sup> m<sup>-1</sup> °C<sup>-1</sup>): 14,64

$k_{\text{cobre}}$  (kcal h<sup>-1</sup> m<sup>-1</sup> °C<sup>-1</sup>): 130

Espessura do tubo ( $x$ ): 1 mm

Com estes dados e a partir da Equação 01, calculou-se os coeficientes globais de troca de calor ( $U$ ) apresentados a seguir.

$U_{\text{inox}}$  (kcal h<sup>-1</sup> m<sup>-2</sup> °C<sup>-1</sup>): 1197,64 = 1,39 kJ s<sup>-1</sup> m<sup>-2</sup> °C<sup>-1</sup>

$U_{\text{cobre}}$  (kcal h<sup>-1</sup> m<sup>-2</sup> °C<sup>-1</sup>): 1291,39 = 1,50 kJ s<sup>-1</sup> m<sup>-2</sup> °C<sup>-1</sup>

Considerando-se:

Temperaturas de entrada ( $T_e$ ) e saída ( $T_s$ ) do produto: 25 e 150°C, respectivamente.

Temperatura do meio de aquecimento ( $T_m$ ) (no caso, óleo): 200°C

Calor específico do produto (no caso, água) ( $cp$ ): 1 cal.g<sup>-1</sup>.°C<sup>-1</sup>

Vazão do produto: 60 l.h<sup>-1</sup>

Diâmetro externo: 5/16 polegadas (9,65 mm)

Espessura da parede do tubo ( $x$ ): 1 mm

A partir das Equações 2 e 3 (Kreith, 1977) obteve-se o valor de área de troca térmica necessária, e a partir da Equação 9, calculou-se o comprimento do tubo nos dois casos (inox e cobre).



---

#### **4.1.2.3. Resistências elétricas**

Para dimensionamento das resistências elétricas considerou-se água como produto ( $c_p = 1 \text{ cal g}^{-1} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1} = 4,18 \text{ J g}^{-1} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ ). Temperaturas de entrada e saída, 20 e 150°C, respectivamente e vazão de  $2 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$  ( $1,2 \text{ L min}^{-1}$ ), correspondente à vazão máxima da bomba com o maior rotor.

Então o calor necessário, segundo a Equação 04, foi calculado e definiu-se a potência necessária da resistência.

#### **4.1.3. Construção do protótipo do equipamento**

Foi construído um equipamento que permite controle da vazão da bomba de deslocamento positivo por meio de inversor de frequência e controle de temperatura de aquecimento do produto na faixa de ambiente (opcionalmente refrigerado) a 140°C.

O aquecimento do produto ocorre através de um trocador de calor tubular, que consiste em uma serpentina de cobre imersa em banho de óleo mineral (fluido térmico) com agitação como meio de aquecimento. O óleo é aquecido por um total de resistências de 11 kW ( $11 \text{ kJ s}^{-1}$ ) de potência.

O equipamento é composto por tubos de cobre isolados intercambiáveis de diferentes diâmetros e comprimentos, para que possam ser aplicadas diferentes condições de processo de acordo com as propriedades de cada fluido modelo ou real, de forma que o escoamento seja mantido sempre laminar, conforme requerido para análise reológica em tubos (Vitali e Rao, 1982; Brodkey, 1967; Toledo, 1991; Steffe, 1996).

Para construção dos capilares foram respeitados os comprimentos de entrada e saída que permitem o desenvolvimento completo do perfil de velocidade (Vitali e Rao, 1982, Rao e Rizvi, 1995; Rao, 1999a), uma vez que ao atingir esta condição o escoamento terá entrado em regime e não haverá turbulência na região de medida, o que acarretaria em oscilações da medida de pressão.

---

Considerando-se os diâmetros nominais de 1/16; 1/8"; 3/16"; 1/4", 3/8" e 1/2" foram feitos os cálculos dos valores estimados para o comprimento, região de entrada e de saída de cada capilar, considerando-se os valores de referência (Vitali, 1981): 105 e 130 a relação entre comprimento e diâmetro da região de medida do capilar, 105 e 150 vezes o diâmetro interno como fator de entrada e 50 e 53 vezes o diâmetro interno como fator de saída.

Para os testes preliminares, foi construído e montado inicialmente o capilar de 1/8".

Para o resfriamento foi utilizada a serpentina de aço inox imersa em banho com água corrente à temperatura ambiente.

Manômetros foram utilizados para a medida do valor de queda de pressão (perda de carga) ao longo do capilar e para visualização da pressão na saída da bomba.

Foi utilizada a válvula de contrapressão (back-pressure) de latão instalada no final da linha para que o equipamento fosse mantido pressurizado e o produto não entrasse em ebulição.

Para controle da temperatura foram instalados termopares tipo T localizados na entrada e na saída da região de aquecimento do produto e na entrada e na saída do tubo capilar. Para aquisição e registro dos dados foi utilizado o sistema de aquisição de dados marca Ellab<sup>®</sup>, modelo TM9616, seu respectivo software (E-Val<sup>TM</sup>) e um computador.

Linhas de utilidades de ar comprimido e de água foram readequadas para suprirem o equipamento. Água foi utilizada para testes de vazamento, start-up, limpeza. Ar comprimido foi utilizado em uma das montagens de medida de queda de pressão (ver Anexo 8.6), para esvaziar o equipamento, para limpeza e para desentupimento de partes da linha, quando estas ficavam obstruídas (ver Anexo 8.6 sobre dificuldades encontradas).

---

#### **4.1.3.1. Testes preliminares com óleo como fluido modelo**

Foram realizados testes preliminares utilizando-se o óleo mineral automotivo SAE 20W50 (Lubrax SJ® - Petrobrás).

Os ensaios foram realizados com o protótipo do reômetro capilar e com o reômetro rotacional marca MLW, modelo Rheotest 2,1.

##### ***Reômetro capilar***

Os experimentos foram realizados segundo o protocolo do item 4.1.10.1 a diversas vazões para o óleo à temperatura de 72°C. Foi utilizado o capilar de 1/8" OD.

##### ***Reômetro rotacional***

Os experimentos foram realizados segundo o protocolo do item 4.1.10.2 às temperaturas de 25, 50, 75 e 85°C.

#### **4.1.4. Construção da versão intermediária do equipamento**

Foram feitas alterações no equipamento apresentado no item 4.1.3, a fim de aperfeiçoar o seu funcionamento e melhorar os resultados das medidas. Estas alterações são descritas a seguir.

Os manômetros foram substituídos pelo medidor diferencial de pressão de 0 a 10 bar (0 a  $10 \times 10^5$  Pa) para a obtenção do valor de queda de pressão (perda de carga) ao longo dos capilares.

Foi testada uma forma mais rápida de aquecimento do produto, o que vem de encontro com um dos objetivos do projeto, que é obter rapidamente as altas temperaturas de processo, sem resultar em alterações consideráveis no produto por cozimento. Acoplou-se ao equipamento o gerador e aplicador de microondas de 5.8

---

GHz (forma de aquecimento 2 descrita no item 4.1.1.1) para auxiliar na etapa de aquecimento.

Para análise do comportamento do sistema de microondas no aquecimento foram feitos testes apresentados no Anexo 8.7.

#### **4.1.4.1. Calibração do medidor diferencial de pressão**

O medidor diferencial de pressão foi calibrado com um manômetro de mercúrio. Foram utilizadas duas bombas para a obtenção do diferencial de pressão, uma pressurizando um dos lados e a outra fazendo vácuo do outro lado.

#### **4.1.4.2. Construção de novos capilares e obtenção dos valores reais de seus diâmetros internos**

Foram construídos os capilares de 3/16" OD, 1/4" OD, 3/8" OD e 1/2" OD e os valores reais de seus diâmetros internos, assim como do capilar de 1/8" OD foram obtidos segundo protocolo do item 4.1.9.

#### **4.1.4.3. Forma de operação do equipamento**

A região dos capilares foi reconstruída de forma que foi possível fazer a comutação destes.

A tomada de pressão também foi facilmente comutável durante os experimentos. Os pontos de tomada de pressão de cada capilar foram interligados por uma linha, que leva a um tubo único de cada lado (maior e menor pressão), que são ligados aos dois lados do medidor diferencial de pressão. Até se chegar a esta configuração, foram desenvolvidos diversos sistemas para a medida de queda de pressão com o uso do medidor diferencial de pressão, estes são apresentados no Anexo 8.6.

---

#### **4.1.4.4. Isolamento térmico do equipamento**

Foi feito adequado isolamento de cada tubo capilar, que consiste de: mangueira de silicone (2,7 mm de espessura), manta térmica de fibra de vidro e borracha (Dinnil<sup>®</sup> - 3,8 mm de espessura) e espuma isolante (K-Flex<sup>®</sup> - 36 e 51 mm de espessura). Conexões foram cobertas com a espuma isolante (K-Flex<sup>®</sup> - 12 mm de espessura) e as emendas foram feitas com fita adesiva metálica.

#### **4.1.4.5. Testes preliminares**

Nos testes preliminares utilizaram-se água e as soluções-modelo do item 4.1.1.2 para colocar o equipamento em funcionamento; verificação de existência de vazamento, verificação do funcionamento dos medidores, indicadores, registradores, controles; para identificação de pontos frágeis; para definição da pressão máxima de trabalho; para elaboração do manual de funcionamento (Anexo 8.5) e para start-up do equipamento.

Foram realizados diversos experimentos para conferir constantemente se a montagem de cada parte estava correta. No item 4.1.4.6 são apresentados dois dos testes. Estes foram utilizados para ajuste do capilar de 3/16 pol OD e da montagem para medida de queda de pressão com o medidor diferencial de pressão de 0 a 10 bar (0 a  $10 \times 10^5$  Pa).

#### **4.1.4.6. Testes preliminares com solução de sacarose como fluido modelo**

Foram realizados testes preliminares utilizando-se soluções de sacarose a 64 e a 63,5°Brix, preparadas como descrito a seguir. Dois dos experimentos realizados são apresentados neste item.

---

Os ensaios foram realizados com a versão intermediária do reômetro capilar e com o reômetro rotacional marca MLW, modelo Rheotest 2,1.

### ***Preparo das soluções de sacarose***

As soluções de sacarose foram preparadas através da dissolução de sacarose comercial (açúcar refinado) em água à temperatura de 70°C.

Obtiveram-se duas soluções de sacarose: a 64 e a 63,5°Brix. Estas foram estocadas em câmara a 3°C em embalagem plástica fechada.

### ***Reômetro capilar***

Os ensaios no reômetro capilar no primeiro experimento foram realizados segundo o protocolo do item 4.1.10.1 a diversas vazões para a solução de sacarose a 64°Brix às temperaturas de 26°C.

No segundo experimento foram realizados ensaios no reômetro capilar segundo o protocolo do item 4.1.10.1 a diversas vazões para a solução de sacarose a 63,5°Brix às temperaturas de 28,5 e 29°C.

Nos dois casos foi utilizado o capilar de 3/16 pol OD.

### ***Reômetro rotacional***

Os experimentos foram realizados segundo o protocolo do item 4.1.10.2 às temperaturas de 26, 40, 55 e 71°C no primeiro experimento e às temperaturas de 28,5 e 40°C no segundo experimento.

---

#### **4.1.5. Construção da versão final do equipamento**

Nesta versão definitiva do equipamento, além do medidor diferencial de pressão de faixa de 0 a 10 bar (0 a  $10 \times 10^5$  Pa), o de 0 a 3 bar (0 a  $3 \times 10^5$  Pa) foi também utilizado para medida do valor de queda de pressão (perda de carga) ao longo dos capilares. Aqueles foram instalados para medir a pressão da entrada e da saída do tubo capilar, respectivamente.

Foi instalado também um medidor de pressão eletrônico no final da linha de distribuição dos capilares, em substituição ao manômetro utilizado anteriormente.

Passou-se a utilizar aquisitores de dados (MyPCLab<sup>®</sup>) dedicados ao equipamento.

O gerador e aplicador de microondas de 5,8 GHz foi substituído pelo de 2450 MHz para a etapa de aquecimento do produto, uma vez que a faixa de potência do segundo é maior, possibilitando o aquecimento somente com o microondas, sem a necessidade de se utilizar o pré-aquecimento com banho de óleo.

##### **4.1.5.1. Construção de novos capilares e obtenção dos valores reais de seus diâmetros internos**

Dois novos capilares, de 1/8" OD e 1/16"OD, foram construídos em inox.

Realizou-se o um experimento para obtenção do real valor do diâmetro interno dos novos capilares segundo protocolo do item 4.1.9.

Uma vez que se passou a utilizar capilares de menores diâmetros, foi necessária a troca do conjunto rotor/estator da boba por um que permite menor faixa de vazão (de 1,17 a 7,33 mL s<sup>-1</sup>) (de 0,07 a 0,44 L min<sup>-1</sup>) (de 4,2 a 26,4 L h<sup>-1</sup>), para que se utilizasse de forma plena toda a faixa de frequência do inversor (0 a 60 Hz). Uma nova lubrificação também foi feita no eixo de rotação do conjunto rotor/estator.

---

#### **4.1.5.1. Isolamento térmico do equipamento**

Foram feitas alterações no isolamento de forma a evitar circulação de ar entre as camadas, foram utilizadas mais fitas adesivas metálicas para vedar totalmente regiões onde poderia passar ar.

#### **4.1.6. Protocolo para medida de vazão**

Dados de vazão foram obtidos em triplicata através de coleta de produto em balão volumétrico, cronometrando-se o tempo. O volume do balão volumétrico era escolhido de acordo com a vazão, de forma que o tempo cronometrado fosse de, pelo menos, um minuto.

A partir dos dados experimentais, foram calculadas as médias e desvios-padrão em cada caso.

#### **4.1.7. Obtenção das curvas de vazão em função da frequência de rotação do inversor de frequência**

Curvas de vazão em função da frequência do inversor de frequência foram obtidas utilizando-se diferentes produtos e diferentes condições de pressurização no equipamento. Estas condições são descritas nos itens correspondentes a cada caso.

A cada frequência de rotação do inversor de frequência, a vazão foi medida de acordo com o item 4.1.6. Então foi construída uma curva de vazão em função da frequência e obtida a sua equação.



---

#### **4.1.8. Calibração dos termopares**

Os termopares utilizados foram calibrados em banho de óleo com um termômetro de referência marca Incoterm<sup>®</sup>, calibrado pela PolyAfer, faixa de -10 a 150°C.

#### **4.1.9. Obtenção do diâmetro interno real de cada capilar**

Para obtenção do valor real do diâmetro interno, preencheu-se o capilar com água destilada, cujo valor de densidade é conhecido e também foi medido, utilizando-se balão volumétrico e obtendo-se a massa.

Para fechamento das extremidades utilizou-se filme plástico preso com elástico para impedir vazamento.

O conjunto foi então pesado e, em seguida, o valor dos filmes plásticos + elásticos + tubo vazio e seco foi subtraído. Esta operação foi feita em triplicata.

Através do valor do comprimento do tubo e da equação de cálculo de volume interno de tubos (Equação 37), obteve-se o valor médio real do diâmetro interno do capilar.

$$V = \pi \cdot r^2 \cdot l \quad [37]$$

Onde:  $r$  - raio interno do tubo, m

$l$  - comprimento do tubo, m

---

#### **4.1.10. Ensaaios reológicos**

Neste item são descritos os protocolos para realização das análises reológicas utilizando-se o reômetro capilar construído, o reômetro rotacional marca MLW, modelo Rheotest 2,1 e o reômetro rotacional Brookfield.

##### **4.1.10.1. Protocolo para análise reológica no reômetro capilar**

Os experimentos realizados no reômetro capilar foram conduzidos a diversas temperaturas e vazões para cada produto. Estes parâmetros são especificados na descrição experimental de cada caso.

O capilar utilizado depende das características reológicas de cada produto e das vazões de cada ensaio. A definição do(s) capilar(es) utilizado(s) em cada caso foi feita a partir de testes preliminares, nos quais fazia-se o produto fluir nos diferentes capilares a diferentes vazões, inicialmente a temperatura ambiente (em torno de 28°C). Eram então observadas as pressões máximas atingidas no medidor de pressão instalado na saída da bomba, as pressões na entrada na saída da região de medida do capilar e a perda de carga ( $\Delta P$ ) ocorrida no capilar. Esta análise era também feita na máxima temperatura de cada ensaio. A partir destes dados de pressão em função da vazão, do capilar (diâmetro e comprimento) e da temperatura, definiam-se qual(is) o(s) tubo(s) a sere(m) utilizado(s) nas diferentes vazões e temperaturas. Os fatores que determinavam a escolha eram a pressão de saída da bomba, cujo valor máximo não podia ultrapassar 6 bar ( $6 \cdot 10^5$  Pa), devido ao limite suportado pela bomba e pontos frágeis do equipamento (determinados nos testes preliminares); as pressões de entrada e saída do capilar, que não podiam ter valores acima de 10 e 3 bar ( $10 \cdot 10^5$  e  $3 \cdot 10^5$  Pa), respectivamente, devido aos limites dos medidores; e a queda de pressão, que deveria ter um valor mínimo não menor do que a precisão dos medidores diferenciais de pressão.

Os dados experimentais registrados foram os valores de pressão na saída da bomba ( $P_1$ ), pressão na entrada do capilar ( $P_e$ ), pressão na saída do capilar ( $P_s$ ), pressão na saída da região dos capilares ( $P_2$ ), temperatura na entrada do aquecimento ( $T_{eq}$ ),

---

temperatura de saída do aquecimento ( $T_{saq}$ ), temperatura de entrada no capilar ( $T_{ecap}$ ) e temperatura de saída do capilar ( $T_{scap}$ ).

Apesar do isolamento do equipamento para que o produto tenha escoamento isotérmico na região do capilar, dependendo da temperatura e da vazão de trabalho, havia uma maior ou menor diferença de temperatura entre a entrada e a saída do tubo capilar. O valor da temperatura de processo ( $T_P$ ) era obtido a partir da média entre  $T_{ecap}$  e  $T_{scap}$ , de forma que os valores de pressão só eram registrados quando  $T_P$  era igual à temperatura estabelecida para o ensaio.

Para se obter a menor diferença de temperatura possível entre a entrada e a saída do tubo capilar e para que as pressões estivessem equilibradas, sem oscilação, as leituras somente eram realizadas quando o sistema estava em regime, ou seja, quando as pressões e temperaturas para cada condição de processo estabelecida (temperatura e vazão) atingissem um valor de equilíbrio constante.

Com os dados de  $P_e$  e  $P_s$ , obtiveram-se os valores de perda de carga no capilar ( $\Delta P$ ), a partir da equação 38.

$$\Delta P = P_s - P_e \quad [38]$$

A partir do cálculo do número de Reynolds (equações 5 e 6), assegurou-se que o escoamento era laminar.

Os valores da temperatura de processo ( $T_P$ ); diâmetro e comprimento do tubo capilar; vazão e perda de carga ( $\Delta P$ ) foram utilizados para o cálculo dos parâmetros reológicos, segundo equações 18 e 19.

Os cálculos do comportamento reológico ou viscosidade aparente foram baseados nas equações de escoamento laminar isotérmico de Hagen-Poiseuille (Equação 21) em tubos.

---

Os modelos reológicos avaliados foram o Newtoniano e o da Lei de Potência (Ostwald De Waele), dependendo do produto.

#### **4.1.10.2. Protocolo para análise reológica no reômetro rotacional Marca MLW, Modelo Rheotest 2,1**

Para as análises reológicas realizadas com o reômetro rotacional marca MLW, modelo Rheotest 2,1 foi utilizada a geometria de cilindros concêntricos.

Foram definidos para cada teste: o sistema de copo e cilindro a ser utilizado, as temperaturas de ensaio e as velocidades de rotação aplicadas (ver Anexo 8.9).

Os valores de torque ( $\alpha$ ) foram obtidos como dados experimentais.

Os cálculos reológicos foram feitos a partir das dimensões do sistema escolhido, rotações, torque e temperatura utilizando-se o software Reocalc (Fukuzawa & Berto, 2006) que apresenta como resposta o modelo reológico com os respectivos parâmetros. Utilizou-se o aplicativo do software que é baseado na teoria reológica de cilindros concêntricos.

Os modelos reológicos avaliados, que são especificados em cada caso, foram principalmente o Newtoniano e o modelo da Lei de Potência (Ostwald De Waele) (Steffe, 1996; Rao, 1999a). Para a influência da temperatura, ajustou-se o modelo de Arrhenius (Equação 24).

Os resultados obtidos foram reogramas, parâmetros dos modelos reológicos ajustados e suas curvas em função da temperatura e os parâmetros de ajuste do modelo de Arrhenius.

---

#### **4.1.10.3. Protocolo para análise reológica no reômetro rotacional Brookfield**

Para as análises reológicas realizadas com o reômetro rotacional Brookfield foram definidos para cada teste: o spindle a ser utilizado, as temperaturas de ensaio e as velocidades de rotação aplicadas de forma que se trabalhasse em uma faixa de rotação de 10 a 250 rpm e de torque de 5 a 90%.

Os valores de viscosidade aparente, taxa de deformação e tensão de cisalhamento foram obtidos como dados experimentais.

Os modelos reológicos avaliados, que são especificados em cada caso, foram principalmente o Newtoniano e o modelo da Lei de Potência (Ostwald De Waele) (Steffe, 1996; Rao, 1999a). Para a influência da temperatura, ajustou-se o modelo de Arrhenius (Equação 24).

Os resultados obtidos foram reogramas, parâmetros dos modelos reológicos ajustados e suas curvas em função da temperatura e os parâmetros de ajuste do modelo de Arrhenius.

### ***4.2. Análise Reológica de Solução de Sacarose a Altas Temperaturas Utilizando-se um Reômetro Capilar Pressurizado***

#### **4.2.1. Análise reológica de solução de sacarose utilizando-se reômetro capilar pressurizado**

##### **4.2.1.1. Material**

Foi preparada uma solução de sacarose a 65°Brix através da dissolução de sacarose comercial (açúcar refinado) em água à temperatura de 70°C.

---

#### **4.2.1.2. Equipamento**

Utilizou-se o equipamento descrito no item 4.1.5. Ele permite o aquecimento do produto por microondas através de um guia de onda. O equipamento gerador de microondas funciona a uma frequência de 2450 MHz e potência máxima de 1900W. Trabalhou-se na faixa de potência de 0 a 1000 W.

Após a região de aquecimento, o produto escoava para um sistema de válvulas que permite a comutação entre os capilares. O capilar utilizado no caso da solução de sacarose foi o de 1/16" (0,0010 m de diâmetro interno e 1,0 m de comprimento).

Após a região dos capilares, há uma serpentina de resfriamento em banho de água corrente à temperatura de 28°C. Foi colocada uma válvula de contra-pressão no final do resfriamento, para evitar que o produto entrasse em ebulição durante os testes a temperaturas acima de 100°C.

#### **4.2.1.3. Ensaios reológicos com o reômetro capilar**

Foram realizados experimentos a diversas vazões a temperaturas de 60,5 a 130°C, conforme protocolo descrito no item 4.1.10.1.

Os dados foram modelados de acordo com o modelo Newtoniano (Steffe, 1996; Rao, 1999a).

Para avaliação do efeito da temperatura, utilizou-se a equação de Arrhenius (Equação 24) para modelar a viscosidade em função da temperatura.

#### **4.2.1.4. Ensaios reológicos com o reômetro rotacional Brookfield**

Os ensaios foram realizados na faixa de rotação de 10 a 250 rpm a temperaturas de 30, 45, 60, 75 e 87,3°C, utilizando-se o spindle número 18, conforme protocolo descrito no item 4.1.10.3.

---

Os dados foram modelados de acordo com o modelo Newtoniano (Steffe, 1996; Rao, 1999a).

Para avaliação do efeito da temperatura, utilizou-se a equação de Arrhenius para modelar a viscosidade em função da temperatura.

### ***4.3. Análise Reológica de Purê de Banana a Altas Temperaturas Utilizando-se um Reômetro Capilar Pressurizado***

#### **4.3.1. Testes preliminares com purê de banana**

##### **4.3.1.1. Material**

Utilizou-se nos testes preliminares purê de banana esterilizado, com 22°Brix, produzido em Registro – SP e cedido pela empresa N&N Polpas® (77,2% de umidade b.u.; 19,5% carboidratos em massa; 1,18% fibras alimentares totais em massa – dados fornecidos pelo produtor).

##### **4.3.1.2. Ensaios**

Para se fazer uma análise preliminar do efeito do tratamento térmico nas propriedades reológicas do purê de banana, foram realizados tratamentos térmicos em tubos de ensaio (50 ml de amostra) em banho de água a temperaturas de 60 e 90°C. Um termopar era inserido em um dos tubos para se saber quando havia sido atingida a temperatura planejada no centro do tubo.

Os tempos de tratamento térmico foram de 1, 5, 10, 20, 30, 40, 50 e 60 minutos.

Com as amostras obtidas nos tempos de 10 e 60 minutos foram realizadas análises reológicas em reômetro rotacional Marca MLW, Modelo Rheotest 2,1, segundo protocolo do item 4.1.10.2 às temperaturas de 30, 45, 65 e 85°C.

---

### **4.3.2. Análise reológica de purê de banana utilizando-se reômetro capilar pressurizado**

#### **4.3.2.1. Material**

O purê de banana esterilizado utilizado foi produzido em Registro – SP e cedido pela empresa N&N Polpas<sup>®</sup>. Ele tinha 22°Brix; 77,2% de umidade b.u.; 19,5% carboidratos em massa; 1,18% fibras alimentares totais em massa, segundo dados fornecidos pelo produtor.

#### **4.3.2.2. Equipamento**

Foi utilizado o reômetro capilar pressurizado descrito no item 4.1.5. Este equipamento permite o aquecimento do produto por microondas através de um guia de onda. O equipamento gerador de microondas funciona a uma frequência de 2450 MHz e potência máxima de 1900W. Trabalhou-se na faixa de potência de 0 a 1000 W.

Após a região de aquecimento, o produto escoava para um sistema de válvulas que permite a comutação entre os capilares. O capilar utilizado no caso do purê de banana foi o de 1/8” (0,0022 m de diâmetro interno e 1,2 m de comprimento).

#### **4.3.2.3. Ensaios reológicos com o reômetro capilar**

Foram realizados experimentos a diversas vazões (na faixa de  $1,39 \cdot 10^{-7}$  a  $1,22 \cdot 10^{-6}$  mL s<sup>-1</sup>) a temperaturas de 26,5; 80; 100 e 110°C, segundo protocolo descrito no item 4.1.10.1.

Os dados foram modelados de acordo com o modelo da Lei de Potência (Ostwald De Waele).



---

Para avaliação do efeito da temperatura, utilizou-se a equação de Arrhenius (Equação 24) para modelar a viscosidade aparente em função da temperatura.

#### ***4.4. Otimização do tratamento térmico de produtos fluidos: caso purê de banana***

##### **4.4.1. Material**

Utilizou-se purê de banana preparado em planta piloto segundo as seguintes etapas:

Bananas (*Musa cavendish*) em grau de maturação 7 (Aurore et. al., 2009), como utilizado pela indústria, foram branqueadas em água a 90°C por 7 minutos e então resfriadas em banho de água corrente a 28°C por 7 minutos.

As frutas foram, então, descascadas e misturadas com ácido ascórbico (0,2% m/m) e ácido cítrico (0,5% m/m) e despolpadas em despolpador.

Em seguida o purê passou por um moinho coloidal e foi colocado em um tacho a vácuo para desaerar.

Foi então acondicionado em sacos plásticos a vácuo e armazenados em câmara fria a 5°C.

##### **4.4.2. Equipamento**

Foi utilizada a região de aquecimento por microondas através de um guia de onda do equipamento descrito no item 4.1.5. O equipamento gerador de microondas funciona a uma frequência de 2450 MHz. Trabalhou-se na faixa de potência de 0 a 1000 W. O uso do microondas permite um rápido aquecimento do produto.

---

Após a região de aquecimento, construiu-se um tubo de retenção isolado termicamente (63 cm de comprimento e diâmetro interno de 10 mm), seguido de uma serpentina de resfriamento.

Foi colocada uma válvula de contrapressão no final do resfriamento, para evitar que o produto entrasse em ebulição durante os testes a temperaturas acima de 100°C.

#### **4.4.3. Tratamento térmico**

Para se obter dados cinéticos de escurecimento do purê de banana a altas temperaturas, este foi submetido a diferentes condições de tempo e temperatura.

Definiram-se as faixas de tempo e temperatura baseando-se em dados cinéticos de destruição de *Clostridium botulinum* e em tempos e temperaturas típicos da indústria.

Utilizando-se a equação abaixo, para um  $F_0$  de 3 minutos, calculou-se a taxa letal. E considerando-se valores cinéticos genéricos de degradação de qualidade por cozimento ( $T_R=100^\circ\text{C}$  e  $Z=25^\circ\text{C}$ ), calcularam-se quais seriam os valores de “cooking”, ou seja, tempo de tratamento térmico em minutos equivalente à temperatura de referência e, então, calcularam-se os tempos equivalentes de tratamento térmico.

Utilizaram-se então as temperaturas de 118, 123 e 128°C e tempos de 1,1; 3,6 e 4,6 minutos.

#### **4.4.4. Medida de cor**

Após a válvula de contra-pressão, os produtos eram recolhidos em seringas de 100 ml. Então tubos de ensaio de fundo chato e com rosca foram preenchidos com o produto.

Para a medida de cor utilizou-se um colorímetro Minolta, sistema CIELAB. A leitura era feita no fundo do tubo (assegurou-se a ausência de bolhas de ar ao se encher

---

os tubos utilizando-se mangueiras de silicone adaptadas na ponta das seringas). Os tubos eram cobertos por uma espuma preta antes de cada leitura.

#### **4.4.5. Construção das curvas de degradação térmica e otimização do tratamento térmico**

Baseando-se nas Equações 29 e 30 e com os dados de “escurecimento”  $L^*$ , foram construídas as curvas de  $\log L^*$  vs. tempo para cada temperatura e de  $\log$  tempo vs. temperatura para um valor aceitável de  $L^*$  próximo ao padrão.

Em seguida foi construído um diagrama (log tempo vs. temperatura) contendo as seguintes curvas de Z:

- curva teórica de destruição do microrganismo alvo (*Clostridium Botulinum*)
- curva de degradação do parâmetro sensorial  $L^*$

Analisando-se o diagrama e conhecendo-se as características reológicas dos produtos na temperatura de processo (para correto dimensionamento do tubo de retenção), foi então definida a região ótima de processo térmico (binômio tempo e temperatura) para o produto em questão.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1. *Desenvolvimento de um reômetro capilar pressurizado*

#### 5.1.1. Dimensionamento do equipamento

##### 5.1.1.1. Capilares

As tabelas abaixo mostram estes valores compilados. A Tabela 5.1 refere-se à menor vazão e a Tabela 5.2 à maior vazão:

Tabela 5.1. Cálculos para dimensionamento dos capilares utilizando-se a menor vazão ( $1,67 \cdot 10^{-5} \text{ L min}^{-1}$ )

Condição	Viscosidade (cP)	Diâmetro (pol)	Comprimento (m)	Vazão (l/min)	Delta P (bar)	Re	$l/d$
Menor visc	0.2	1/16	1.3	0.01	0.01	191	819
	14000	1/16	1.3	0.0005	9.73	4.77E-04	819
	20	1/8	1.3	0.003	0.01	1.00	409
	38000	1/8	1.3	0.003	9.90	5.28E-04	409
	93	1/4	1.3	0.01	0.01	3.59E-01	205
	180000	1/4	1.3	0.01	9.77	1.86E-04	205
	156	3/8	1.3	0.03	0.01	4.28E-01	136
	300000	3/8	1.3	0.03	9.65	2.23E-04	136
	400	1/2	1.3	0.04	0.01	1.67E-01	102
	736786.68	1/2	1.3	0.04	10.00	9.07E-05	102

Tabela 5.2. Cálculos para dimensionamento dos capilares utilizando-se a maior vazão ( $1,67 \cdot 10^{-1} \text{ L min}^{-1}$ )

Condição	Viscosidade (cP)	Diâmetro (pol)	Comprimento (m)	Vazão (l/min)	Delta P (bar)	Re	$l/d$
Menor visc	1.1	1/16	1.3	0.167	0.26	2029	819
	40	1/16	1.3	0.167	9.28	56	819
	0.7	1/8	1.3	0.167	0.01	1595	409
	680	1/8	1.3	0.167	9.86	2	409
	10	1/4	1.3	0.167	0.01	56	205
	11000	1/4	1.3	0.167	9.97	56	205
	28	3/8	1.3	0.167	0.01	56	136
	55000	3/8	1.3	0.167	9.85	56	136
	89	1/2	1.3	0.167	0.01	3	102
	176475.85	1/2	1.3	0.167	10.00	1.58E-03	102

No caso da menor vazão (Tabela 5.1), vazões maiores do que a menor fixada tiveram que ser utilizadas em alguns casos para que se respeitasse a condição de velocidade do fluido maior do que 0,01 m/s.

Com os dados das Tabelas 5.1 e 5.2 foi possível construir a Tabela 5.3.

A Tabela 5.3 compara os dados das Tabelas 5.1 e 5.2. Ela foi utilizada na análise dos dados e para se construir as curvas da Figura 5.1, as quais indicam as regiões/faixas de trabalho de cada capilar.

Tabela 5.3. Quadro de análise dos dados das Tabelas 6.1 e 6.2

<b>Diâmetro (pol)</b>	<b>Viscosidade (cP)</b>	<b>Delta P</b>	<b>Vazão</b>	<b>EXTREMOS Visc (cP)</b>
1/16	0,2	Menor	Menor	0,2
	14000	Maior		14000
	1,1	Menor	Maior	
	40	Maior		
1/8	20	Menor	Menor	0,7
	38000	Maior		38000
	0,7	Menor	Maior	
	680	Maior		
1/4	93	Menor	Menor	10
	180000	Maior		180000
	10	Menor	Maior	
	11000	Maior		
3/8	156	Menor	Menor	28
	300000	Maior		300000
	28	Menor	Maior	
	55000	Maior		
1/2	400	Menor	Menor	89
	736786,68	Maior		736786,68
	89	Menor	Maior	
	176475,85	Maior		

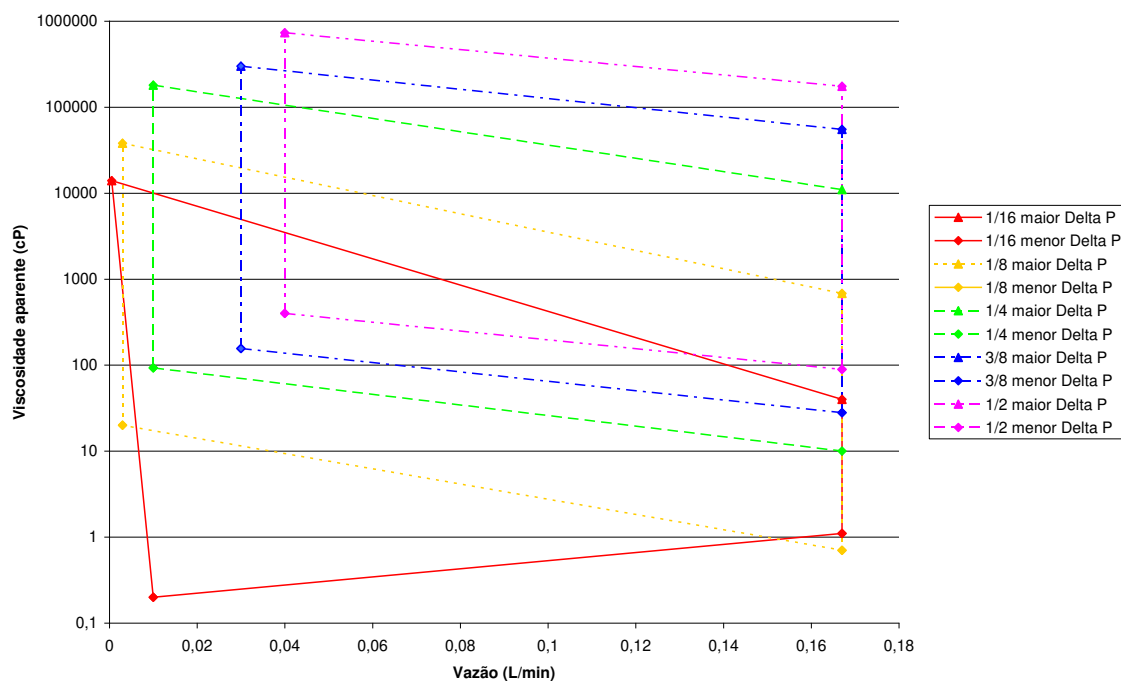


Figura 5.1. Regiões de trabalho de cada capilar

Esta figura poderia ser utilizada para, sabendo-se aproximadamente a viscosidade aparente do produto, determinar, de acordo com a vazão, qual(is) capilar(es) deveriam ser utilizados para um determinado produto. Na prática, esta escolha foi determinada conforme descrito no item 4.1.10.1.

#### 5.1.1.2. Trocador de calor

O comprimento do tubo calculado nos dois casos (inox e cobre) foi de aproximadamente 2 m.

Utilizou-se um comprimento do trocador de calor menor do que o calculado no dimensionamento, pois as vazões utilizadas inicialmente eram até  $2,5 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ , menores do que a máxima atingida pela bomba e utilizada nos cálculos.

---

### 5.1.1.3. Resistências elétricas

Então o calor necessário, segundo a Equação 04, é aproximadamente  $11 \text{ kJ.s}^{-1}$ , portanto a resistência mínima necessária é de  $11 \text{ kW}$  ( $11 \text{ kJ s}^{-1}$ ).

### 5.1.2. Construção do protótipo do equipamento

Os resultados dos cálculos para o comprimento, região de entrada e de saída de cada capilar, considerando-se 105 e 130 a relação entre comprimento e diâmetro da região de medida do capilar, 105 e 150 vezes o diâmetro interno como fator de entrada e 50 e 53 vezes o diâmetro externo como fator de saída, são apresentados na Tabela 5.4.

Tabela 5.4. Comprimento, região de entrada e de saída de cada capilar

d (polegadas)	d (cm)	$l/d$	$l$ mínimo (cm)	Fator de entrada	Fator de saída	$l$ entrada (cm)	$l$ saída (cm)
1/2	1.27	105	133.35	105	50	133.35	63.50
3/8	0.95	105	100.01	105	50	100.01	47.63
1/4	0.64	130	82.55	150	53	95.25	33.66
3/16	0.48	130	61.91	150	53	71.44	25.24
1/8	0.32	130	41.28	150	53	47.63	16.83
1/16	0.16	130	20.64	150	53	23.81	8.41

A Tabela 5.4 mostra os limites mínimos de comprimento da região de entrada, região de medida e região de saída dos tubos capilares. A partir destes valores, os capilares foram construídos respeitando-se estes limites, que são importantes para que se eliminem os efeitos de entrada e de saída, turbulências geradas pela mudança de diâmetro, de forma que ao se realizar a medida, o perfil de velocidade do produto já esteja completamente formado, o que é um requisito para a medida reológica em capilares (Steffe, 1996).

---

Foi construído, para os testes iniciais com água e óleo mineral, um capilar de cobre de 1/8" OD, 42 cm de comprimento, com entrada de 48 cm e saída de 17 cm, respeitando as relações de diâmetro e comprimento.

O diâmetro da tubulação de cobre nas regiões fora do capilar é de 5/16 polegadas OD (7,94 mm).

O sistema de aquisição de dados de temperatura utilizado nesta etapa foi o Ellab<sup>®</sup> TM 9616 (capacidade para 16 canais).

O controlador de temperatura da marca Markare<sup>®</sup>, modelo:M-400 foi instalado de forma que mede a temperatura do produto na saída do trocador de calor (antes do capilar) através de um termopar tipo T e controla (liga ou desliga) a resistência de 700 W, instalada no banho de óleo. O rele de estado sólido da marca Markare<sup>®</sup>, modelo: MKRL-100 (24-280 VAc) atua junto com o controlador de temperatura.

As demais resistências instaladas no banho de óleo eram mantidas sempre desligadas ou ligadas manualmente, de acordo com as necessidades de cada teste.

O resfriamento ocorreu através de uma serpentina de aço inox (dimensões: 6,5 m de comprimento e diâmetro 3/8" OD) imersa em banho com água corrente à temperatura ambiente.

A válvula de contra-pressão (back-pressure) da marca Teledyne<sup>®</sup>, modelo 647B – 2 - 3/4 - 22 foi instalada no final da linha para que o equipamento fosse mantido pressurizado e o produto não entrasse em ebulição.

A Figura 5.2 é um esquema da montagem do equipamento e a Figura 5.3 mostra uma visão geral do equipamento.



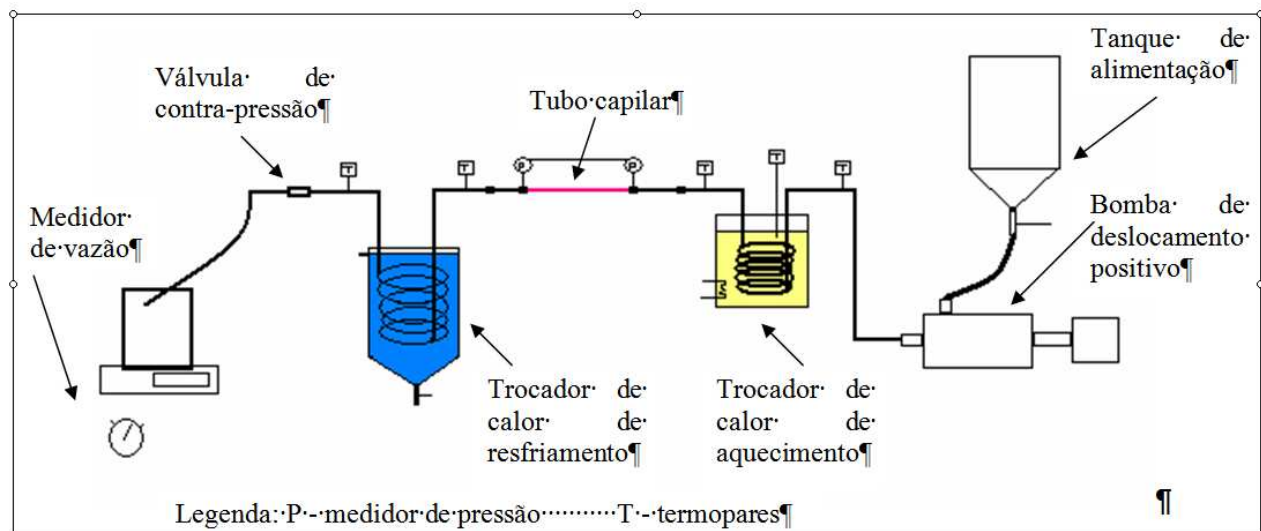


Figura 5.2. Esquema da montagem do equipamento

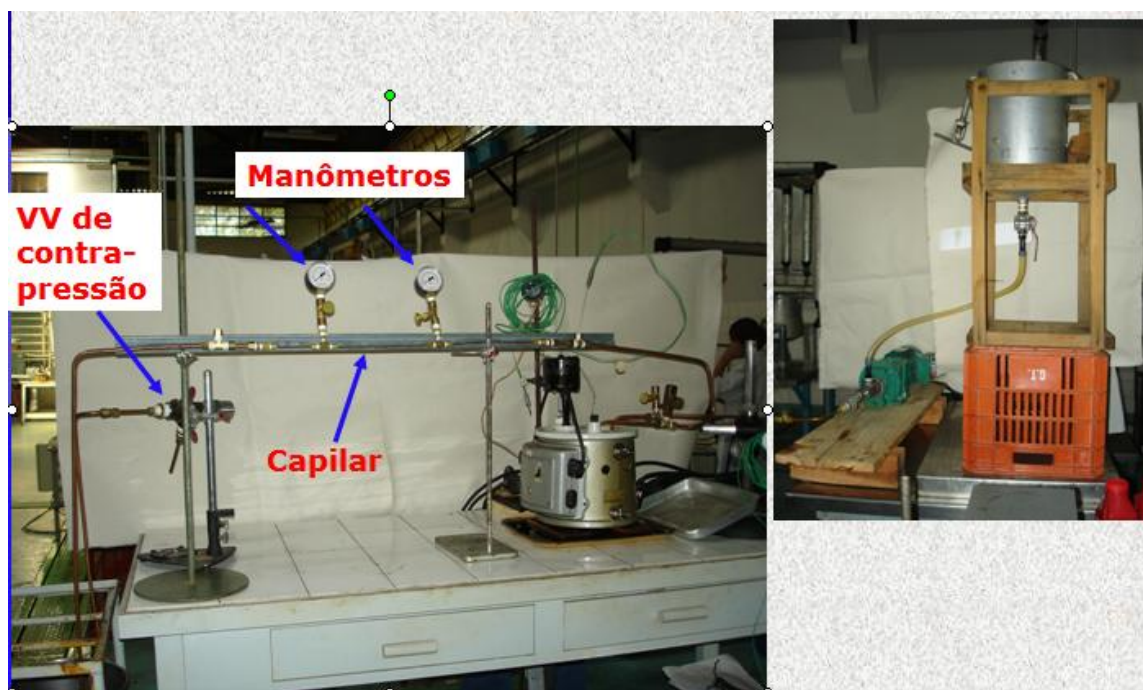


Figura 5.3. Foto do equipamento

Uma das possíveis fontes de erro é o uso de manômetros para a leitura das pressões de entrada e saída do capilar.

Na tentativa diminuir este erro, o medidor diferencial de pressão de faixa de medida 0 a 10 bar (0 a  $10 \cdot 10^5$  Pa) foi então utilizado para medir a queda de pressão nos capilares na versão intermediária do equipamento (item 4.1.4).

### 5.1.2.2. Testes preliminares com óleo como fluido modelo

O reograma obtido a partir do reômetro rotacional e a curva obtida a partir dos testes preliminares realizados com o protótipo do reômetro capilar, descritos no item 4.1.3.1, são apresentados na Figura 5.4.

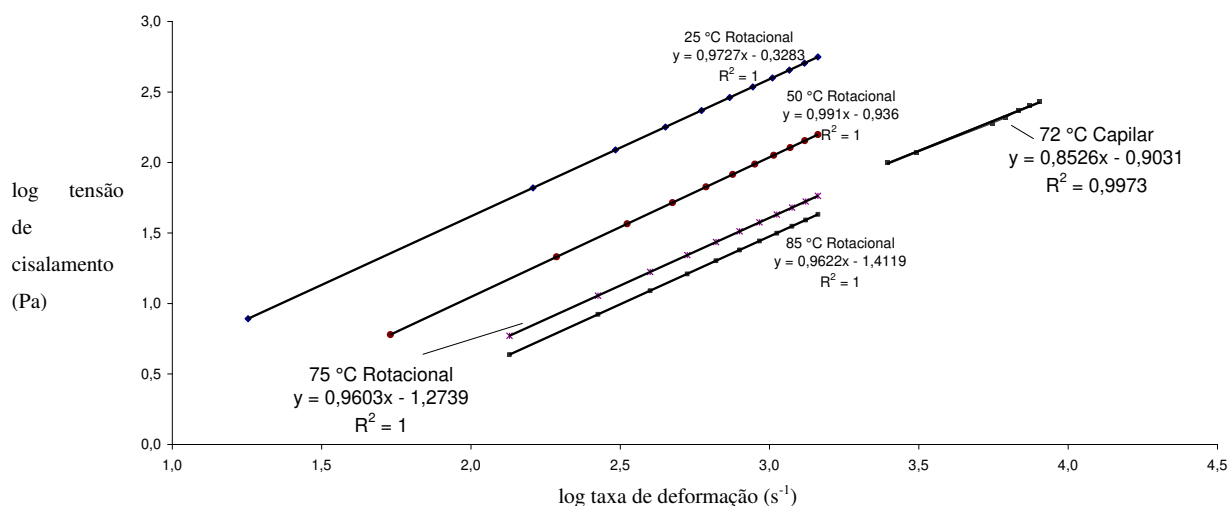


Figura 5.4. Curvas de log tensão de cisalhamento vs. log taxa de deformação para óleo mineral automotivo medidos em reômetro rotacional e reômetro capilar

A partir da Figura 5.4, observa-se que os resultados foram coerentes, a partir da análise preliminar e aproximada das inclinações das curvas obtidas e identificação

---

visual do posicionamento das curvas. Nota-se que a faixa de taxa de deformação é maior no reômetro capilar. Este teste foi um indicativo de que os resultados do equipamento estariam coerentes. Então prosseguiu-se com a montagem para se chegar à configuração definitiva. Esta então foi validada, conforme item 4.2 e 5.2.

### **5.1.3. Construção da versão intermediária do equipamento**

A medida da queda de pressão utilizando-se manômetros era imprecisa, então, os manômetros foram substituídos pelo medidor diferencial de pressão de 0 a 10 bar (0 a  $10 \cdot 10^5$  Pa) para a obtenção do valor de queda de pressão (perda de carga) ao longo dos capilares.

O equipamento gerador de microondas marca GAE: Gerling Applied Eng. Inc., modelo: GA4007A, 5800 MHz, 700W foi utilizado após o pré-aquecedor (banho de óleo), uma vez que este permite alcançar rapidamente as altas temperaturas de processo, causando baixos danos no produto por cozimento.

Diversas montagens do tubo de produto passando pelo guia de onda foram testadas até se chegar à configuração final, estas são apresentadas no Anexo 8.7.

O produto passa verticalmente através do guia de onda (região de aplicação) do equipamento gerador de microondas de baixo para cima em um tubo de Teflon<sup>®</sup> (PTFE). Este tubo foi conectado às regiões de cobre do equipamento.

O tubo de Teflon<sup>®</sup> também foi utilizado para construção de outras regiões do equipamento, devido à sua flexibilidade, disponibilidade e facilidade de montagem.

Para a conexão do tubo de PTFE, foram utilizadas conexões de latão: anilha interna de 10 mm e porca externa de ½” nominal.

As dimensões do tubo de Teflon<sup>®</sup> são:

Diâmetro interno: 9,6 mm

Diâmetro externo: 11,6 mm

### 5.1.3.1. Calibração do medidor diferencial de pressão

A Figura 5.5 apresenta a curva de calibração do medidor diferencial de pressão de faixa de trabalho de 0 a 10 bar (0 a  $10 \cdot 10^5$  Pa).

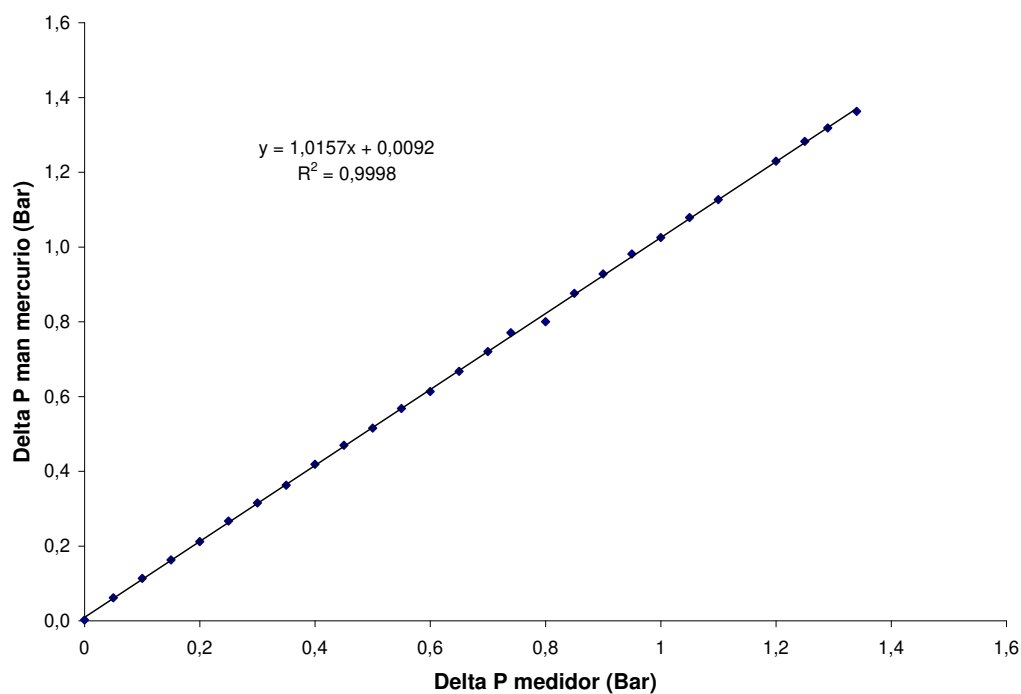


Figura 5.5. Curva de calibração do medidor diferencial de pressão

### 5.1.1. Construção de novos capilares e obtenção dos valores reais de seus diâmetros internos

Os valores reais dos diâmetros internos dos capilares de 1/8" OD, 3/16", 1/4" OD e 3/8" OD são apresentados na Tabela 5.5.

Tabela 5.5. Diâmetros internos dos capilares de cobre de 1/8" OD, 3/16", 1/4" OD e 3/8" OD

diâmetro nominal (polegada)	m água média (Kg)	desvio padrão m água (Kg)	volume água médio (m <sup>3</sup> )	d interno (m)
1/8	4.33E-04	1.53E-05	4.35E-07	1.65E-03
3/16	8.20E-03	2.52E-05	8.23E-06	3.15E-03
1/4	4.18E-03	2.31E-05	4.19E-06	4.68E-03
3/8	1.95E-02	5.51E-05	1.95E-05	7.98E-03

#### 5.1.1.1. Forma de operação do equipamento

Para a tomada de queda de pressão com o medidor diferencial de pressão, a configuração utilizada nesta etapa foi: dois tubos de teflon ligavam o ponto de tomada de pressão dos capilares às entradas do medidor diferencial. Como este medidor de pressão pode estar em contato com água, ar ou óleo, os tubos de teflon foram preenchidos com água, o meio que transmite a pressão entre as duas extremidades. Por ser um tubo longo e o produto escoar transversalmente dentro dos capilares sob a tomada de pressão, não ocorreu diluição do produto na água e não houve o risco do mesmo entrar em contato com o medidor. Para garantir a ausência de possíveis bolhas, foram colocadas na parte mais alta dos dois tubos, válvulas para eliminação de ar.

Sistemas de válvulas foram utilizados para se fazer a comutação dos capilares e da tomada de pressão sem que o experimento fosse interrompido.

A Figura 5.6 mostra uma visão geral do equipamento.

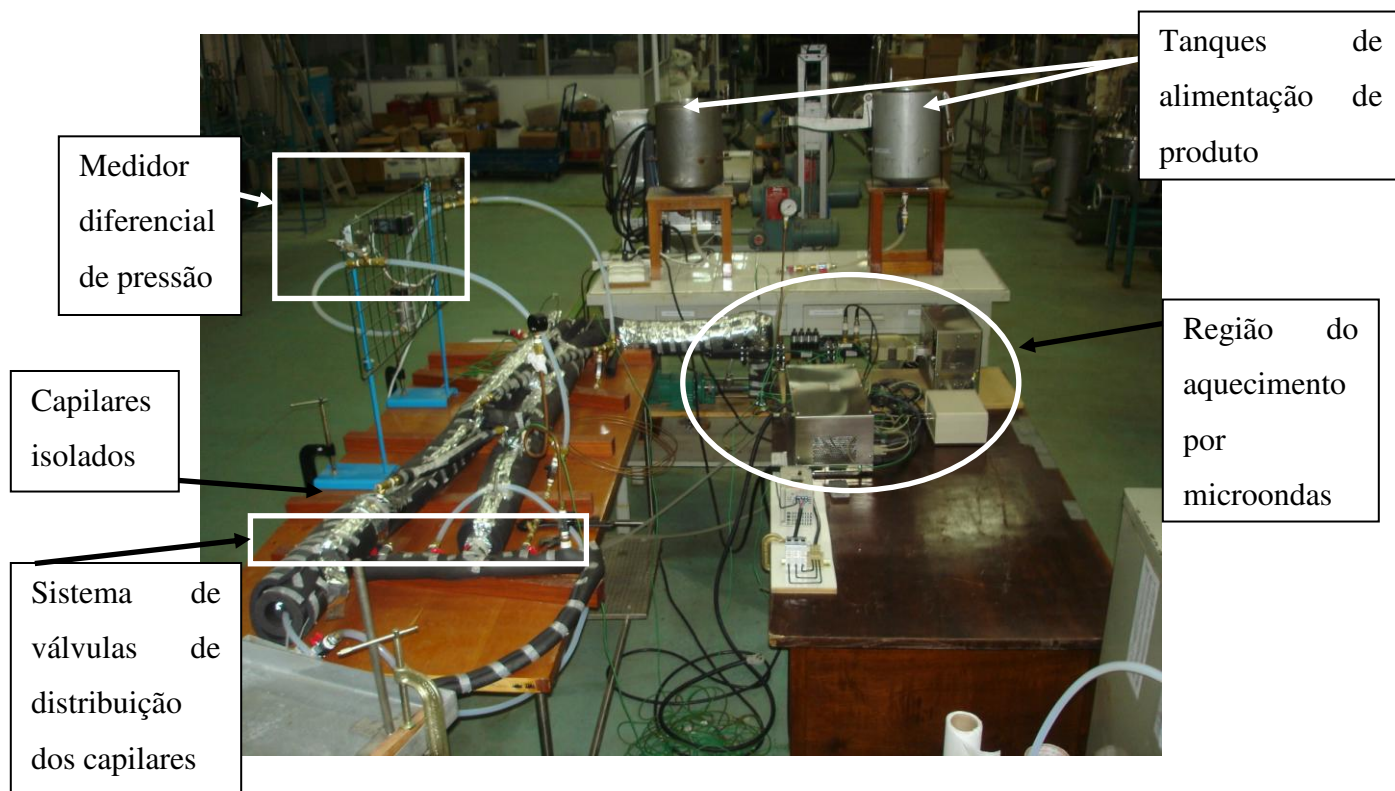


Figura 5.6. Visão geral do equipamento

O sistema de válvulas apontado é o da saída dos capilares, há um igual na entrada e também válvulas para controle de fluxo em outras regiões do equipamento e para alternar a medida de queda de pressão.

O isolamento do equipamento também pode ser visualizado na Figura 5.6.

#### 5.1.1.2. Testes preliminares com solução de sacarose como fluido modelo

O reograma obtido no reômetro rotacional, assim como a curva obtida no reômetro capilar no primeiro experimento (solução de sacarose a 64°Brix) são apresentados na Figura 5.7.

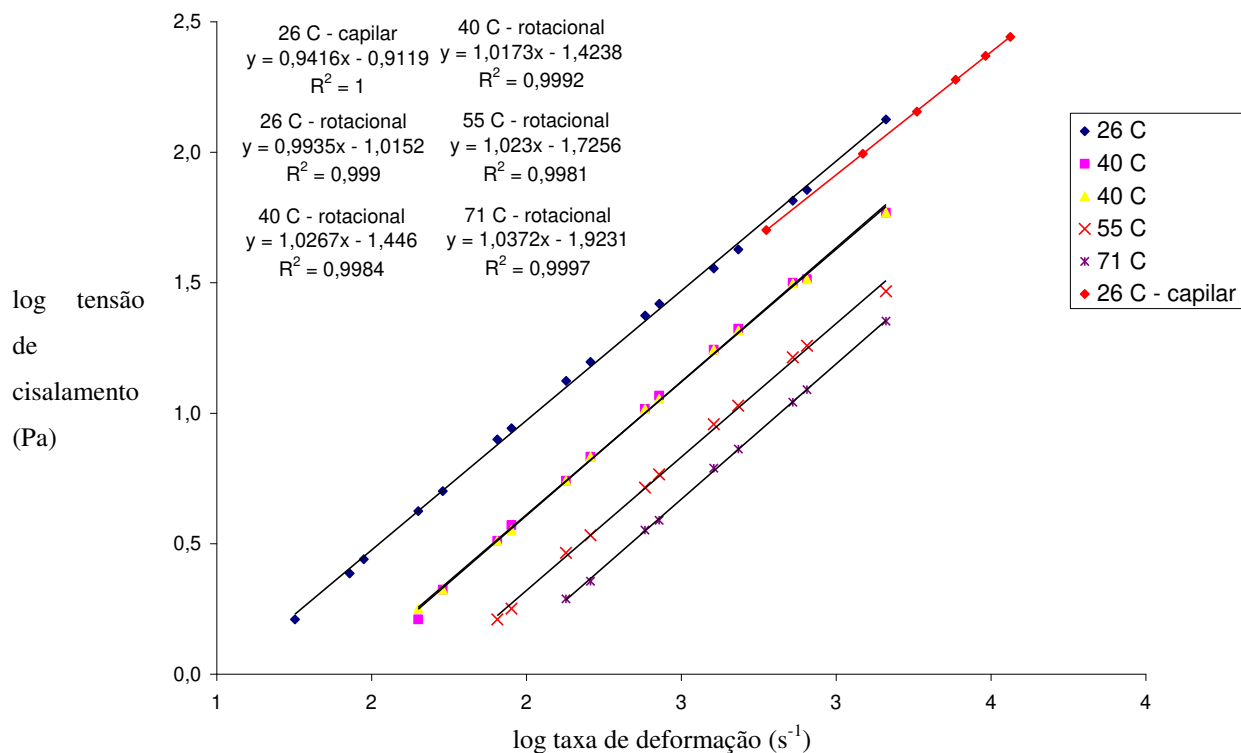


Figura 5.7. Curvas de log tensão de cisalhamento vs. log taxa de deformação para solução de sacarose a 64°Brix medidos em reômetro rotacional e reômetro capilar (primeiro experimento)

A partir de observação visual, notou-se que a inclinação das curvas obtidas a 26°C com os reômetros rotacional e capilar apresentavam desvios, foi então confirmada a medida do diâmetro interno do capilar conforme item 5.5.5 e ajustes na linha de medida da queda de pressão para prevenir possíveis erros, como micro bolhas de ar no tubo de teflon que liga o medidor de pressão às extremidades dos capilares, conforme Figura 5.6.

A Figura 5.8 apresenta o reograma obtido no reômetro rotacional, assim como as curvas obtidas no reômetro capilar no segundo experimento.

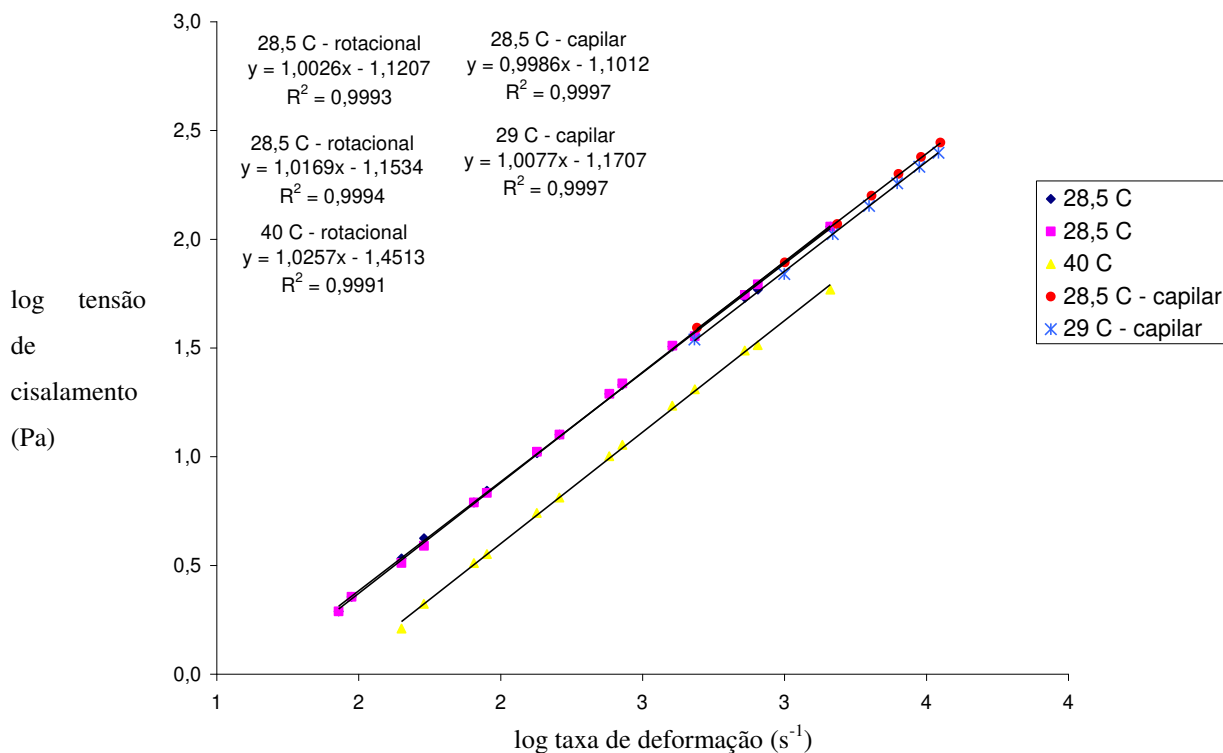


Figura 5.8. Curvas de log tensão de cisalhamento vs. log taxa de deformação para solução de sacarose a 63,5°Brix medidos em reômetro rotacional e reômetro capilar (segundo experimento)

Nestes testes preliminares, o objetivo era obter uma idéia geral da qualidade dos dados para se continuar a construção do equipamento e aperfeiçoar a montagem.

Foram feitas medidas à temperatura ambiente, pois eram etapas preliminares do equipamento, e estes testes eram apenas para um controle, para se averiguar se os resultados estavam aparentemente coerentes antes de se chegar à versão final e se realizarem os testes de validação propriamente ditos.

Os fluidos utilizados para os testes preliminares de controle foram escolhidos por serem de fácil obtenção, baixo custo e terem comportamento Newtoniano, de forma que seria facilitada uma constatação rápida e genérica de que o equipamento não estava apresentando resultados fora do esperado.



### 5.1.2. Construção da versão final do equipamento

Ao se reduzir os diâmetros dos capilares e as vazões, também por uma questão de evitar maior desgaste do equipamento, pois partes mostraram-se frágeis a pressões muito elevadas (em torno de 10 bar ( $10 \cdot 10^5$  Pa)) durante os experimentos, foi necessário o uso também do medidor diferencial de pressão na faixa de 0 a 3 bar (0 a  $3 \cdot 10^5$  Pa) para testes em pressões menores, para que não se trabalhasse em uma faixa restrita de medida do instrumento.

Nesta versão definitiva do equipamento, o medidor diferencial de pressão de faixa de 0 a 10 bar (0 a  $10 \cdot 10^5$  Pa) foi instalado para medir a pressão da entrada do tubo capilar e o de 0 a 3 bar (0 a  $3 \cdot 10^5$  Pa) foi utilizado para medir a pressão de saída, conforme mostra a Figura 5.9.



Figura 5.9. Vista da montagem dos medidores diferenciais de pressão na entrada e na saída dos capilares, ligados a linhas de entrada e de saída que interconectam os locais de medida de pressão na entrada e na saída dos capilares, respectivamente.

---

As linhas de entrada e de saída que interconectam os locais de medida de pressão na entrada e na saída dos capilares, respectivamente podem ser visualizadas na Figura 5.12.

Para controle mais preciso da pressão de saída do equipamento, foi instalado um transdutor de pressão com saída de sinal eletrônico (Danfoss<sup>®</sup>) no final da linha de distribuição dos capilares, em substituição ao manômetro utilizado anteriormente. Este pode ser visualizado na Figura 5.10.

Passou-se a utilizar também aparelhos de aquisição de dados (MyPCLab<sup>®</sup>) fixos, dedicados ao equipamento. Desta forma os testes passaram a ser mais ágeis, uma vez que o anterior (Ellab<sup>®</sup>) precisava ser instalado a cada teste e era também utilizado em outros equipamentos.

A Figura 5.11 mostra os aparelhos de aquisição de dados (MyPCLab<sup>®</sup>) fixados ao equipamento.

Com os novos aparelhos de aquisição de dados (MyPCLab<sup>®</sup>), além dos dados de temperatura, os dados de pressão também passaram a ser monitorados e gravados.

Na montagem da versão definitiva do equipamento foi instalada também outra válvula de contrapressão, de inox.

Para garantir suprimento de água sem impurezas ao equipamento, foi realizada a troca do filtro (CUNO<sup>®</sup>) de uma das linhas de água da planta e readequação da linha da planta para fornecimento direto ao equipamento.



Figura 5.10. Transdutor de pressão Danfoss® e visão dos tubos capilares ao fundo à esquerda

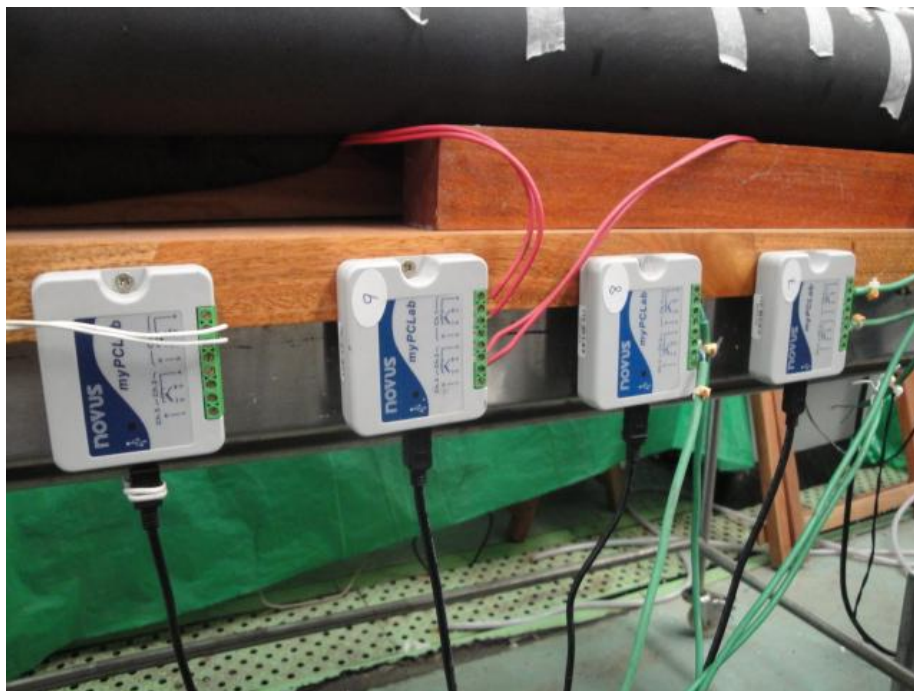


Figura 5.11. Aparelhos de aquisição de dados (MyPCLab®) fixados ao equipamento

---

#### **5.1.2.2. Construção de novos capilares e obtenção dos valores reais de seus diâmetros internos**

Dois novos capilares de inox foram construídos: 1/8" OD e 1/16"OD. Estes foram utilizados com os produtos menos viscosos e às altas temperaturas, principalmente acima de 100°C.

Realizou-se o um experimento para obtenção do real valor do diâmetro interno dos novos capilares, uma vez que uma mínima variação do diâmetro interno do capilar pode acarretar em erros significativos nos cálculos reológicos. Estes valores estão apresentados na Tabela 5.6.

Tabela 5.6. Diâmetros internos reais médios dos capilares de inox de 1/8" e 1/16" OD

D (pol) OD	D interno (mm)
1/8	2,2
1/16	0,9

#### **5.1.2.1. Isolamento térmico do equipamento**

Foram feitas alterações no isolamento de forma a evitar circulação de ar entre as camadas, foram utilizadas mais fitas adesivas metálicas para vedar totalmente regiões onde poderia passar ar e, com a fixação dos termopares e aparelhos de aquisição de dados, foi possível obter-se melhor isolamento da região de medida de temperatura, sem a necessidade de ficar sendo aberta a cada troca de capilar durante o experimento. Com este aperfeiçoamento, observou-se, através dos gradientes de temperatura registrados em testes preliminares, maior eficiência no aquecimento do produto e menor perda de calor nos capilares, principalmente às altas temperaturas, onde este é um desafio, uma vez que durante o teste o produto deve ser mantido em condições

---

isotérmicas no capilar e o gradiente de temperatura entre o ambiente e o produto pode chegar a valores altos, no caso das temperaturas acima de 100°C.

#### **5.1.2.2. Apresentação da versão final do equipamento**

A Figura 5.12 mostra uma visão geral do reômetro capilar construído.

Os tanques de produto, a bomba de deslocamento positivo Netzsch® e o variador de frequência de rotação do motor da bomba de deslocamento positivo são mostrados na Figura 5.13, Figura 5.14 e Figura 5.15, respectivamente.

Na Figura 5.14 pode-se visualizar também ao fundo o sistema de aquecimento por microondas.



Figura 5.12. Visão geral do reômetro capilar definitivo



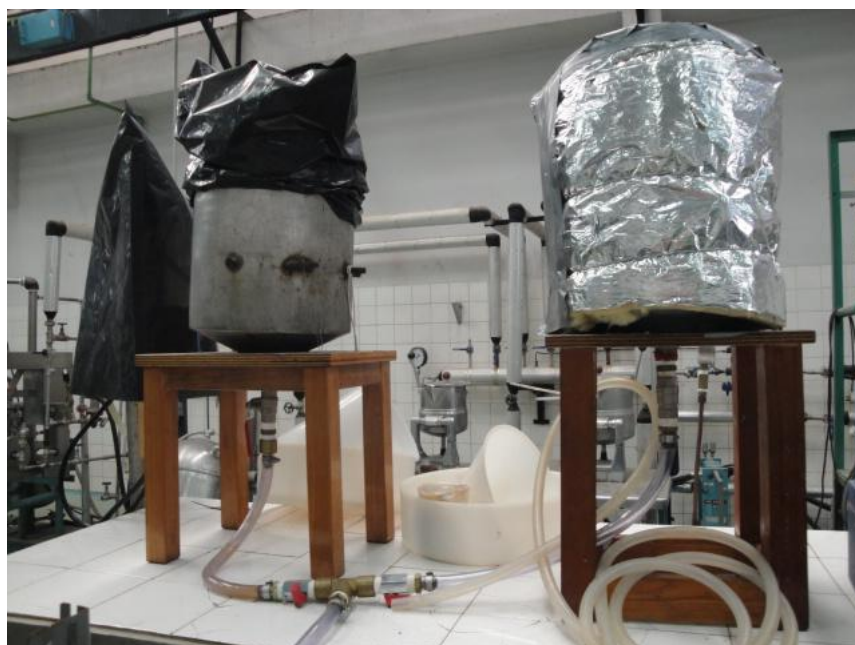


Figura 5.13. Tanques de alimentação

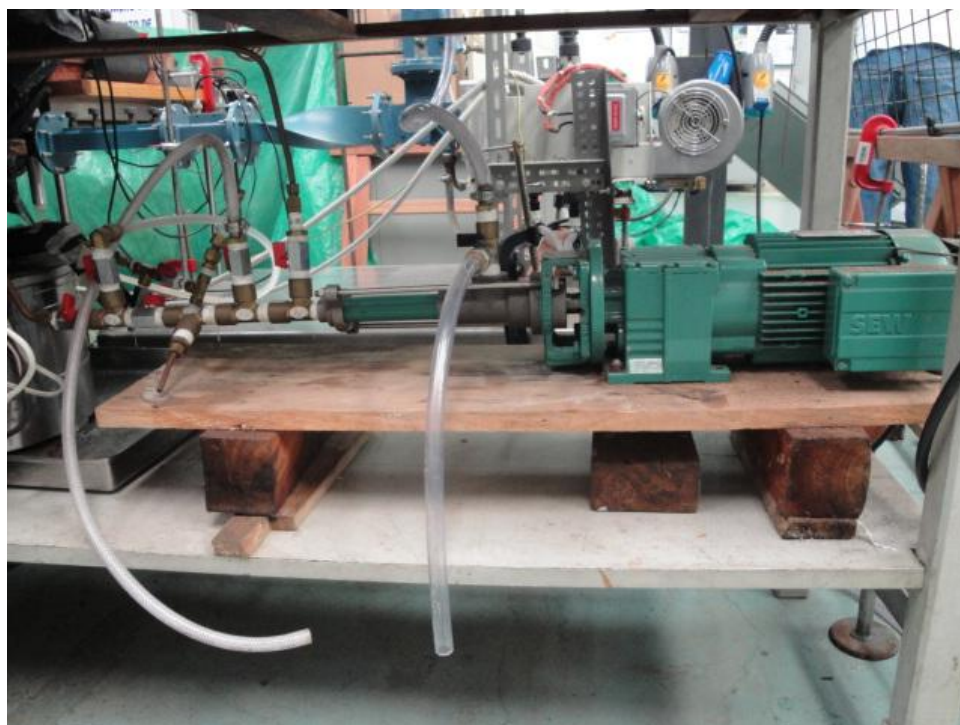


Figura 5.14. Bomba de deslocamento positivo Netzsch®



Figura 5.15. Variador de frequência de rotação do motor da bomba de deslocamento positivo

A Figura 5.16 é um esquema do reômetro capilar pressurizado construído.

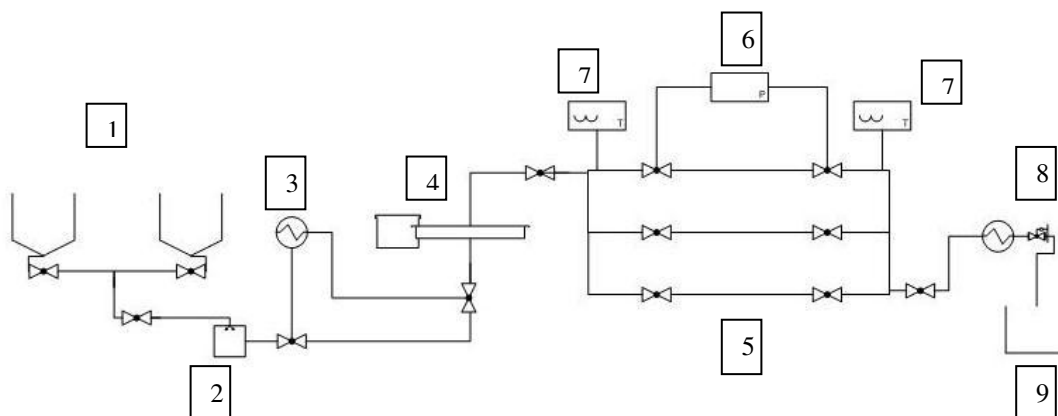


Figura 5.16. Esquema da versão final do equipamento

Onde: (1) tanques de alimentação, (2) bomba de deslocamento positivo, (3) desvio para pré-aquecedor de banho de óleo, (4) sistema de microondas, (5) capilares, (6) medidor de queda de pressão, (7) termopares, (8) válvula de contra-pressão, (9) resfriamento e recolhimento de produto.

### 5.1.3. Obtenção das curvas de vazão em função da frequência de rotação do inversor de frequência

A curva de vazão em função da frequência de rotação do inversor de frequência é apresentada na Figura 5.17.

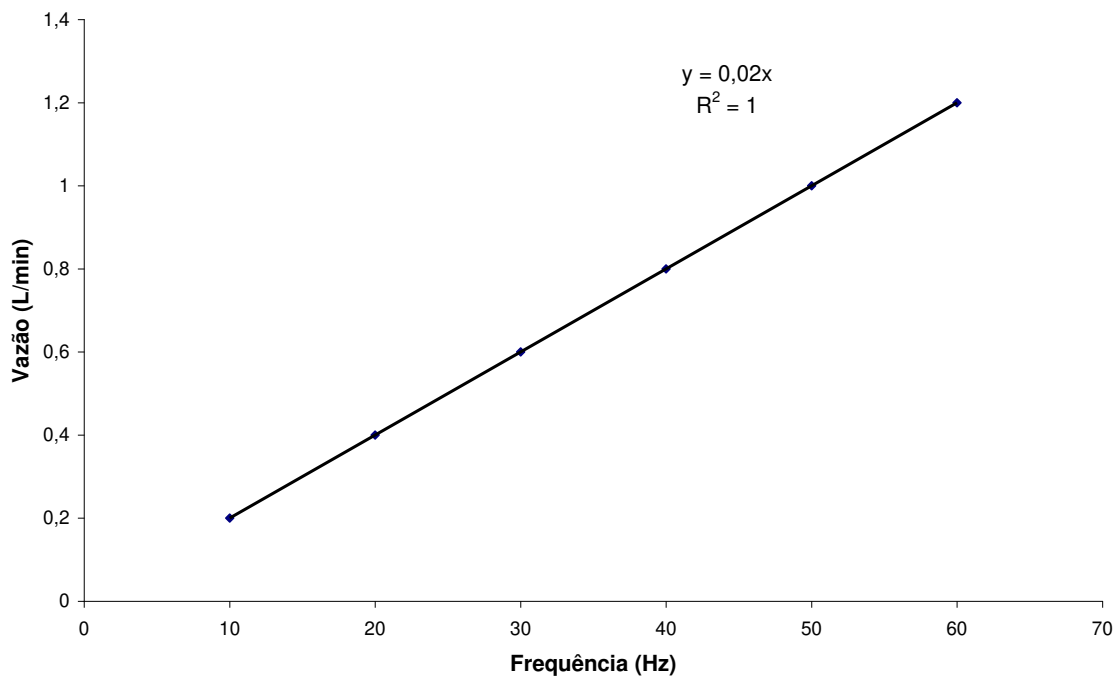


Figura 5.17. Curva e equação de calibração da vazão da bomba com a frequência de rotação

A equação de calibração obtida a partir da Figura 5.17 é:

$$\dot{Q} = 0,02 \cdot f \quad [39]$$

Onde:  $\dot{Q}$  - vazão,  $L \cdot min^{-1}$

$f$  - frequência, Hz



---

A Equação 39 foi obtida como forma de se avaliar a linearidade da vazão em relação à rotação do motor da bomba, porém a cada experimento também era feita a determinação da vazão.

#### 5.1.4. Calibração dos termopares

A Figura 5.18 apresenta as curvas de correção de cada termopar do sistema de aquisição de dados (TC1 a TC5) e também do termopar utilizado no controlador (TC control).

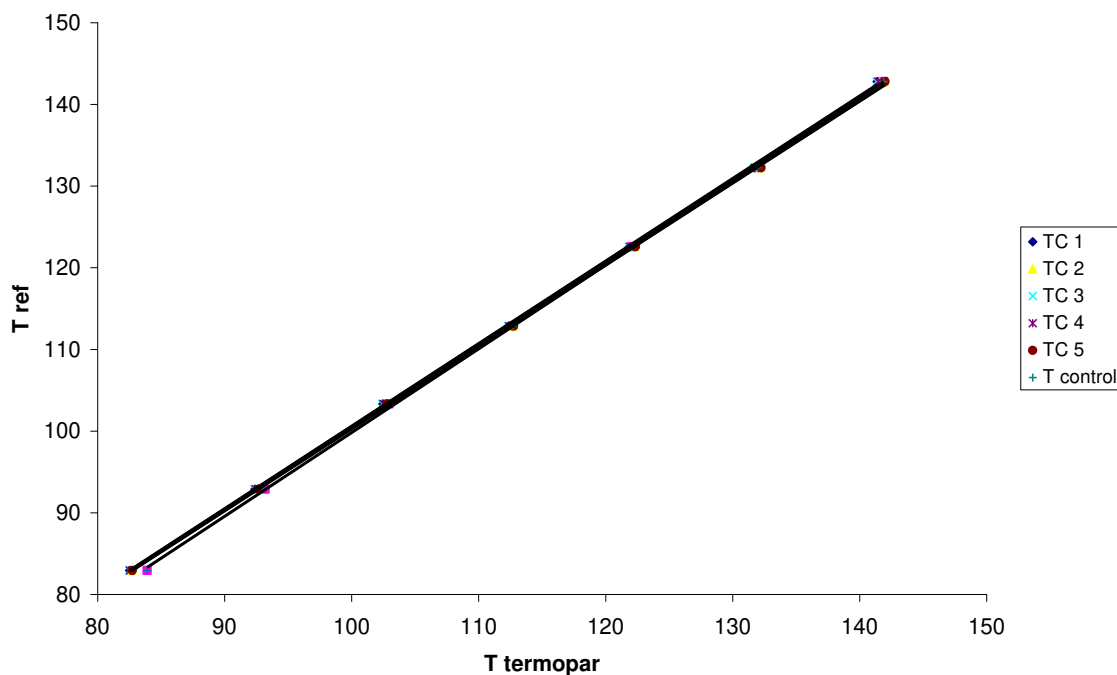


Figura 5.18. Curvas de calibração dos termopares

Na Tabela 5.7 são apresentadas as equações de calibração dos termopares.

Tabela 5.7. Equações de calibração dos termopares

Termopar	Equação de calibração	R <sup>2</sup>
TC 1	$y = 1,0105x - 0,4764$	0,9998
TC 2	$y = 1,0033x - 0,0357$	0,9998
TC 3	$y = 1,0109x - 0,4797$	0,9998
TC 4	$y = 1,0095x - 0,4206$	0,9998
TC 5	$y = 1,0035x - 0,1085$	0,9998
TC control	$y = 1,0252x - 2,7151$	0,9998

Onde: x é a temperatura do termopar (°C) e y é a temperatura de referência (°C).

## 5.2. *Análise Reológica de Solução de Sacarose a Altas Temperaturas Utilizando-se um Reômetro Capilar Pressurizado*

### 5.2.1. Ensaio reológico com o reômetro capilar e com o reômetro rotacional Brookfield

A curva de tensão de cisalhamento ( $\sigma$ ) vs. taxa de deformação ( $\dot{\gamma}$ ) para solução de sacarose a 65°Brix obtida no reômetro capilar é apresentada na Figura 5.19.

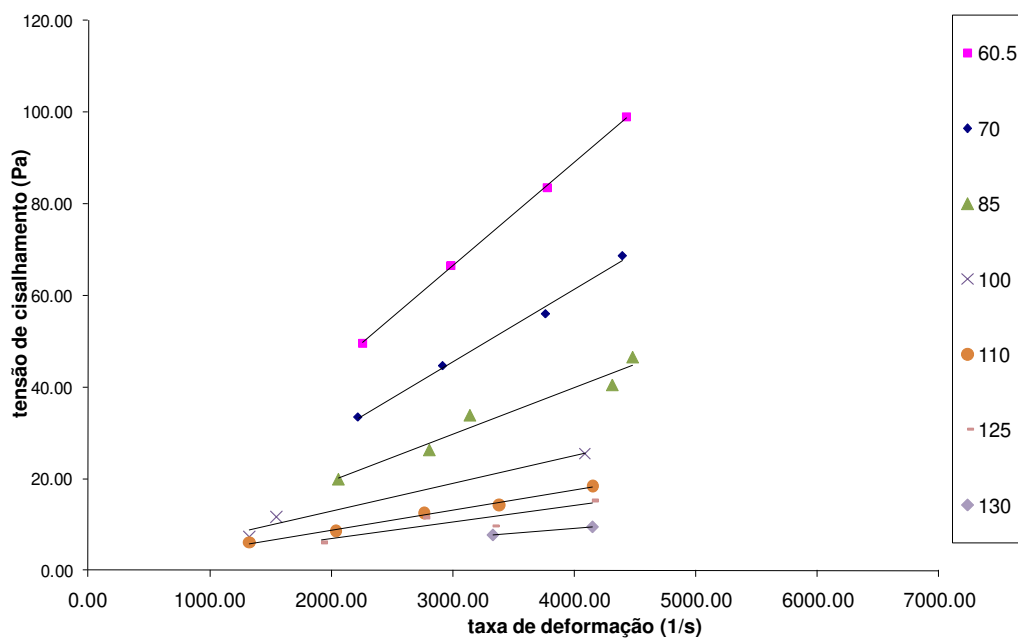


Figura 5.19. Curva de tensão de cisalhamento ( $\sigma$ ) vs. taxa de deformação ( $\dot{\gamma}$ ) para solução de sacarose a 65°Brix na faixa de temperatura de 60,5 a 130°C

Os dados do parâmetro de viscosidade do modelo Newtoniano obtidos a partir de ensaio com o reômetro capilar e com o Brookfield são apresentados na Tabela 5.8 e na Tabela 5.9, respectivamente.

Tabela 5.8. Parâmetro de viscosidade do modelo Newtoniano para solução de sacarose a 65°Brix a partir de ensaio realizado no reômetro capilar

T	Viscosidade (Pa s)	R <sup>2</sup>
60,5	0,022	1,000
70	0,015	0,994
85	0,010	0,957
100	0,006	0,975
110	0,004	0,993
125	0,003	0,816
130	0,002	1,000

Tabela 5.9. Parâmetro de viscosidade do modelo Newtoniano para solução de sacarose a 65°Brix a partir de ensaio realizado no reômetro rotacional Brookfield

T (°C)	Viscosidade (Pa s)	R <sup>2</sup>
30	0.071	1,000
45	0.039	0,995
60	0.022	0,998
75	0.011	0,998
87	0.009	0,983

As tabelas 5.10 e 5.11 apresentam dados de duas referências. A Referência 1 (Tabela 5.10) (Chen & Chou) apresenta dados de solução de sacarose a 65°Brix, já a Referência 2 (Tabela 5.11) (Quintas *et al.*, 2006) apresenta dados de solução de sacarose a 69,67°Brix. Os dados da Referência 2 são a uma concentração maior e para uma solução já supersaturada, mas apresentados a título de comparação.

---

Tabela 5.10. Viscosidade de solução de sacarose a 65°Brix (Chen & Chou, 1993)

T (°C)	Viscosidade (Pa s)
20	0.147
30	0.077
40	0.044
50	0.028
60	0.018
70	0.012
80	0.009

Tabela 5.11. Viscosidade de solução de sacarose a 69,67°Brix (Quintas *et al.*, 2006)

T (°C)	Viscosidade (Pa s)
40	0.177
60	0.102
80	0.054

Para análise do efeito da temperatura, utilizou-se o modelo de Arrhenius para dados experimentais e da literatura. A Figura 5.20 e a Tabela 5.12 mostram os dados comparativos.

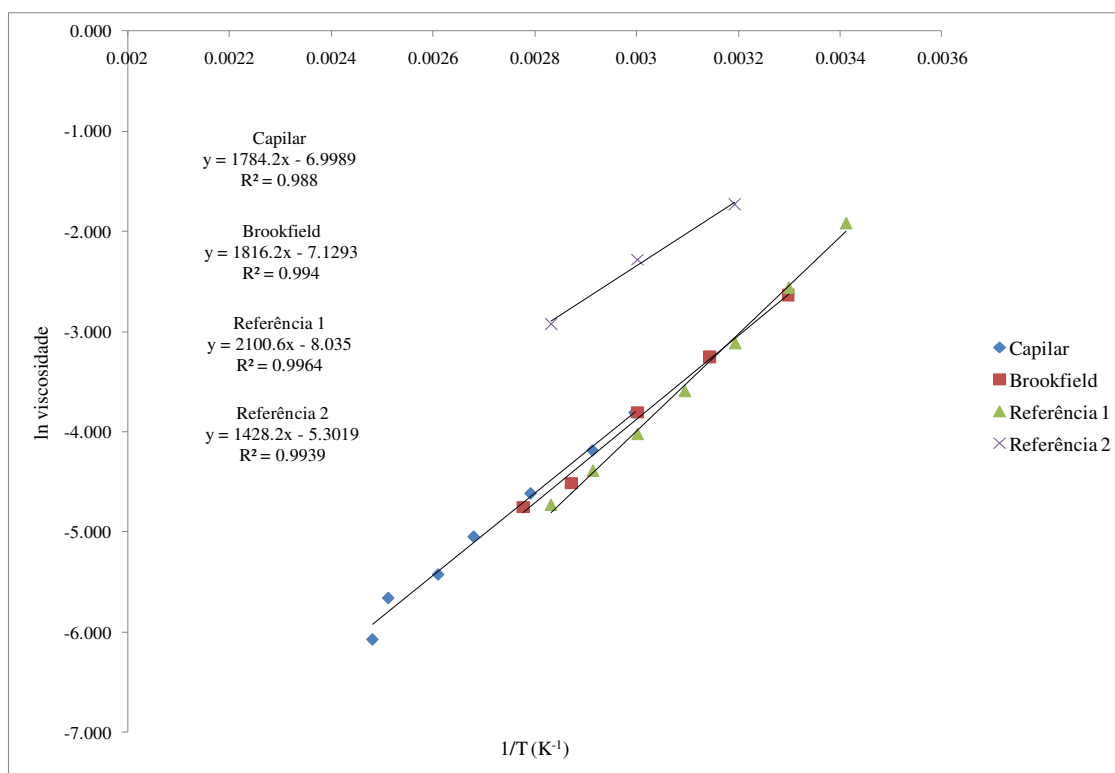


Figura 5.20. Curvas de  $\log \eta_a$  vs.  $1/T$  para solução de sacarose a 65°Brix a temperaturas abaixo e acima de 100°C

A Figura 5.12 apresenta os valores de energia de ativação do modelo de Arrhenius para as quatro fontes de dados descritas acima.

Tabela 5.12. Valores de energia de ativação para soluções de sacarose

Fonte	°Brix	$E_a$ (J mol <sup>-1</sup> )
Capilar	65	14833.84
Brookfield	65	15099.89
Referência 1	65	17464.39
Referência 2	69.97	11874.05

---

Pela análise dos dados, percebe-se que os resultados experimentais obtidos com o reômetro rotacional e com o reômetro capilar são similares. Em comparação com os dados da Referência 1, que tem uma mesma concentração da solução estudada, há um desvio maior no valor da energia de ativação.

A partir da Figura 5.20, não se observa mudança na tendência de Arrhenius do comportamento reológico acima de 100°C.

### ***5.3. Análise Reológica de Purê de Banana a Altas Temperaturas Utilizando-se um Reômetro Capilar Pressurizado***

#### **5.3.1. Testes preliminares com purê de banana**

Os reogramas obtidos a partir dos testes preliminares de análise do efeito do tratamento térmico do purê de banana no comportamento reológico são apresentados nas Figuras 5.21 a 5.24.

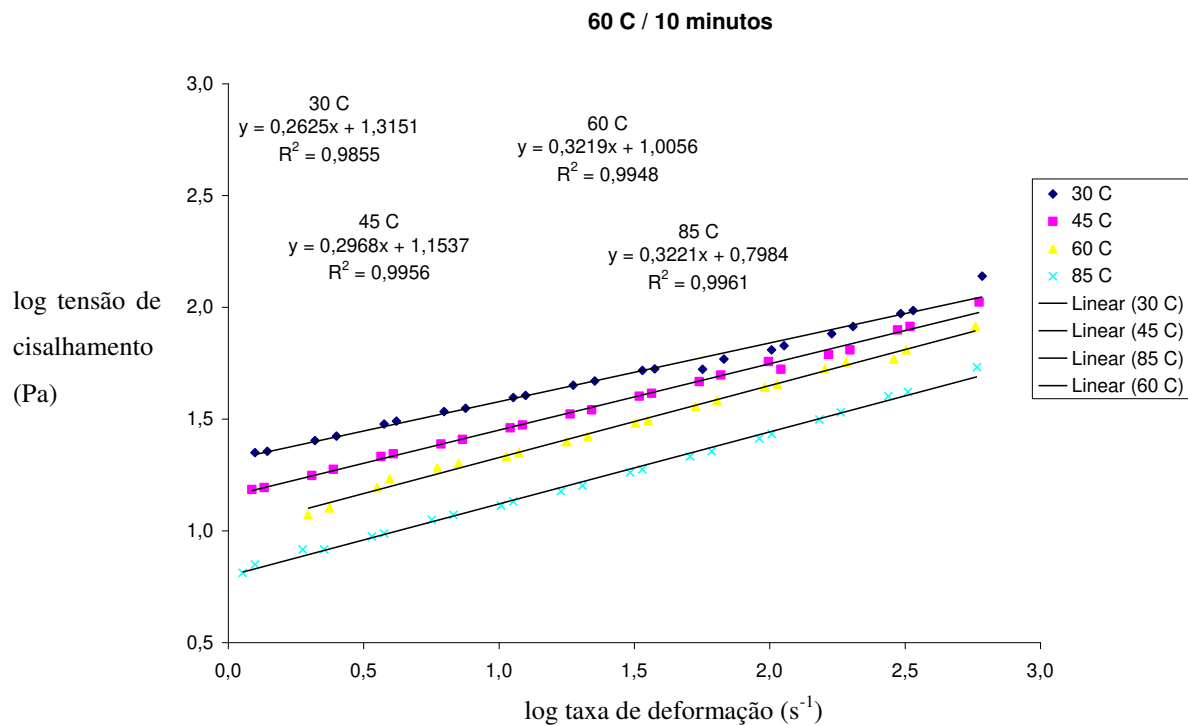


Figura 5.21. Reograma do purê de banana tratado a 60°C por 10 minutos

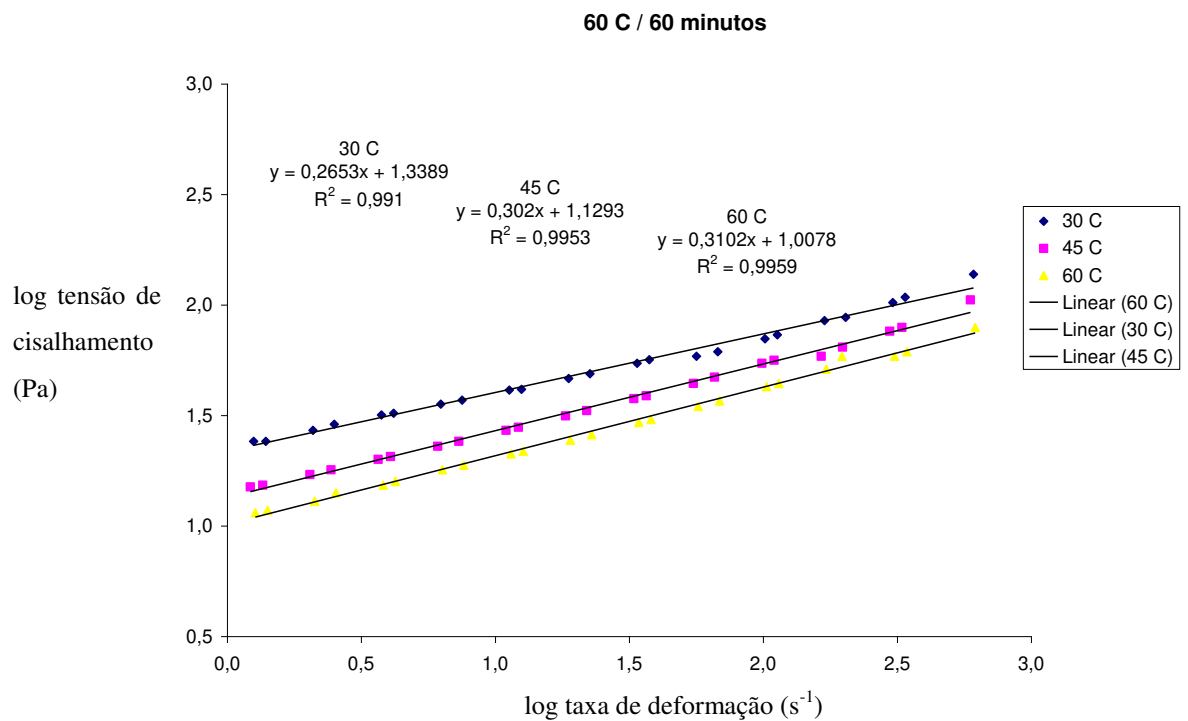


Figura 5.22. Reograma do purê de banana tratado a 60°C por 60 minutos



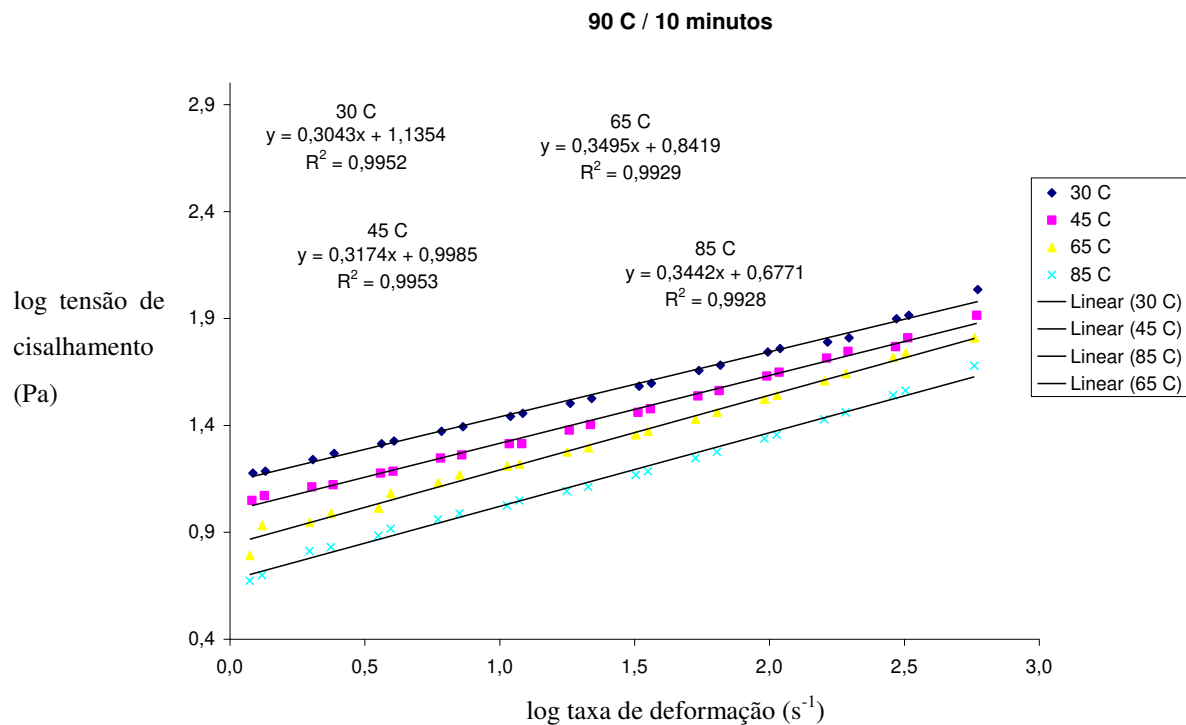


Figura 5.23. Reograma do purê de banana tratado a 90°C por 10 minutos

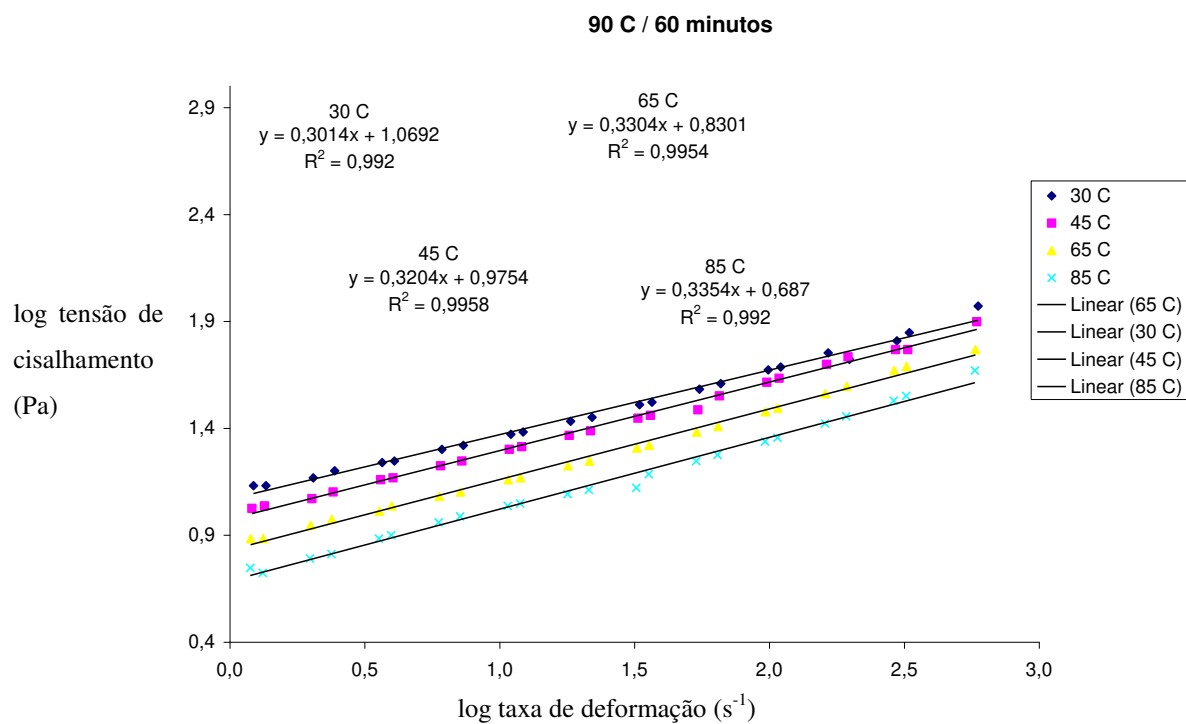


Figura 5.24. Reograma do purê de banana tratado a 90°C por 60 minutos

---

As Tabelas 5.13 a 5.14 apresentam os valores de índice de comportamento (n) e coeficiente de consistência (K).

Tabela 5.13. Valores de n e K para purês de banana tratados a 60°C por 10 e 60 minutos

T (°C)	60C / 10 min		60C / 60 min	
	n (s <sup>-1</sup> )	K (Pa s <sup>n</sup> )	n (s <sup>-1</sup> )	K (Pa s <sup>n</sup> )
30	0.261	20.816	0.263	22.056
45	0.295	14.342	0.299	13.635
60	0.352	8.927	0.306	10.375
85	0.323	6.267	0.341	6.106

Tabela 5.14. Valores de n e K para purês de banana tratados a 90°C por 10 e 60 minutos

T (°C)	90 C / 10 min		90C / 60 min	
	n (s <sup>-1</sup> )	K (Pa s <sup>n</sup> )	n (s <sup>-1</sup> )	K (Pa s <sup>n</sup> )
30	0.301	13.849	0.295	12.043
45	0.315	10.076	0.315	9.681
65	0.349	6.949	0.334	6.651
85	0.353	4.583	0.342	4.731

Ditchfield *et al.* (2004) apresentou valores de K e n menores do que os encontrados neste experimento, com valores de n em torno de 0,1 para as mesmas temperaturas de ensaio.

Observa-se que, para uma mesma temperatura, os resultados foram equivalentes para os diferentes tempos. Já entre as temperaturas observa-se que houve diferença significativa do comportamento reológico entre os purês tratados a 60°C e a 90°C. Provavelmente houve quebra da estrutura do purê com o tratamento térmico mais intenso.

O purê utilizado já havia passado pelo processo de esterilização na indústria processadora e estava já estocado por alguns meses, portanto outras alterações devido a

tratamento térmico, como gelatinização do amido, que poderiam ser observadas, provavelmente já haviam ocorrido durante o tratamento térmico.

### 5.3.2. Análise reológica utilizando-se reômetro capilar pressurizado

A curva de log da tensão de cisalhamento ( $\log \sigma$ ) vs. log da taxa de deformação ( $\log \dot{\gamma}$ ) obtida no reômetro capilar é apresentada na Figura 5.25.

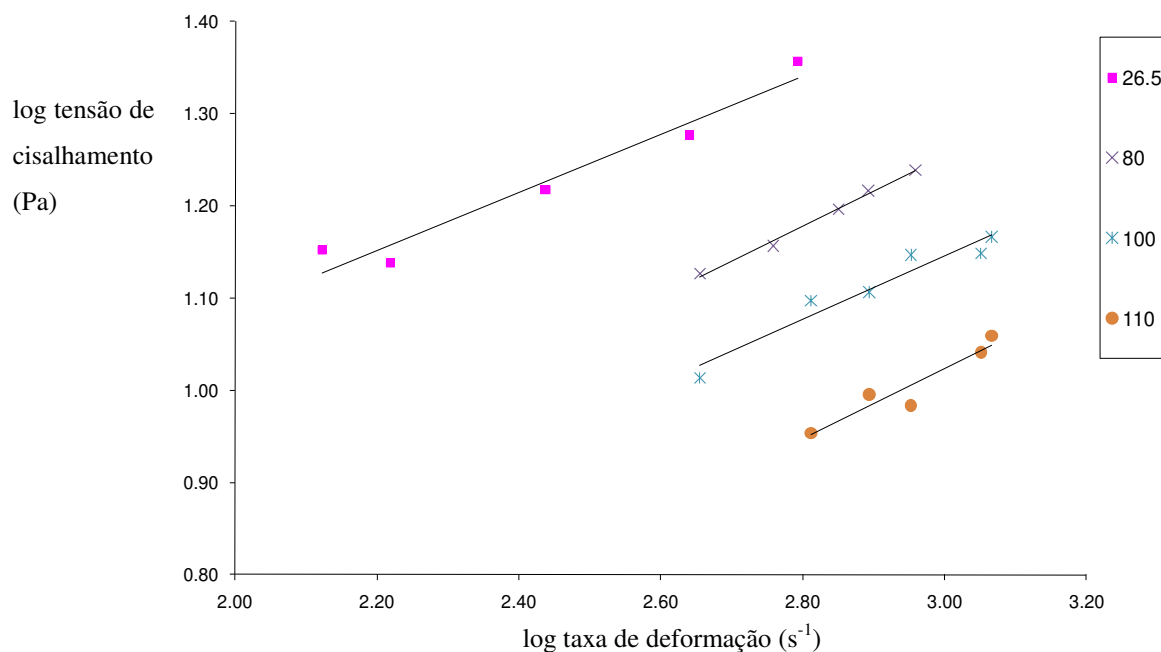


Figura 5.25. Curva de log da tensão de cisalhamento ( $\log \sigma$ ) vs. log da taxa de deformação ( $\log \dot{\gamma}$ ) para purê de banana na faixa de temperatura de 26,5 a 110°C

---

Os parâmetros do modelo de Lei da Potência são apresentados na Tabela 5.15.

Tabela 5.15. Parâmetros do modelo de Lei da Potência para purê de banana

T	K (Pa s <sup>n</sup> )	n	R <sup>2</sup>
26,5	2,87	0,315	0,952
80	1,98	0,380	0,993
100	1,58	0,346	0,935
110	1,19	0,382	0,898

Os valores do índice de comportamento do fluido ( $n$ ) confirmam que o produto tem comportamento pseudoplástico. Em algumas referências citou-se a existência de tensão inicial de escoamento (Guerrero & Alzamora, 1997; Ditchfield *et al.*, 2004) (modelo de Hershel-Buckley), porém muito variável. No caso do presente trabalho não foi possível determinar este valor, devido à faixa de vazão utilizada.

Os valores de  $K$  e  $n$  diferiram dos valores encontrados por Guerrero & Alzamora (1997) e Ditchfield *et al.* (2004). Essas diferenças podem ser por causa das características do produto e também por seu histórico, como o produto ter ficado refrigerado antes de ser medido, podendo ter contribuído para uma pequena “geleificação” (structure buildup) do purê.

A Figura 5.26 apresenta curvas de log de viscosidade aparente ( $\eta_a$ ) vs.  $1/T$  para purê de banana a temperaturas abaixo e acima de 100°C a uma taxa de deformação de 630.96 s<sup>-1</sup>.

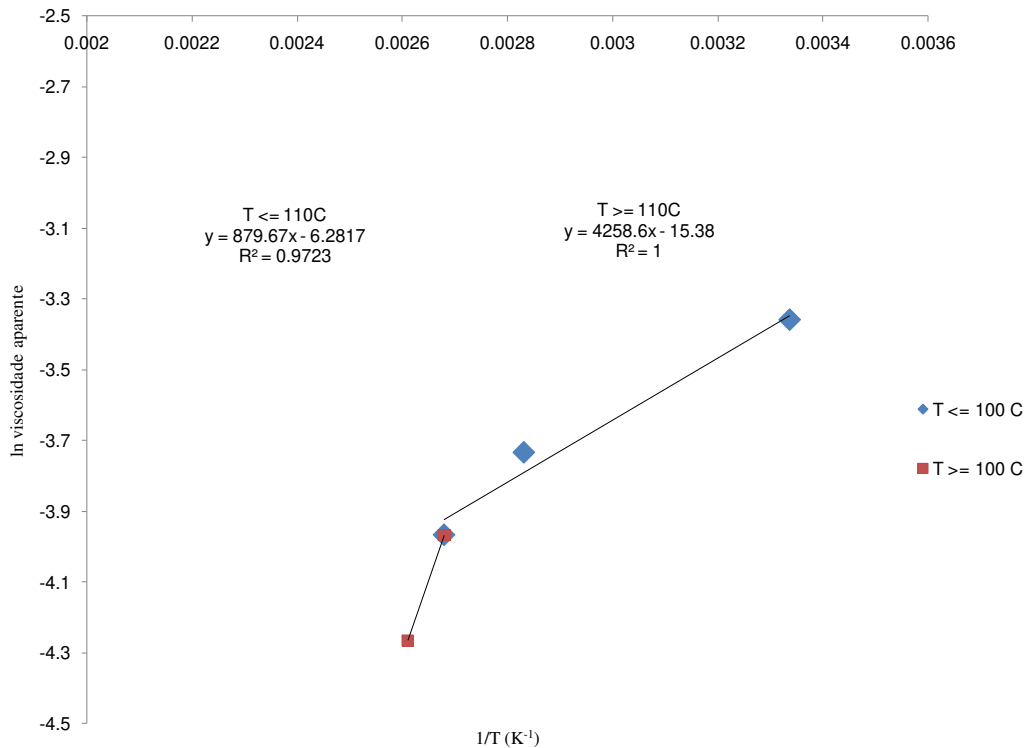


Figura 5.26. Curvas de log de viscosidade aparente ( $\eta_a$ ) vs.  $1/T$  para purê de banana a temperaturas abaixo e acima de  $100^\circ\text{C}$  a uma taxa de deformação de  $630.96\text{ s}^{-1}$

Devido às diferentes faixas de taxa de deformação em cada temperatura e para não extrapolar as faixas estudadas, somente foi possível a avaliação à taxa de deformação de  $630.96\text{ s}^{-1}$ .

Pela análise da Figura 5.26, destaca-se a mudança de inclinação das curvas no ponto de  $100^\circ\text{C}$ , o que evidencia a hipótese de que extrapolações da equação de Arrhenius para valores acima de  $100^\circ\text{C}$  podem levar a resultados inesperados. Como só há um ponto acima de  $100^\circ\text{C}$ , estes dados mostram uma possível evidência, mas seriam necessários mais ensaios a outras temperaturas acima de  $100^\circ\text{C}$  para se confirmar este fenômeno.

Ditchfield *et al.* (2004) também apresentou curvas que correlacionam a viscosidade aparente com a temperatura. Apresentou curvas a  $10$ ,  $100$ ,  $300$  e  $600\text{ s}^{-1}$ .

---

Para temperaturas acima de 100°C, houve uma diminuição drástica da viscosidade aparente em torno de 110°C e, em seguida, um aumento novamente, provavelmente devido a modificações estruturais do amido. Portanto seria interessante estudar mais temperaturas acima de 100°C no reômetro capilar para se ter resultados mais conclusivos.

#### ***5.4. Otimização do tratamento térmico de produtos fluidos: caso purê de banana***

O purê de banana obtido tinha 23°Brix e parâmetros de cor  $L^*$ ,  $a^*$   $b^*$  com valores de 60,78; -5,48 e 21,74, respectivamente.

O parâmetro estudado para a cinética neste caso foi o  $L^*$ . Porém percebeu-se que, além da diminuição do valor de  $L^*$ , houve diminuição da cor amarela e aumento da cor vermelha, com o aumento da intensidade do tratamento térmico.

As Figuras 5.27 e 5.28 apresentam as curvas de  $\log L^*$  vs. tempo para cada temperatura e de  $\log$  tempo vs. temperatura para o valor aceitável de  $L^*$  de 56,20 ( $\log L^* = 1,75$ ), segundo contato com fornecedor N&N Polpas®, respectivamente. A Figura 5.28 apresenta ainda a curva de  $F_0 = 3$  min para *Clostridium Botulinum* e a região ótima de tratamento térmico para este purê de banana, minimizando o escurecimento.

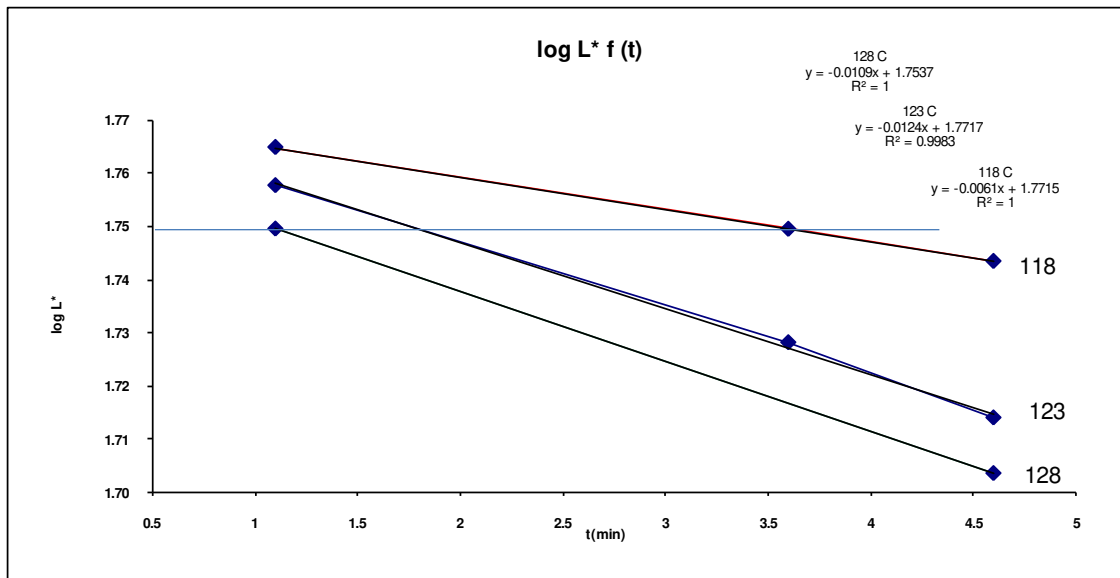


Figura 5.27.  $\log L^*$  vs. tempo para cada temperatura

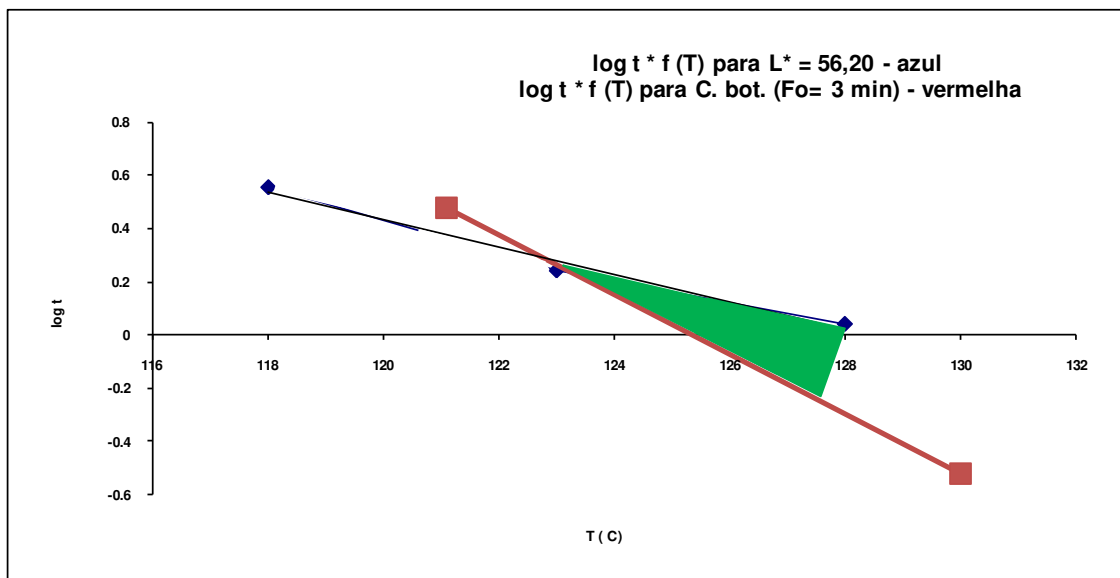


Figura 5.28.  $\log$  tempo vs. temperatura para  $L^*$  de 56,20, curva de  $F_0 = 3$  min para *Clostridium Botulinum* e região ótima de tratamento térmico (verde)

Para o purê de banana estudado, foi possível a obtenção da região ótima de tratamento térmico que minimiza o escurecimento ao nível desejado segundo o

---

fornecedor N&N Polpas<sup>®</sup>, assegurando segurança microbiológica. Segundo a Figura 5.28, esta região compreende temperaturas de tratamento térmico acima de 123°C e tempos abaixo de 2 minutos.



---

## 6. CONCLUSÕES

Foi possível a construção do equipamento (reômetro capilar pressurizado e reator contínuo). Foram feitos testes reológicos com o equipamento a temperatura ambiente e seus resultados comparados com dados obtidos no reômetro rotacional, utilizando-se óleo mineral e solução de sacarose. Os resultados foram satisfatórios para um controle de qualidade ao longo da montagem.

Utilizando-se o equipamento construído foi possível atingir-se temperaturas de tratamento térmico acima de 100°C de forma rápida, devido ao aquecimento por microondas, e sem que o produto entrasse em ebulição, uma vez que o sistema estava pressurizado.

Foi possível realizar análise reológica com a solução de sacarose a altas temperaturas utilizando-se o reômetro capilar construído. Os resultados mostraram que o fluido tem comportamento newtoniano, como esperado. A análise da influência da temperatura mostrou que o produto não sofre alterações no comportamento reológico acima de 100°C e continua seguindo a tendência da lei de Arrhenius. Os dados permitiram validar o equipamento, além de contribuírem para a literatura.

Os testes preliminares com o purê de banana mostraram que o produto sofre alterações no comportamento reológico quando submetido a diferentes tempos e temperaturas de tratamento térmico e que o intervalo de tempo para essa ocorrência é curto. Observa-se que, para uma mesma temperatura, os resultados foram equivalentes para os diferentes tempos. Já entre as temperaturas observa-se que houve diferença significativa do comportamento reológico entre os purês tratados a 60°C e a 90°C.

Foi possível realizar análise reológica com o purê de banana a altas temperaturas utilizando-se o reômetro capilar construído. Os resultados mostraram que o fluido tem comportamento pseudoplástico, como esperado e também evidenciaram que a história térmica do produto tem influência no comportamento reológico e que a

---

caracterização de produtos quanto à formulação e forma de produção não deve ser desprezada.

A análise da influência da temperatura nas características reológicas do purê de banana mostrou um indicativo de que o produto sofre transformações acima de 100°C, evidenciando a importância de se saber as propriedades reológicas do produto na temperatura de processo para os cálculos de dimensionamento de tratamento térmico.

A partir dos dados de cor obtidos e dos valores cinéticos D e Z para *Clostridium Botulinum* foi possível encontrar a região ótima de tratamento térmico para este produto, garantindo a segurança e reduzindo os danos térmicos no parâmetro de qualidade estudado em questão, cor  $L^*$  (escurecimento).

Foi possível, portanto, demonstrar o conceito HTST para obtenção de produtos seguros e com maior qualidade. Além disso, foi possível desenvolver e aperfeiçoar uma metodologia para encontrar a faixa ótima de trabalho (tempo e temperatura) para o produto (purê de banana) e parâmetro de qualidade (escurecimento) estudados. Esta metodologia tem potencial para ser aplicada para outros produtos e parâmetros.

Com relação ao estudo da preparação de soluções-modelo de CMC (Anexo 8.1), percebeu-se, através dos testes realizados, que as variáveis envolvidas na preparação (tempo de agitação, forma de dispersão, temperatura, tempo de estocagem) têm grande influência no comportamento reológico dos fluidos. Este é, portanto, um indicativo de que o histórico da preparação é importante ao se utilizar CMC como solução-modelo, e não apenas sua concentração. Estudos subsequentes e sistemáticos são necessários para se definir de forma mais precisa o grau de influência de cada uma destas variáveis.

---

## **6.1.      *Contribuição para o conhecimento***

Desenvolvimento de um reômetro capilar pressurizado, com detalhamento das etapas e dificuldades encontradas, que pode seguir como guia para construção de outros equipamentos similares;

Apresentação de dados reológicos de solução de sacarose a 64°Brix na faixa de temperatura de 60,5 a 130°C;

Favorecimento da análise crítica no preparo de soluções para medidas reológicas;

Demonstração da aplicação e possibilidade de uso do reômetro capilar e reator contínuo, assim como da teoria cinética, para a melhoria de produtos e processos de tratamento térmico.

## **6.2.      *Sugestões para Trabalhos Futuros***

Estudar o equipamento construído também com soluções-modelo não-Newtonianas;

Realização de mais ensaios com soluções-modelo para reconfirmar a validação do equipamento;

Realização de ensaios com purê de banana a diversas temperaturas acima de 100°C;

Estudar com mais sistematização o preparo de soluções-modelo de CMC;

Estudar o efeito da pressão de saída do sistema nos resultados reológicos;

Comparar valores cinéticos obtidos com o aquecimento contínuo por microondas com valores obtidos de ensaios realizados de forma tradicional, como tubo de ensaio ou tubo capilar.

---

## 7. Referências Bibliográficas

- Abdelrahim, K., Ramaswamy, H., (1995) High temperature/pressure rheology of carboxymethyl cellulose (CMC). *Food Research International* 28, 285-290.
- Ahmed, J., Ramaswamy, H.S., (2006) Viscoelastic and thermal characteristics of vegetable puree based baby foods. *Journal of Food Process Engineering* 29, 219-233.
- Ahmed, J., Shivhare, U., Raghavan, G., (2000) Rheological characteristics and kinetics of colour degradation of green chilli puree. *Journal of Food Engineering* 44, 239-244.
- Atkins, P., *Physical chemistry*. (1994) Oxford University Press, Oxford.
- Aurore, G., Parfait, B., Fahrasmane, L., (2009) Bananas, raw materials for making processed food products. *Trends in Food Science & Technology* 20, 78-91.
- Avila, I., Silva, C., (1999) Modelling kinetics of thermal degradation of colour in peach puree. *Journal of Food Engineering* 39, 161-166.
- Barreiro, J., Milano, M., Sandoval, A., (1997) Kinetics of colour change of double concentrated tomato paste during thermal treatment. *Journal of Food Engineering* 33, 359-371.
- Bello-Pérez, L.A., Agama-Acevedo, E., Sáyago-Ayerdi, S.G., Moreno-Damian, E., Figueroa, J., (2000) Some structural, physicochemical and functional studies of banana starches isolated from two varieties growing in Guerrero, Mexico. *Starch-Stärke* 52, 68-73.

- 
- Benchabane, A.; Bekkour K. (2008) Rheological properties of carboxymethyl cellulose (CMC) solutions. *Colloid. Polimer Sci.* 286, 1173-118
- Berto, M. I., Vitali, A. A. (2008) Controle em tempo real em um processo de esterilização convencional. *Braz. J. of Food Tech.* 11(4), 252-262
- Berto, M.I., Gratão, A., Vitali, A.A., Silveira JR, V., (2003) Rheology of sucrose-CMC model solution. *Journal of Texture Studies* 34, 391-400.
- Bobbio, P. A. e Bobbio, F. O. (2001) *Química do processamento de alimentos*. 3ª ed. São Paulo: Livraria Varela, 2001. 143
- Bobbio, F.O., Bobbio, P.A., (2003) *Introdução à química de alimentos*. Livraria Varela.
- Bourne, M., (1982) Sensory methods of texture and viscosity measurement. *Food Texture and Viscosity*. MC Bourne, ed. Academic Press: New York, 247-279.
- Brodkey, R., S. (1967). *The Phenomena of Fluid Motion*. Addison-Wesley Publishing Co., Reading, MA.
- Chakrabandhu, K., Singh, R.K., (2005) Rheological properties of coarse food suspensions in tube flow at high temperatures. *Journal of Food Engineering* 66, 117-128.
- Chen, J. C. P., Chou, C. C. (1993) *Sugar cane handbook*. 12 th edition. John Wiley & Sons, inc.
- Chen, C., Ramaswamy, H., (2000) A neuro-computing approach for modeling of residence time distribution (RTD) of carrot cubes in a vertical scraped surface heat exchanger (SSHE). *Food Research International* 33, 549-556.

- 
- Cooper, A.R., Jeffreys, G.V., (1971) Chemical kinetics and reactor design. Oliver & Boyd.
- Coronel, P., Van-Den Truong, J.S., Sandeep, K.P., Cartwright, G.D., (2005) Aseptic processing of sweetpotato purees using a continuous flow microwave system. *Journal of Food Science* 70, E531-E536.
- da Mota, R.V., Lajolo, F.M., Cordenunsi, B.R., Ciacco, C., (2000) Composition and functional properties of banana flour from different varieties. *Starch-Stärke* 52, 63-68.
- Dail, R.V., Steffe, J.F., (1990a) Dilatancy in starch solutions under low acid aseptic processing conditions. *Journal of food science* 55, 1764-1765.
- Dail, R.V., Steffe, J.F., (1990b) Rheological characterization of crosslinked waxy maize starch solutions under low acid aseptic processing conditions using tube viscometry techniques. *Journal of food science* 55, 1660-1665.
- Decareau, R. V., Peterson, R.A., (1986) Microwave processing and engineering. Ellis Horwood Ltd. & VCH.
- Ditchfield, C., Tadini, C., Machoshvili, I., Penna, T., (2006) Polyphenol oxidase and peroxidase thermal inactivation kinetics used as indicators for the pasteurization of acidified banana puree (*Musa cavendishii*, Lamb.). *Braz. J. Food Technol. Preprint Serie* 234.
- Ditchfield, C., Tadini, C.C., Singh, R., Toledo, R.T., (2004) Rheological properties of banana puree at high temperatures. *International Journal of Food Properties* 7, 571-584.

- 
- Eiroa, M.N.U., Junqueira, V.C.A., Schmidt, F.L., (1999) Alicyclobacillus in orange juice: occurrence and heat resistance of spores. Journal of Food Protection 62, 883-886.
- Fellows, P.J., Oliveira, F.C., Rubensan, J.M., Nitzke, J.A., Thys, R.C.S., (2006) Tecnologia do processamento de alimentos: princípios e prática. Artmed.
- Fennema, O. R. (1976) Principles of Food Science – Part I: Food chemistry. New York: Marcel Dekker, 792.
- Food Processors Institute. (1983) Alimentos enlatados, princípios de controle de processamento térmico, acidificação e avaliação do fechamento de recipientes. Traduzido pelo Instituto de Tecnologia de Alimentos. Campinas: ITAL, 377. (Tradução de: Canned Foods – Principles of Thermal Process Control, Acidification and Container Closure Evaluation).
- Fukuzawa, R. M., Berto, M. I. (2006) Patente do software Reocalc
- Germer, S.P.M. e Vitali, A.A. (1993) Otimização de processos de esterilização térmica de alimentos. Boletim Informativo do ITAL, v.5, 3,1-2.
- Ghani, A., Farid, M., Chen, X., (2002) Theoretical and experimental investigation of the thermal destruction of Vitamin C in food pouches. Computers and Electronics in Agriculture 34, 129-143.
- Guerrero, S., Alzamora, S., Gerschenson, L., (1996) Optimization of a combined factors technology for preserving banana puree to minimize colour changes using the response surface methodology. Journal of Food Engineering 28, 307-322.

- 
- Guerrero, S., Alzamora, S., (1997) Effect of pH, temperature and glucose addition on flow behaviour of fruit purées I Banana purée. *Journal of Food Engineering* 23, 3-4, 239-256.
- Harper, J., El Sahrigi, A., (1965) Viscometric behavior of tomato concentrates. *Journal of Food Science* 30, 470-476.
- Holdsworth, S., (1971) Applicability of rheological models to the interpretation of flow and processing behaviour of fluid food products. *Journal of Texture Studies* 2, 393-418.
- Hunter Lab color scale. (2008). Applications Note 8, 1-4.
- Karel M.; Fennema, O. R. e Lund, D. B. (1975) Principles of food science – Part II: Physical principles of food preservation. New York: Marcel Dekker, 473.
- Kessler, H.G., (1981) Food engineering and dairy technology.
- Kotzekidou, P., (1997) Heat resistance of *Byssochlamys nivea*, *Byssochlamys fulva* and *Neosartorya fischeri* isolated from canned tomato paste. *Journal of food science* 62, 410-412.
- Kreith, F., (1977) Principios da Transmissão de Calor. Edgard Blücher, São Paulo.
- Kumar, P., Coronel, P., Simunovic, J., Sandeep, K., (2007) Feasibility of Aseptic Processing of a Low Acid Multiphase Food Product (salsa con queso) Using a Continuous Flow Microwave System. *Journal of Food Science* 72, E121-E124.
- Kwok, K., MacDougall, D., Niranjan, K., (1999) Reaction kinetics of heat-induced colour changes in soymilk. *Journal of Food Engineering* 40, 15-20.



- 
- Labuza, T., (1984) Application of chemical kinetics to deterioration of foods. Journal of chemical education 61, 348.
- Labuza, T., Riboh, D., (1982) Theory and application of Arrhenius kinetics to the prediction of nutrient losses in foods. Food Technol 36, 66-74.
- Levenspiel, O., (1999) Chemical engineering reaction. Jhon Wiley & Sons, NewYork.
- Lewis, M.J., Heppell, N., Lewis, M., Heppell, N., (2000) Continuous thermal processing of foods. Aspen Publishers.
- Levenspiel, O. (2002) Termodinâmica amistosa para engenheiros. São Paulo: Edgard Blücher Ltda., 336.
- Loey, A. V., Smout, C.; Hendryckx, M. E. (2005) Kinetic data for biochemical and microbiological processes during thermal processing. Katholieke Universitait Leuven.
- Lozano, J., Ibarz, A., (1997) Colour changes in concentrated fruit pulp during heating at high temperatures. Journal of Food Engineering 31, 365-373.
- Lund, D., (1975) Heat processing. Principles of food science: part II: principles of food preservation. New York: M. Dekker.
- Mohamed, I.O., (2010) Numerical Investigation on the Effect of Uncertainty in Thermal Diffusivity on Thermal Process Lethality of Canned Foods. International Journal of Food Engineering 6.
- Mota, R.V., Lajolo, F., Cordenunsi, B., (1997) Composição em carboidratos de alguns cultivares de banana (*Musa spp*) durante o amadurecimento. Ciência e Tecnologia de Alimentos 17, 94-97.

- 
- Núñez-Santiago, M., Bello-Pérez, L., Tecante, A., (2004) Swelling-solubility characteristics, granule size distribution and rheological behavior of banana (*Musa paradisiaca*) starch. *Carbohydrate Polymers* 56, 65-75.
- Palmer, J., Jones, V., (1976) Prediction of holding times for continuous thermal processing of power-law fluids. *Journal of food science* 41, 1233-1234.
- Palop, A., Raso, J., Condon, S., Sala, F.J., (1996) Heat resistance of *Bacillus subtilis* and *Bacillus coagulans*: effect of sporulation temperature in foods with various acidulants. *Journal of Food Protection*, 174; 59, 487-492.
- Paschoalino, J., De Almeida Vitali, A., (1992) Equipamento para estudos cineticos de degradacao termica de componentes de qualidade em alimentos. *Coletanea-Instituto de Tecnologia de alimentos* 21, 243-243.
- Pflug, I., (1987) Calculating FT-values for heat preservation of shelf-stable, low-acid canned foods using the straight-line semilogarithmic model. *Journal of food protection (USA)*.
- Pflug, I. J. (1999) *Microbiology and engineering of sterilization processes*. 10th ed. Minneapolis: Environmental Sterilization Laboratory.
- Pozar, D.M., (2005) *Microwave Engineering*, 3rd. John Wiley & Sons, Hoboken, NJ, USA.
- Quast, D., (1976) *Cálculo da intensidade de esterilização e de cozimento de alimentos*. Campinas: ITAL.
- Quintas, M., Brandão, T.R.S., Silva, C.L.M., Cunha, R.L. (2006) Rheology of supersaturated sucrose solutions. *J. of Food. Eng.* 77, 844-852

- 
- Ramaswamy, H., Abbatemarco, C., (1996) Thermal processing of fruits. *Processing Fruits: Science and Technology* 1, 25–66.
- Ramaswamy, H., Chen, C., Marcotte, M., (2005) *Processing Fruits: Science and Technology*; Barrett, DM; Somogyi, L.; Ramaswamy, H., Eds.; CRC Press: Boca Raton, FL, 201-219.
- Rao, M. A. (1990) Aseptic processing of foods. in *Biotechnology and Food Processing Engineering*: ed. Schwartzberg, H.G. & Rao, M.A. Marcel Dekker, New York. 1990.
- Rao, M., (1999a) *Rheology of fluid and semisolid foods: principles and applications*. Gaithersburg-Aspen.
- Rao, M., Cooley, H., Liao , H., (1999b) High temperature rheology of tomato puree and starch dispersion with a direct drive viscometer. *Journal of Food Process Engineering* 22, 29-40.
- Rao, M., Rizvi, S., (1995) *Engineering properties of foods*. Marcel Dekker.
- Rice, A.C., Pederson, C., (1954) Factors influencing growth of *Bacillus coagulans* in canned tomato juice. II. Acidic constituents of tomato juice and specific organic acids. *Journal of food science* 19, 124-133.
- Roscoe, R., Hermans, J., (1953) *Flow Properties of Disperse Systems*. Ed. JJ Hermans, North-Holland Pub. Co., Amsterdam.
- Roussy, G., Pearce, J.A., (1995) *Foundations and industrial applications of microwave and radio frequency fields: physical and chemical processes*. J. Wiley.

---

Saravacos, G., Oda, Y., Moyer, J., (1967) Tube Viscometry of Tomato Juice and Concentrates. Geneva: New York State Agr. Exp. Sta., Cornell Univ.

Schubert, H., Regier, M., (2005) The microwave processing of foods.

Sebrae/ESPM (2008). Banana: estudos de mercado.  
[http://www.biblioteca.sebrae.com.br/bds/BDS.nsf/0D8AE2879FDAB331832574DC004521C1/\\$File/NT0003904E.pdf](http://www.biblioteca.sebrae.com.br/bds/BDS.nsf/0D8AE2879FDAB331832574DC004521C1/$File/NT0003904E.pdf). (Acesso em: 04 de janeiro de 2009)

Silva, R., (1980) Manual de Termodinâmica e Transmissão de Calor. São Paulo. Grêmio Politécnico.

Sipahioglu, O., Barringer, S., (2003) Dielectric properties of vegetables and fruits as a function of temperature, ash, and moisture content. Journal of Food Science 68, 234-239.

Souza, P. M. (2007) Estudo comparativo da pasteurização de leite pelo método convencional e por microondas. Campinas. Mestrado. Departamento de Engenharia de Alimentos – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.

Steed, L., Truong, V.D., Simunovic, J., Sandeep, K., Kumar, P., Cartwright, G., Swartzel, K., (2008) Continuous flow microwave-assisted processing and aseptic packaging of purple-fleshed sweetpotato purees. Journal of Food Science 73, E455-E462.

Steffe, J.F., (1996) Rheological methods in food process engineering. Freeman Press.

Steffe, J.F., Daubert, C.R., (2006) Bioprocessing pipelines: rheology and analysis. Freeman Press.

- 
- Stumbo, C.R., (1973) Thermobacteriology in food processing.
- Teixeira Neto, R.O., Vitali, A.A., Gonçalves, J.R., Delazari, I., (1985) Esterilização de leite de coco em recipientes de vidro; Sterilization of coconut milk in glass bottles. Bol. Inst. Tecnol. Alimentos 22, 417.
- Toledo, R., (1991) Fundamentals of food process engineering. Aspen. Gaithersburg MD. p, 315-397.
- Venkatesh, M., Raghavan, G., (2004) An overview of microwave processing and dielectric properties of agri-food materials. Biosystems Engineering 88, 1-18.
- Vikram, V., Ramesh, M., Prapulla, S., (2005) Thermal degradation kinetics of nutrients in orange juice heated by electromagnetic and conventional methods. Journal of Food Engineering 69, 31-40.
- Vitali, A., (1981) Comportamento reológico do purê de goiaba (*Psidium guajava* L.) em função da concentração e temperatura. São Paulo. 150p. Masters. Departamento de Engenharia Química–Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.
- Vitali, A., (1983) Comportamento Reológico do Suco de Laranja Concentrado Congelado à Baixas Temperaturas. Tese de Doutorado, Faculdade de Engenharia Química, EPUSP.
- Vitali, A. A. e Germer, S.P.M. (1995) Otimização da Esterilização de Alimentos. Capítulo VI, in: Manual Técnico nº 10 - Princípios de Esterilização de Alimentos: 75-85.

---

Vitali, A., (1997) Thermal Properties in Food Sterilization. Chapter 6, pg 89-96, in Food Engineering 2000. ed. Fito, P.; Ortega-Rodríguez, E & Barbosa-Cánovas, G. Chapman & Hall

Vitali, A., Teixeira, R. T. N. (1996) Introdução à cinética de reação em alimentos. Reações de transformação e vida de prateleira de alimentos processados 2, 2.1-2.13.

Vitali, A.A., Rao, M., (1982) Flow behavior of guava puree as a function of temperature and concentration. Journal of Texture Studies 13, 275-289.

---

## 8. Anexos

### ***8.1. Estudo preliminar de técnica para preparação de soluções-modelo de carboximetilcelulose (CMC)***

#### **8.1.1. Material e Métodos**

Para estudo da preparação de soluções-modelo de carboximetilcelulose (CMC) foram feitos diversos experimentos com diferentes níveis das principais variáveis envolvidas na preparação: tempo de agitação, forma de dispersão, temperatura e tempo de estocagem. Estudou-se também o efeito do tratamento térmico sobre as soluções-modelo de CMC. CMC utilizada: Teor de sódio: 6,5-9,5 % / pH Sol. 1 %: 6,5 – 8,5 %.

Valores iniciais tentativos de faixas destas variáveis foram de 30 a 240 minutos para tempo de agitação e de 40 a 140°C para temperatura.

Os experimentos para se avaliar o efeito de tratamentos térmicos no comportamento reológico de solução de CMC foram realizados em autoclave com as amostras enlatadas.

Para o desenvolvimento da solução-modelo de CMC, foi realizado um estudo de diferentes formas de hidratação de CMC, para que se obtenha uma solução completamente hidratada, para evitar o que poderia acarretar em resultados reológicos errôneos.

#### **8.1.2. Experimento 1**

Para os testes preliminares foram preparadas soluções com agitador magnético a temperatura ambiente (26°C) em volumes de 100 ml. As soluções do primeiro teste foram preparadas a 2,0 % de CMC (m/m) e 1,5 % de CMC (m/m).

Foram feitas análises reológicas no reômetro rotacional como descrito anteriormente em temperaturas de 30, 45, 60 e 80°C.

---

No experimento 1 (2,0 % de CMC) o tempo de agitação foi de 30 minutos.

### **8.1.3. Experimento 2**

No experimento 2 utilizou-se a uma concentração de CMC menor (1,5% m/m) e por um tempo mais longo de agitação (2 horas).

### **8.1.4. Experimento 3**

O seguinte teste realizado foi feito de forma a propiciar melhor dispersão, para evitar formação de grumos. Para isso foi necessário utilizar um agitador (IKA<sup>®</sup> a altas rotações (2400 rpm) em recipiente de volume (2 L) e dimensões (diâmetro: 10 cm e altura: 25 cm) tais que fosse formado um vórtice, no qual a CMC era adicionada aos poucos.

Foram feitos dois experimentos desta forma, ambos à temperatura de 65°C. Os tempos de agitação após a completa dispersão foram de 20 minutos e 2 horas, respectivamente. A concentração de cada solução foi de 1% de CMC (m/m).

Como a idéia era utilizar esta solução-modelo no reômetro capilar. Durante os ensaios inicia-se com o equipamento cheio de água e depois começa a circulação do produto, empurrando a água. Portanto é importante determinar quando toda a água já saiu. Uma idéia era encontrar um método empírico de comparação para se saber de maneira rápida quando somente a solução de CMC pura, sem estar diluída, estava saindo do final do equipamento.

Apesar de a solução ter comportamento não-Newtoniano, utilizou-se como forma de comparação viscosímetro capilar do tipo Ubbelohde. As análises foram feitas a temperatura constante de 26,5°C. Com a mesma amostra o escoamento foi repetido várias vezes.



---

#### 8.1.5. Experimento 4

Observou-se através dos primeiros testes que a forma de hidratação para obtenção de uma solução completamente hidratada tem influência significativa, uma vez que a amostra pode seguir hidratando ao longo do experimento.

Um dos testes mostrou que uma solução que ficou sob agitação por mais tempo apresentou um comportamento linear, com menor variação do tempo de escoamento em viscosímetro capilar do tipo Ubbelohde. Com a mesma amostra o escoamento era repetido várias vezes. Essa queda do tempo pode ser devido à reordenação das moléculas decorrente do cisalhamento ocorrido durante cada repetição do escoamento. Já uma solução que ficou sob agitação por menor tempo apresentou oscilações de tempo de escoamento maiores o que pode evidenciar maior presença de “grumos”.

A partir desta hipótese, continuaram sendo estudadas outras formas de hidratação, não só considerando tempo e temperatura de agitação, mas também forma de dispersão e tempo de hidratação após agitação.

Produziu-se uma solução de 1% CMC com um tempo de agitação de 3 horas, temperatura de 65°C e agitação de 1100 rpm (agitador IKA®).

Para se avaliar o efeito do tratamento térmico na solução, a solução foi resfriada a temperatura ambiente, esta foi submetida a diferentes temperaturas e mesmo tempo no equipamento construído. As temperaturas de tratamento térmico foram de 51°C e 77°C. Foram coletadas amostras das soluções tratadas termicamente.

Então se obtiveram três diferentes soluções:

Solução 1 – sem tratamento térmico após a hidratação

Solução 2 – tratada termicamente a 51°C após a hidratação

Solução 3 – tratada termicamente a 77°C após a hidratação

---

Como forma de comparação entre as amostras utilizou-se viscosímetro capilar do tipo Ubbelohde. As análises foram feitas a temperatura constante de 26,5°C. Com a mesma amostra o escoamento era repetido várias vezes.

#### **8.1.6. Experimento 5**

Para se avaliar este efeito às temperaturas de esterilização, realizou-se outro experimento. Foi preparada uma solução de 1% CMC com um tempo de agitação de 2 horas, temperatura inicial de 65°C e agitação de 1100 rpm (agitador IKA®).

Para se avaliar o efeito do tratamento térmico na solução, após resfriada a temperatura ambiente, as soluções foram colocadas em latas que tinham termopares previamente instalados e recravadas. Algumas latas foram submetidas a tratamento térmico a 80°C em banho com agitação. Outras foram submetidas a tratamentos térmicos em autoclave às temperaturas de: 105 e 135°C. As demais ficaram sem tratamento térmico.

Foram obtidas então quatro diferentes soluções:

Solução 1 – sem tratamento térmico após a hidratação

Solução 2 – tratada termicamente a 80°C após a hidratação

Solução 3 – tratada termicamente a 105°C após a hidratação

Solução 4 – tratada termicamente a 135°C após a hidratação

Como forma de comparação entre as amostras utilizou-se viscosímetro capilar do tipo Ubbelohde. As análises foram feitas a temperatura constante de 26,5°C. Com a mesma amostra o escoamento era repetido várias vezes.

---

### **8.1.7. Experimento 6**

Como para a realização dos experimentos no reômetro capilar construído é necessário um volume maior de amostra, foram realizados novas pesquisas e testes para produção da solução em maiores volumes.

Em um primeiro teste produziu-se 10 L de solução de CMC a 1% a temperatura ambiente.

Então foram testadas as duas formas de produção de solução de CMC a 1% em volume de 5 L e temperatura ambiente. Uma delas foi mantida sob baixa agitação (250 rpm) por 24 horas e a outra foi submetida a uma alta agitação (2200 rpm) por 12 horas. No segundo caso a CMC era dispersa rapidamente diretamente no vórtex formado, o que possibilitou uma hidratação inicial mais rápida e menor formação de grumos.

### **8.1.8. Resultados e Discussão**

#### **8.1.9. Experimento 1**

Os reogramas das Figuras 8.1 e 8.2 correspondem a duas análises feitas com a mesma amostra, uma após a outra.

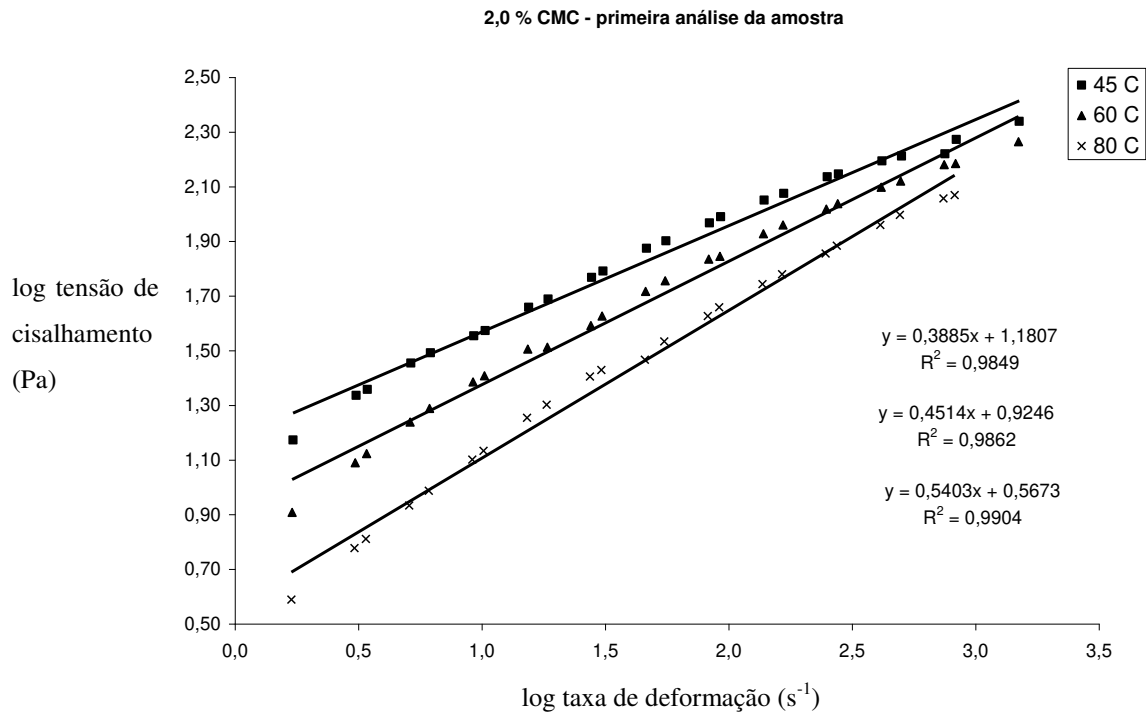


Figura 8.1. Reograma CMC 2,0 % - primeira análise

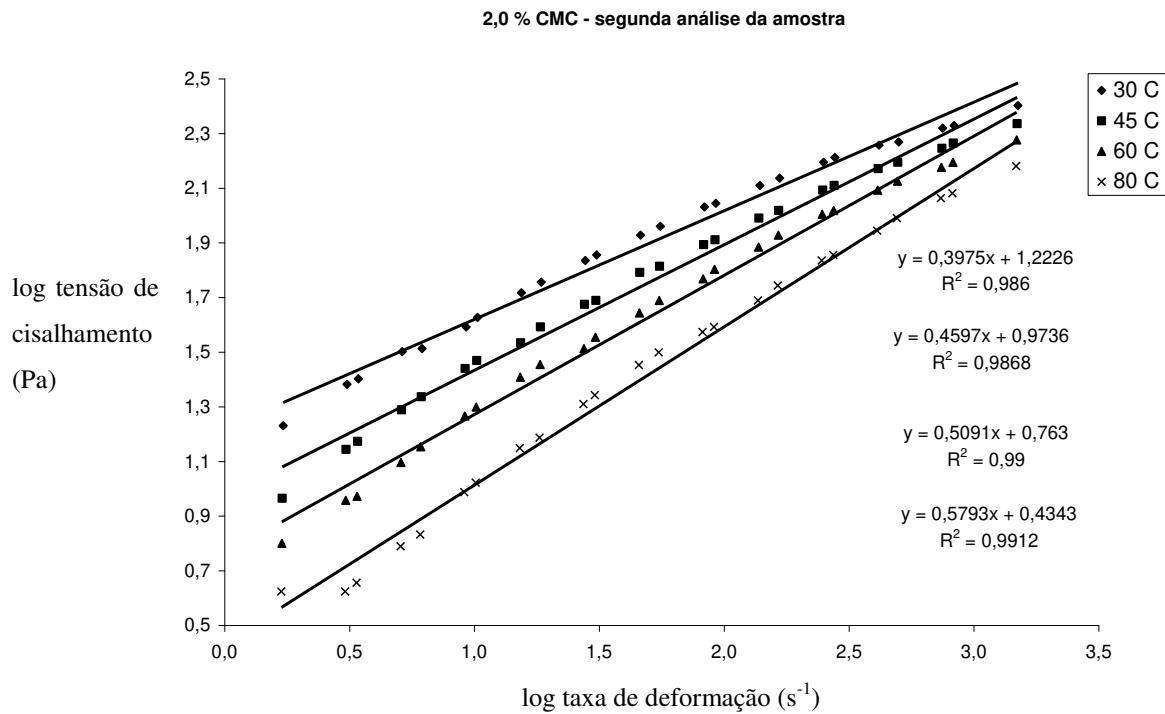


Figura 8.2. Reograma CMC 2,0 % - segunda análise

Pela análise das Figuras 8.1 e 8.2, percebe-se que houve alteração nas características reológicas provavelmente devido ao tratamento térmico e ao cisalhamento sofridos durante o experimento. Neste caso considerou-se que esse efeito poderia ser devido à não completa hidratação da solução.

### 8.1.10.Experimento 2

Os reogramas das Figuras 8.3 e 8.4 correspondem a duas análises feitas com a mesma amostra do experimento 2, uma após a outra.

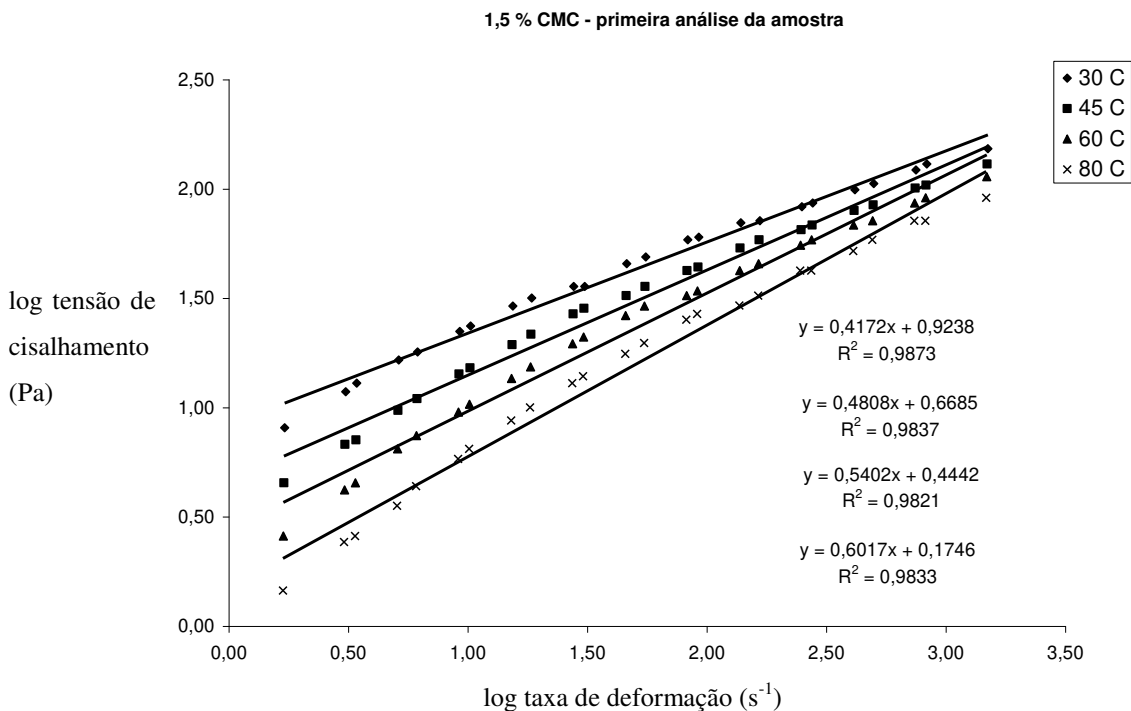


Figura 8.3. Reograma CMC 1,5 % - primeira análise

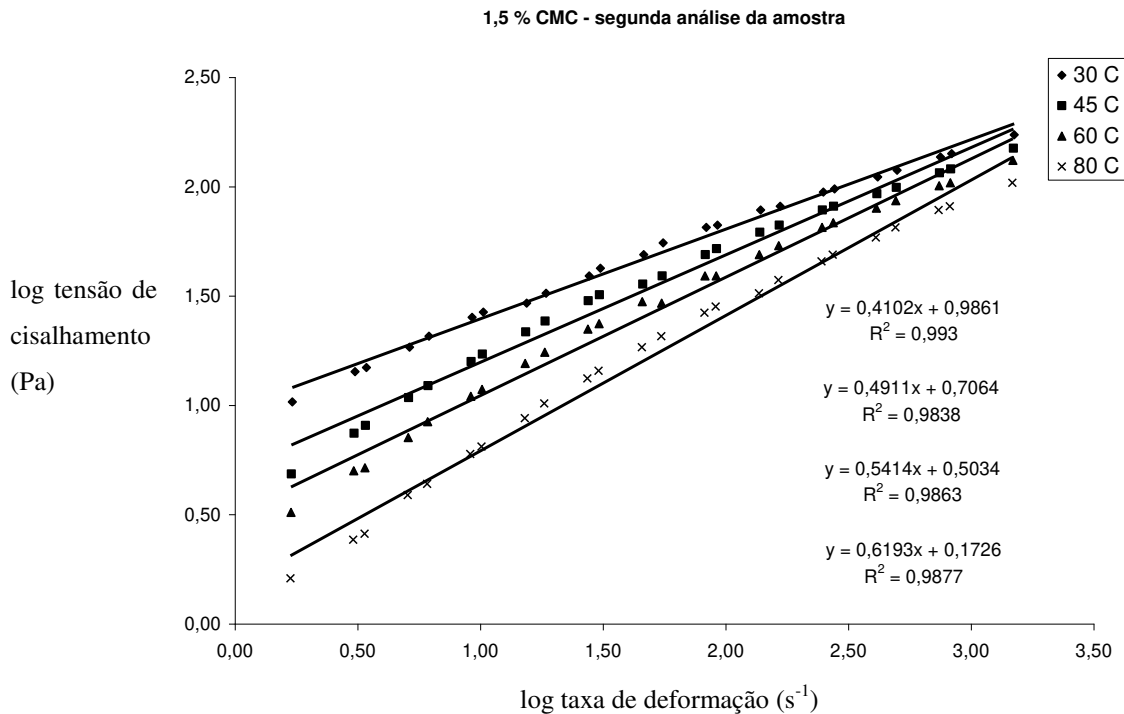


Figura 8.4. Reograma CMC 1,5 % - segunda análise

As Figuras 8.3 e 8.4 mostram que no experimento 2 não houveram alterações reológicas uma vez que coeficientes na mesma ordem de grandeza foram obtidos como no experimento 1, portanto a forma de hidratação para obtenção de uma solução completamente hidratada tem influência significativa, uma vez que a amostra pode seguir hidratando ao longo do experimento.

### 8.1.11.Experimento 3

As Figuras 8.5 e 8.6 mostram o tempo de escoamento ao longo das repetições de cada amostra.

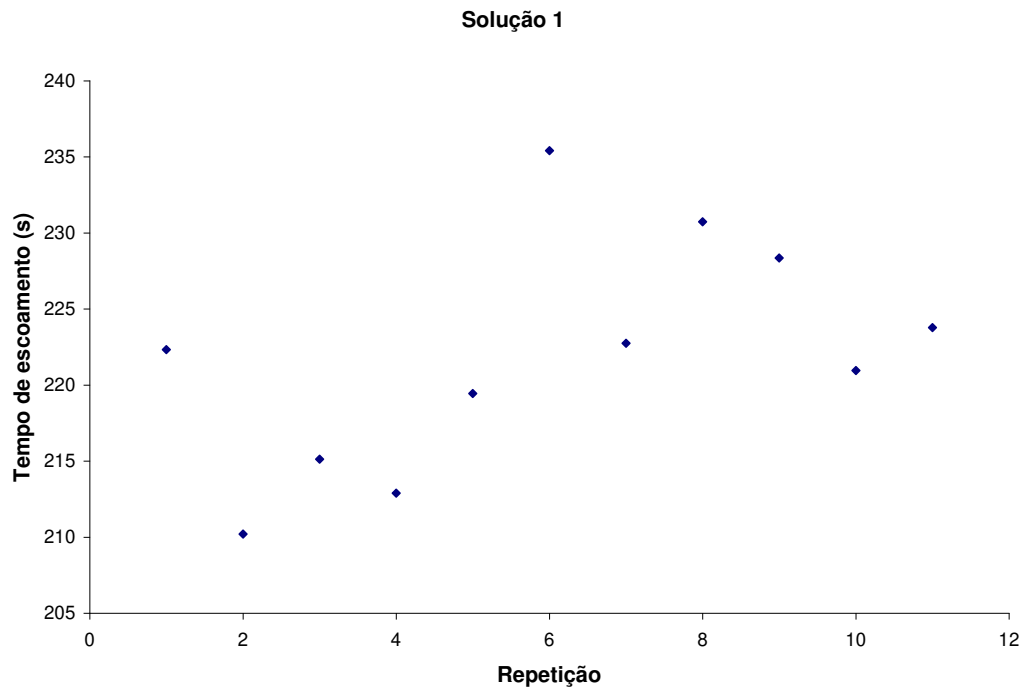


Figura 8.5. Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 1

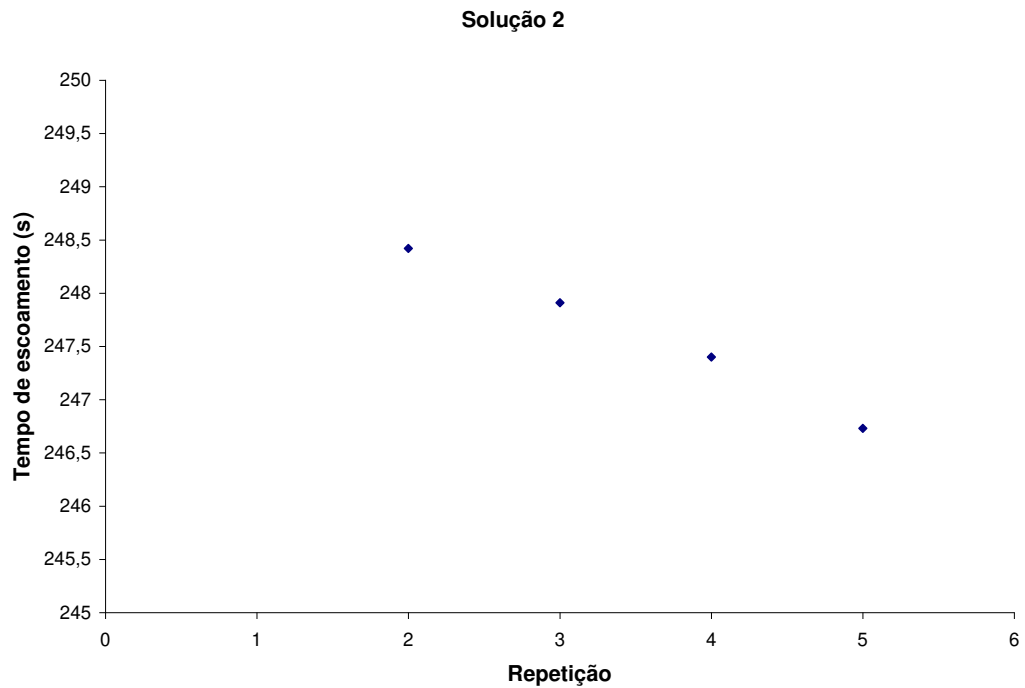


Figura 8.6. Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 2

---

A comparação das duas figuras mostra que a solução que ficou sob agitação por mais tempo apresentou um comportamento linear, com menor variação do tempo. Essa queda do tempo pode ser devido a tixotropia, também relatada para soluções de CMC às mesmas concentrações por Benchabane & Bekkour (2008). As oscilações de tempo da solução 1 podem evidenciar maior presença de “grumos”, devido ao menor tempo de agitação.

Para se garantir qual a real concentração das soluções foram feitas análises de umidade de cada solução.

As soluções foram preparadas a 1% de CMC (m/m), para que depois possam ser diluídas em diferentes concentrações para uso nos testes dos diferentes capilares.

#### **8.1.12.Experimento 4**

As Figuras 8.7 a 8.9 mostram o tempo de escoamento ao longo das repetições de cada amostra.



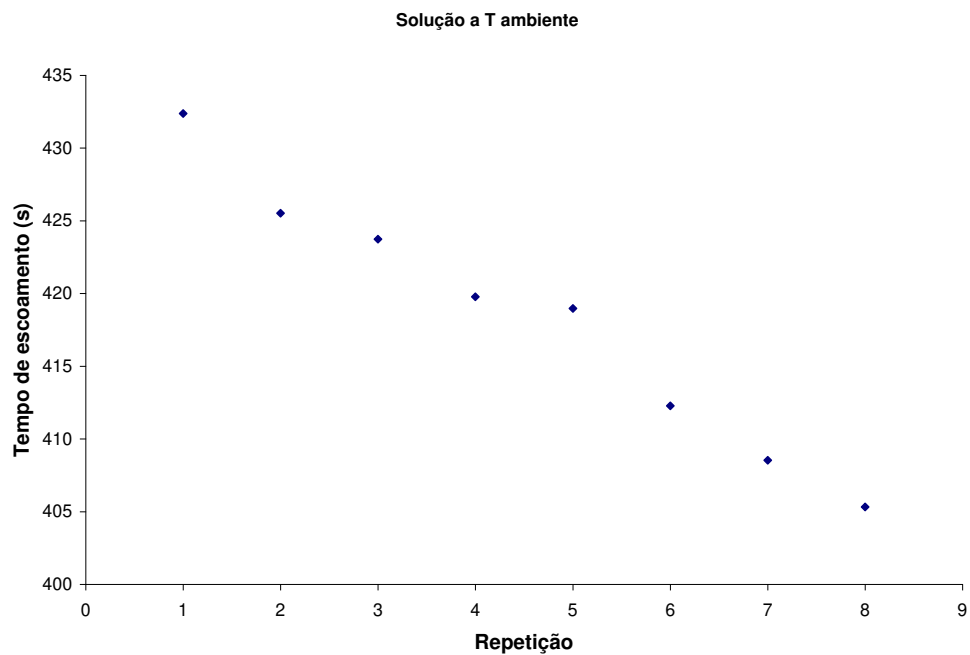


Figura 8.7. Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 1

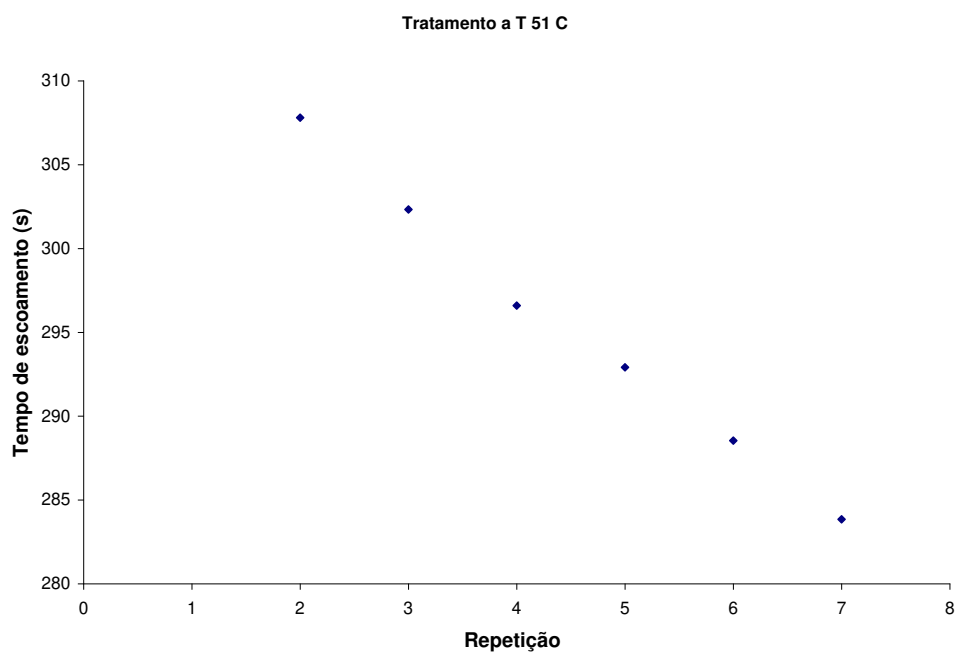


Figura 8.8. Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 2

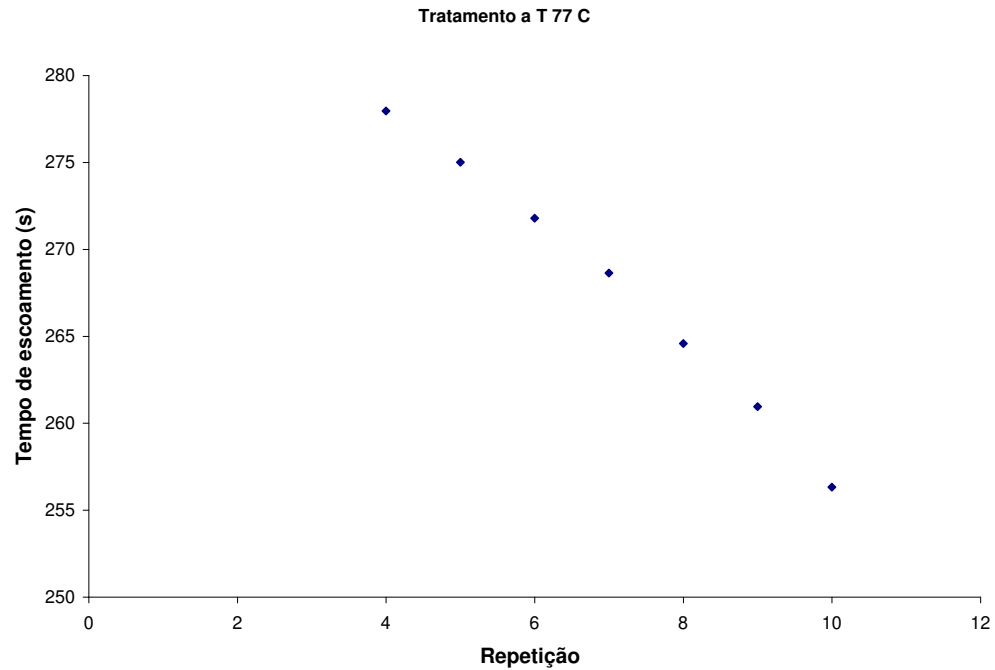


Figura 8.9. Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 3

A comparação das Figuras 8.7 a 8.9 mostra que as soluções apresentaram comportamento linear, porém a que não sofreu tratamento térmico apresentou maiores desvios da linearidade, provavelmente devido à presença de “grumos” ainda não totalmente hidratados.

A variação do tempo de escoamento foi similar nas três amostras. A queda do tempo pode ser devido a tixotropia.

Já o tempo médio de escoamento diminuiu em função da maior temperatura, evidenciando que há influencia da intensidade do tratamento térmico no comportamento reológico da solução, ficando diferente após o tratamento.

---

### 8.1.13.Experimento 5

As Figuras 8.10 a 8.13 mostram o tempo de escoamento ao longo das repetições de cada amostra.

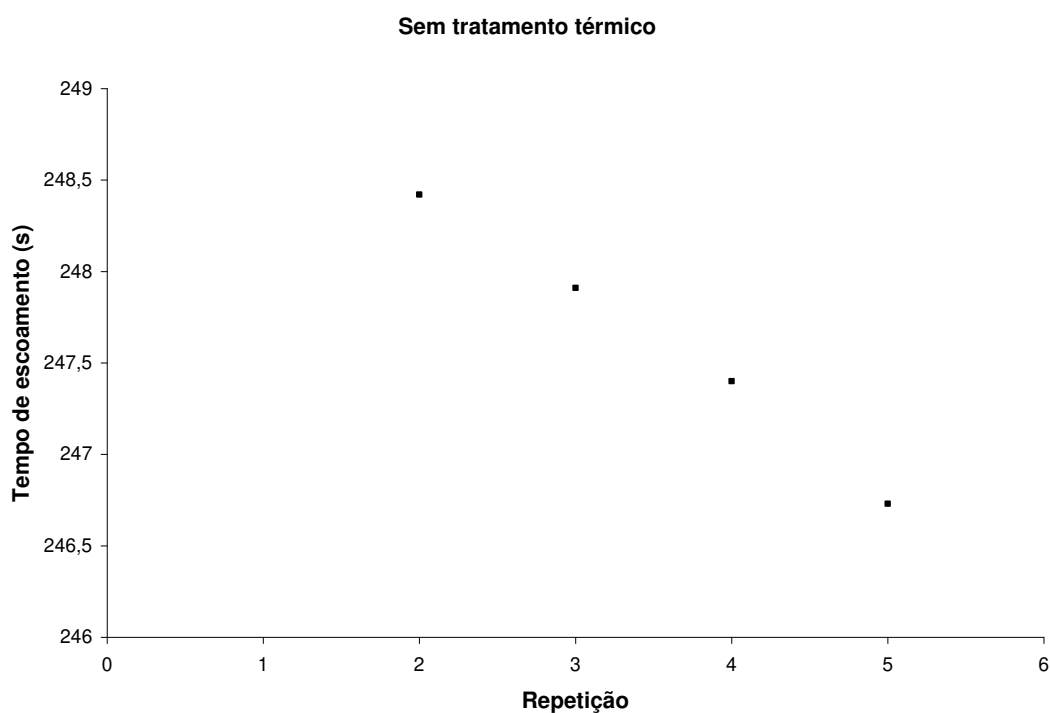


Figura 8.10. Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 1

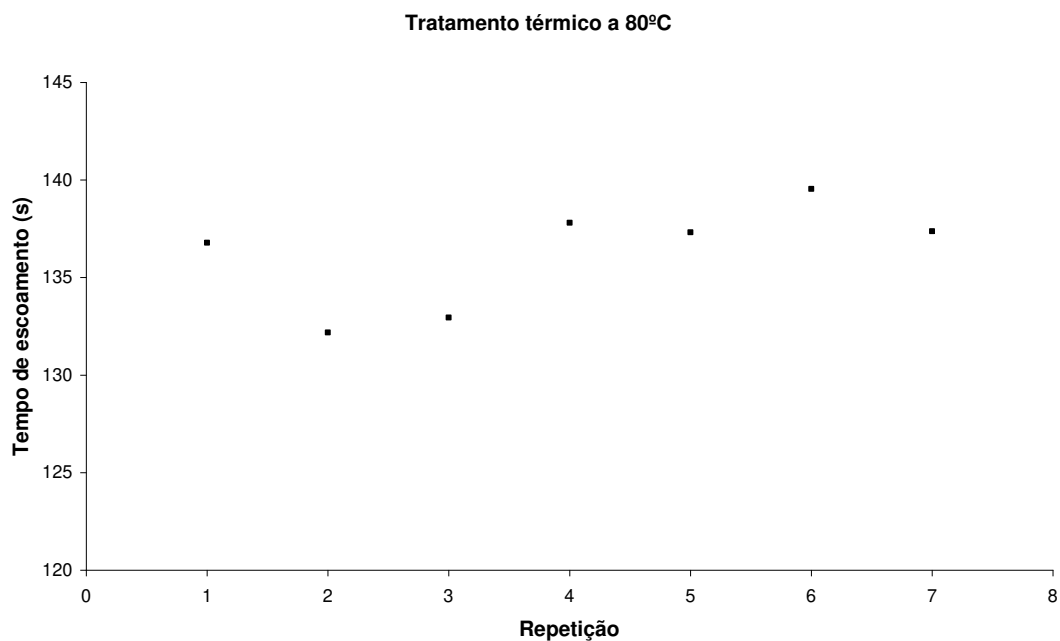


Figura 8.11. Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 2

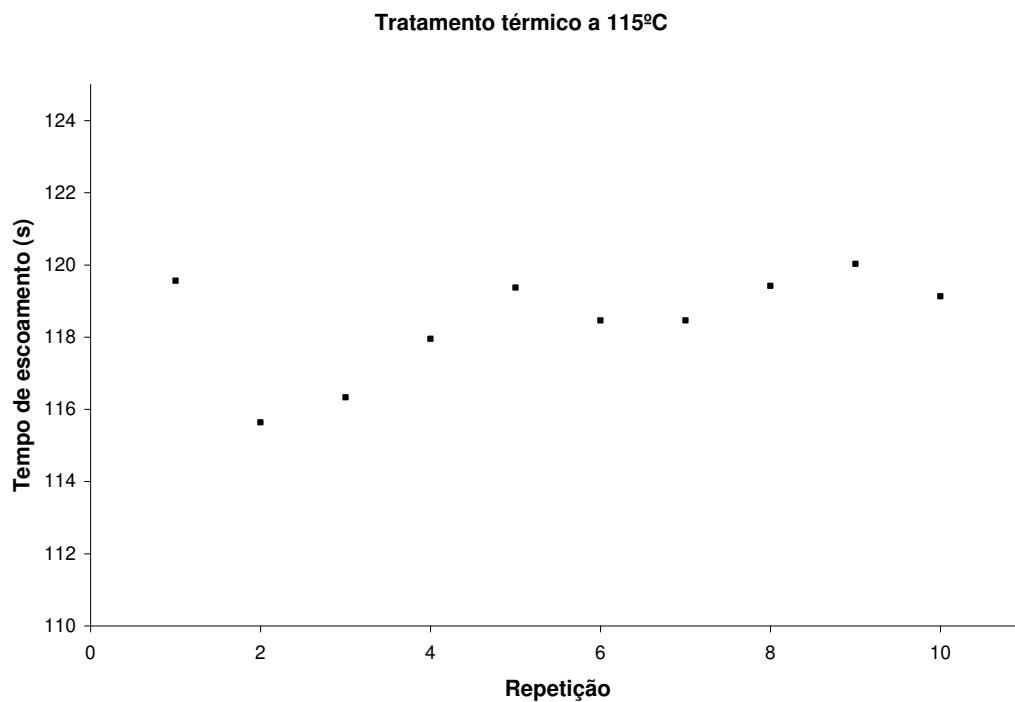


Figura 8.12. Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 3

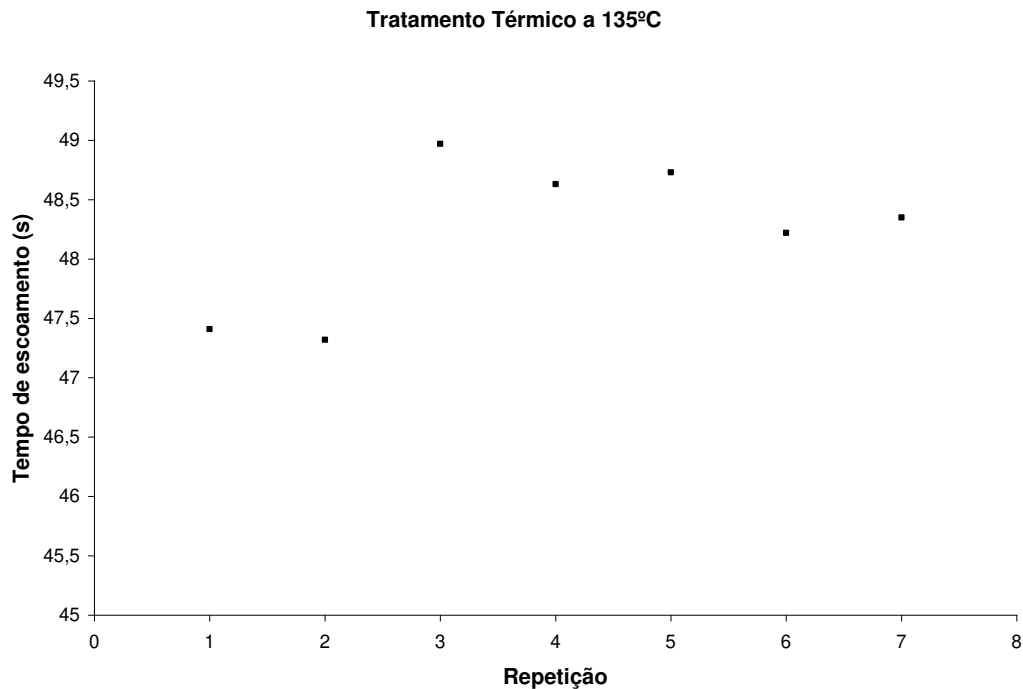


Figura 8.13. Tempo de escoamento no Ubbelohde a cada repetição – sol. 4

Observa-se que, com o aumento da temperatura de tratamento térmico, o tempo de escoamento diminui, evidenciando que nestas temperaturas estudadas a estrutura da solução de CMC foi alterada e não houve o efeito de uma pós hidratação.

#### **8.1.14.Experimento 6**

No primeiro teste o resultado mostrou que a agitação havia sido insuficiente para o grande volume de amostra e que o tempo havia sido curto, não permitindo uma total hidratação.

No segundo teste, através de análises posteriores, observou-se que a solução que ficou sob menor velocidade de agitação manteve sua estrutura, tendo uma viscosidade aparente maior do que a solução que ficou sob maior velocidade de agitação.

---

### **8.1.15. Conclusão**

Através dos testes realizados, percebeu-se que as variáveis envolvidas na preparação (tempo de agitação, forma de dispersão, temperatura, tempo de estocagem) têm grande influência no comportamento reológico dos fluidos. Este é, portanto, um indicativo de que o histórico da preparação é importante ao se utilizar CMC como solução-modelo e não apenas sua concentração. Estudos subseqüentes e sistemáticos são necessários para se definir de forma mais precisa o grau de influência de cada uma destas variáveis.

A idéia inicial era utilizar a solução de CMC como uma solução modelo não-Newtoniana, porém esperava-se estudar as formas de hidratação e chegar a uma otimização. Isto ainda não foi possível, por isso a importância ainda de estudos subseqüentes e sistemáticos para se definir de forma mais precisa o grau de influência das variáveis.

---

## **8.2. *Dielectric Properties of Banana Puree under Thermal Processing Conditions as a Function of Temperature and Composition***

**Valquíria Ros-Polski<sup>b\*</sup>, Ashutosh Singh<sup>a</sup>, Yvan Gariepy<sup>a</sup>, Flávio L. Schmidt<sup>b</sup>, Antonio Marsaioli-Jr.<sup>c</sup>, Alfredo A. Vitali<sup>c</sup>, G.S.V. Raghavan<sup>a\*</sup>**

<sup>a</sup> Department of Bioresource Engineering, Macdonald Campus, McGill University, 21111, Lakeshore road, Ste-anne-de-bellevue, H9X 3V9, Quebec, Canada

<sup>b</sup> Department of Food Technology - Food Engineering Faculty, UNICAMP - State University of Campinas, SP - Brasil CEP 13083-862 C.P.: 6121

<sup>c</sup> Institute of Food Technology - ITAL – Av. Brasil, 2880 - Campinas – SP - Brasil CEP 13070-178 C.P.: 139

\* 55-19-3521-4017 / 55-19-3521-4016/ vrpolski@fea.unicamp.br

\* 1-514-398-8731 / 1-514-398-8387 / vijaya.raghavan@mcgill.ca

**Written for presentation at the  
2011 CIGR Section VI International Symposium on**

**Towards a Sustainable Food Chain  
Food Process, Bioprocessing and Food Quality Management**

**Nantes, France - April 18-20, 2011**

**Abstract.** *Conventional thermal processing of fluid products, such as fruit and vegetable purees can lead to undesirable changes on the quality characteristics of the food material. In order to achieve the required thermal effect and to obtain a microbiological safe product, some nutritional and quality aspects, such as color, vitamins content, texture, and aroma are usually affected negatively.*

*Using microwave technology to achieve the designed process temperature allows a shorter period of time to heat the product. The use of this technology for pasteurization or sterilization of fluid food products is being studied and results show that it is more efficient and causes less thermal degradation to the food material.*

*In order to design and optimize microwave thermal treatments, it is important to know the dielectric properties of the product at the process temperatures. In this project, the behavior of dielectric properties of banana puree as a function of temperature and product composition was studied. It shows that these parameters affect significantly the dielectric property values and, in turn, the behavior of the product under the microwave field. Sucrose content and temperature play major role on the dielectric property values. Equations were modeled at 915 MHz and they are useful for predicting the dielectric properties of different formulations of banana puree at various processing temperatures.*

**Keywords.** Dielectric properties, microwave thermal treatment, banana puree, composition

---

### **8.2.1. Introduction**

### **8.2.2. Banana puree**

Banana puree production has been growing, including for export, in many countries, especially in South and Central America. It is used as an ingredient in baby food, juices, ice cream. An important quality characteristic of banana puree is the color (Guerrero *et al.*, 1996; Avila & Silva, 1999), which must be clear and without black spots. The starch content in ripe banana ranges from 0.9% to 7.1% (Mota, 1997). The gelatinization onset temperature is around 70 to 75°C (Mota *et al.*, 2000; Bello-Pérez *et al.*, 2000; Nunez-Santiago *et al.*, 2004). According to Ditchfield *et al.* (2004), from about 50°C there is a significant increase in the viscosity of banana puree. Sipahioglu & Barringer (2003) presented a moisture content value of 76.7% and water activity value of 0.985 for raw banana.

### **8.2.3. Process optimization considering microbial safety and quality factors**

Fluid products, such as fruit and vegetable purees, are subjected to thermal processing. In order to achieve the required thermal effect, some nutritional and quality aspects, such as color, vitamins content, texture, and aroma are usually affected negatively. High temperatures and short time (HTST) processes guarantee microbial safety and lead to a higher preservation of quality due to its positive kinetic parameters. Even acid products have been processed at HTST because of heat resistant microorganisms such as *Byssochlamys fulva* (Kotzekidou, 1997), *Alicyclobacillus sp* (Eiroa *et al.*, 1999). Thus, it is important to optimize process parameters, in order to enable safety and higher preservation of banana puree quality (Avila & Silva, 1999).

### **8.2.4. Microwave thermal treatment and dielectric properties**

Using microwave technology to achieve the designed process temperature, allows a shorter period of time to heat the product. The use of this technology for pasteurization or sterilization of fluid food products is being studied (Steed *et al.*, 2008; Kumar *et al.*, 2007; Coronel *et al.*, 2005) and results show that it is more efficient and



---

causes less thermal effects to the food material. Sipahioglu & Barringer (2003) present the dielectric constant and dielectric loss factor predictive equations of raw vegetables and fruits as a function of temperature from 20 to 130°C. Temperature and product composition may affect significantly the dielectric properties values (Venkatesh and Raghavan, 2004) and, in turn, the behavior of the product under the microwave field. In order to design and optimize microwave thermal treatments, it is important to know the dielectric properties of the product at the process temperatures.

Thus, the objective of this project is to study the dielectric property behavior of banana puree at thermal processing temperatures as a function of temperature and product composition.

### **8.2.5. Material and Methods**

#### **8.2.6. Raw material**

Bananas (*Musa Cavendish*) were obtained from a local market close to Montreal – Canada.

In order to characterize the degree of ripeness of the raw bananas, visual appearance analysis according to the ripeness chart (UC Davis, 2005) and skin color measurements were performed.

#### **8.2.7. Banana puree preparation**

The raw bananas were peeled and blanched in boiling water for 5 min, then cooled down in water at 25 °C for 3 min. After that step, they were let to dry in a sieve for 5 minutes.

Blanched bananas were mashed and homogenized with acids (0.4% citric acid; 0.2% ascorbic acid) for avoiding enzymatic browning in a mixer (Magic Bullet®). The puree was then passed through a sieve in order to reduce the content of seeds and fibers.

---

### 8.2.8. Dielectric properties measurement

A network analyzer (Model: Agilent 8722ES, Agilent Technology, Palo Alto, CA) with an open-ended coaxial cable connected to a slim probe was used to measure the dielectric properties of the samples at 915 MHz. The samples (approximately 40 mL) were placed in a glass tube (50 mL) and were heated using a block heater. They were homogenized by stirring before measuring the temperature at each reading.

### 8.2.9. Experimental design

For the banana puree formulations and dielectric property measurement at varying temperatures, a Central Composite Rotational Design (CCRD) with 4 factors and 30 combinations was used (0).

Factors and levels for the CCRD

Factors	Levels				
	-2	-1	0	+1	+2
Sucrose (%)	0.00	12.50	25.00	37.50	50.00
Ascorbic Acid (%)	0.00	0.10	0.20	0.30	0.40
Citric Acid (%)	0.00	0.20	0.40	0.60	0.80
Temperature (°C)	30.00	42.50	55.00	67.50	80.00

### 8.2.10. Results and Discussion:

#### 8.2.11. Raw banana characteristics

Values of color parameters  $L^*$ ,  $a^*$  and  $b^*$  are  $75.67 \pm 1.51$ ,  $-0.40 \pm 0.13$  and  $55.64 \pm 2.21$ , respectively.

According to the visual analysis, the bananas were considered number 7 in the degree of ripeness (UC Davis, 2005), which characterizes a ripe banana as used by the puree processors.

#### 8.2.12. Banana puree characteristics

The pH, °Brix and moisture content (wet basis %) values obtained are  $4.75 \pm 0.25$ ,  $18.30 \pm 0.66$  and  $51.07 \pm 0.09$ , respectively.

### 8.2.13. Dielectric properties

Analysis of variance (ANOVA) and predictive equations modeling were performed for 915 MHz. Table 8.1 presents the values of  $F_{\text{calc model}}$ ,  $F_{\text{value}}$ ,  $R^2$  and the modeled equation for dielectric constant ( $\epsilon'$ ) and dielectric loss factor ( $\epsilon''$ ) as a function of sucrose content (S – mass %) and temperature (T – °C).

Tabela 8.1.  $F_{\text{calc model}}$ ,  $F_{\text{value}}$ ,  $R^2$  and the modeled equation for  $\epsilon'$  and  $\epsilon''$  at 915 MHz ( $\alpha=0.05$ )

Parameter	F calc model	F value	$R^2$	Equation
$\epsilon'$ (915MHz)	22.43	2.53	0.854	$\epsilon' = 54.253 - 4.277 \times S - 2.842 \times T + 1.200 \times S \times T + 1.008$
$\epsilon''$ (915MHz)	71.23	2.43	0.965	$\epsilon'' = 12.649 - 1.768 \times S + 0.679 \times S^2 - 0.426 \times T - 0.330 \times S \times T$

The two parameters which influenced significantly the behavior of the dielectric properties are temperature and sucrose content. The surfaces are presented in Figura 8.14.

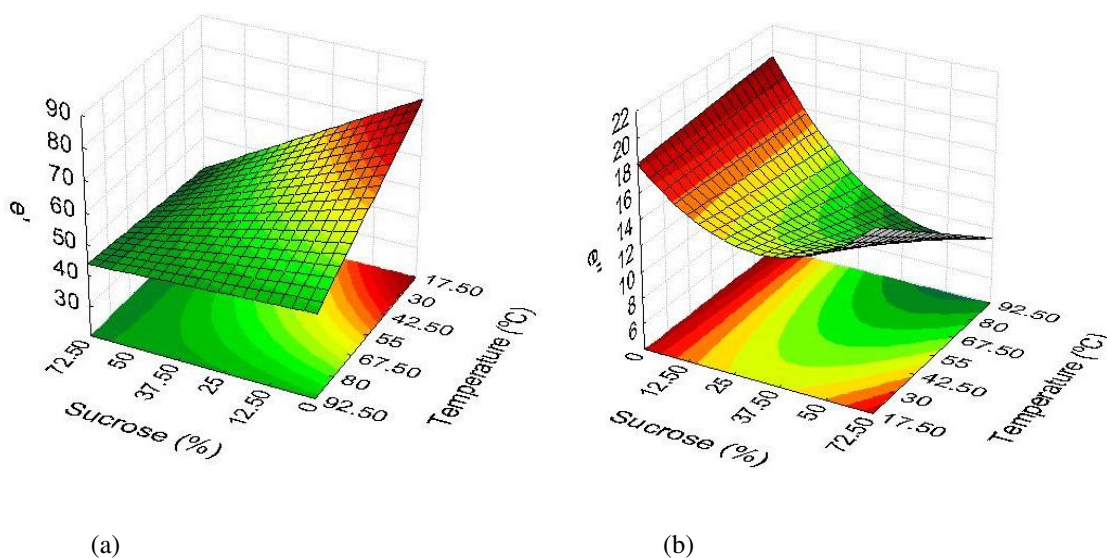


Figura 8.14. Surfaces of  $\epsilon'$  (a) and  $\epsilon''$  (b) at 915 MHz.

The influence of temperature on the dielectric property behavior is significant, as expected. On the other hand, the influence of sucrose content is not always significant for food products. In this case, as banana puree has high carbohydrate

---

content, the soluble sucrose influenced the dielectric property behavior (Venkatesh and Raghavan, 2004). The ascorbic and citric acids, at the concentrations used, did not affect significantly the dielectric property behavior, which indicates that they will not interfere the heating of the banana puree under the microwave field.

#### **8.2.14. Conclusions**

Sucrose content and temperature play major role on the dielectric property values of the banana puree. Equations were modeled at 915 MHz, which is the most common frequency in industrial applications, and are useful for predicting the dielectric properties of different formulations of banana puree at thermal processing temperatures.

#### **8.2.15. Acknowledgements**

The authors would like to acknowledge the Canadian Bureau for International Education, on behalf of Foreign Affairs and International Trade Canada (DFAIT) for the funding provided through the ELAP (Emerging Leaders in the Americas Program) Scholarship and FAPESP (São Paulo State Research Foundation) for the PhD Scholarship.

### 8.3. Estudo de forma complementar de aquecimento utilizando-se tecnologia de campos elétricos moderados (aquecimento ôhmico)

Com o objetivo de aumentar a capacidade de aquecimento do equipamento, a fim de subsidiar o aquecedor de microondas e, desta forma, minimizar ainda mais os efeitos térmicos indesejáveis, foi estudada a possibilidade de construir um aquecedor ôhmico de passagem. Construiu-se um aquecedor ôhmico de bancada em batelada para testes iniciais.

Ao longo dos experimentos com solução-modelo de carboximetilcelulose (CMC), notou-se que a solução de CMC pura não aquecia, devido à sua baixa condutividade elétrica, então realizaram-se testes a diferentes tensões e concentrações de CMC e de NaCl.

A Figura 8.15 mostra o resultado de um dos experimentos preliminares realizados.

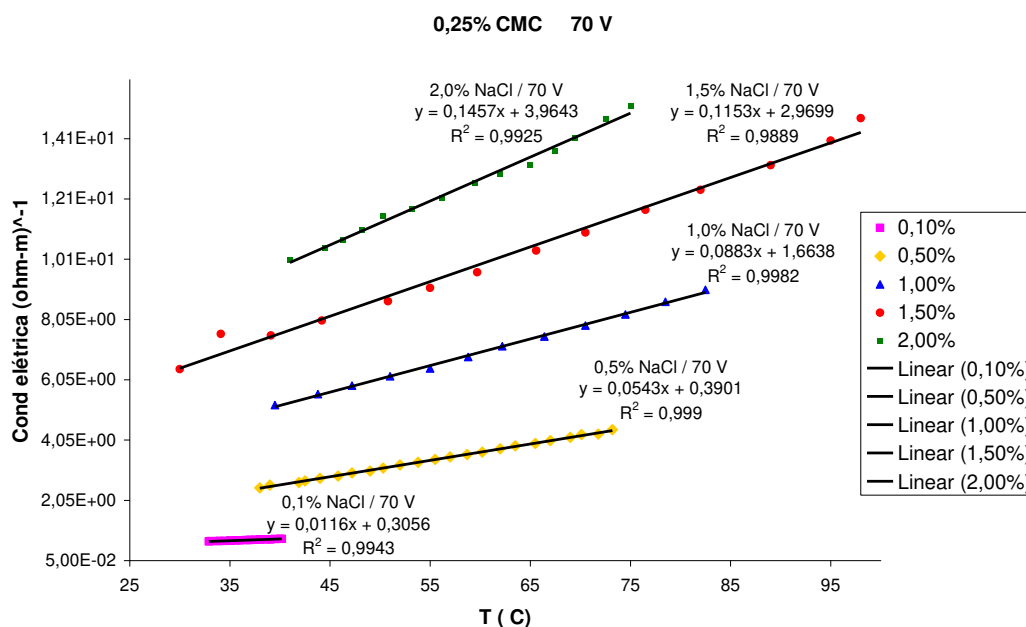


Figura 8.15. Condutividade elétrica em função da temperatura e concentração de NaCl

---

A Figura 8.16 mostra a montagem do experimento.

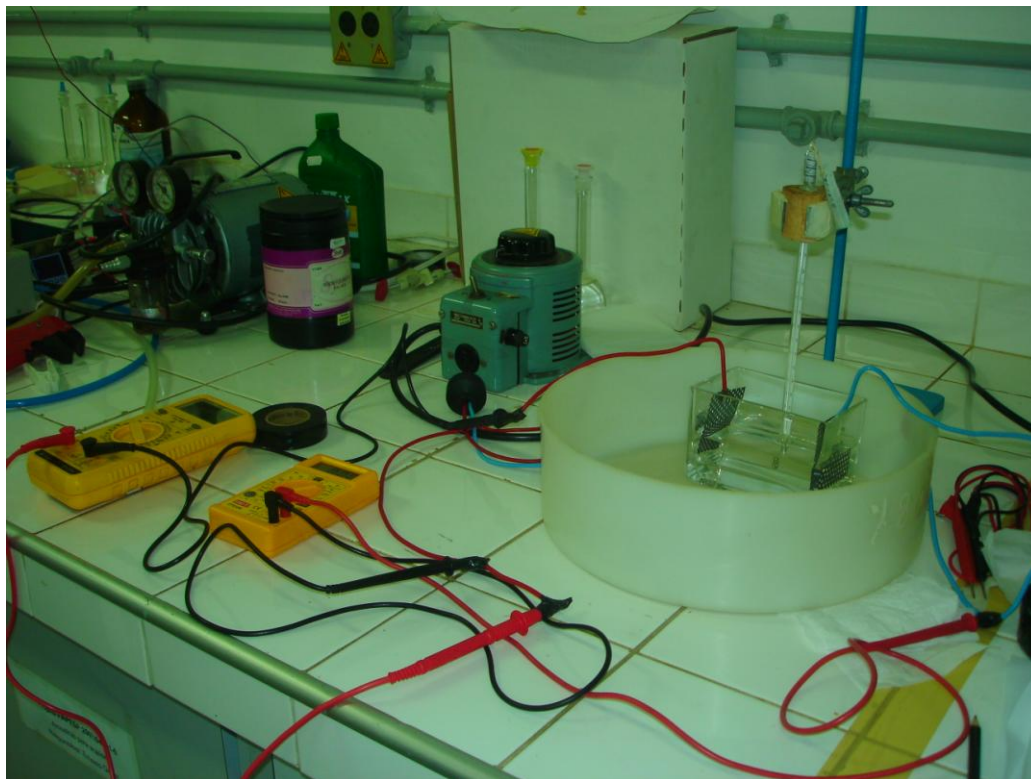


Figura 8.16. Montagem do aquecedor ôhmico de bancada

---

#### ***8.4. Análise do efeito da pressão do sistema nos resultados reológicos***

Além dos cuidados na tomada de pressão e medida da vazão, observou-se que há um efeito de interferência da pressão de saída do equipamento na análise reológica em função. A origem deste fenômeno, não esperado previamente, foi analisada utilizando-se soluções-modelo de sacarose (Newtonianas) e de CMC (não-Newtonianas). Abordagens de corrigir este efeito, de forma que não interfira nos resultados reológicos, sua explicação física e uma possível influência desconhecida em processos industriais ainda estão sendo estudados.

##### **Analisando-se o efeito da variação da pressão de saída:**

Outro grande desafio encontrado ao longo dos experimentos foi a utilização da válvula de contra-pressão, que poderia contribuir para as flutuações na medida de queda de pressão.

Observou-se que com a variação da pressão de saída a cada medida, havia um reflexo no valor de perda de carga.

Para se entender melhor o funcionamento e a resposta da válvula de contra-pressão foram realizados vários testes com água e com solução de sacarose.

##### **Preparo da solução de sacarose:**

Soluções de sacarose foram preparadas para utilização em diversos testes descritos ao longo do relatório.

O preparo foi feito através da dissolução de sacarose em água à temperatura de 70°C.

---

Obtiveram-se soluções de sacarose a 50, 60 e 64°Brix, as quais eram estocadas em câmara a 3°C em embalagem plástica fechada.

Durante os testes variou-se a pressão de saída, mantendo-se fixa a cada vazão ou mantendo-se fixa apenas a pressão de saída na vazão inicial.

Também foram feitas medidas fechando-se as válvulas do medidor diferencial de pressão, zerando-se a pressão e reabrindo-o a cada vazão e medidas parando-se a bomba e reiniciando novamente a cada vazão.

A partir destes testes concluiu-se que se deve tomar cuidado na verificação de que o medidor diferencial de pressão não saia do zero ao longo dos experimentos e que o efeito da pressão de saída pode ser significativo em alguns casos, portanto estão sendo definidos padrões para operação do equipamento levando-se em consideração todas as variáveis analisadas, para que as leituras sejam confiáveis.



---

## 8.5. *Manual de Operação do Equipamento*

### Manual de funcionamento do reômetro capilar para altas temperaturas e pressões:

#### Disposição de tomadas:

- Ligar o inversor de frequência e a extensão com os outros equipamentos nas tomadas azuis no poste de energia do lado direito
- Ligar o microondas na tomada azul no poste de energia do lado esquerdo
- Ligar o computador na extensão

#### Iniciar o myPCLab:

*O myPCLab é um aqisitor de dados que mede e grava temperaturas e pressões do experimento.*

- Conectar o hub na entrada USB lateral do computador
- Conectar a partir da primeira entrada lateral os cabos USB do myPCLab, seqüencialmente, 7, 8, 9 e o sem identificação
- Abrir o atalho "myPCLab" localizado na área de trabalho
- Clicar no ícone "configuração do aparelho" e verificar se os quatro aparelhos foram encontrados pelo programa, se não estiverem respondendo fechar o programa, retirar e recolocar os cabos USB em suas respectivas portas e abrir o programa novamente, quando todos estiverem respondendo a leitura deve ser iniciada
- Cada myPCLab mede um determinado parâmetro. O myPCLab 7 mede as temperaturas de entrada e de saída do microondas, o myPCLab 8 mede as temperaturas de entrada e de saída do capilar de medida, o myPCLab 9 mede a pressão de entrada do fluido no capilar de medida (P10) e a pressão de saída do fluido no capilar de medida (P3) e, por fim, o myPCLab sem identificação mede a pressão na saída do equipamento (P2).

#### Inversor de frequência da bomba de alimentação:

*Através do inversor de frequência é controlada a vazão da bomba, a relação de Hz x vazão é linear.*

- Verificar se o tanque de alimentação está com produto suficiente (lembrar de verificar periodicamente o nível durante o experimento)
- Verificar se a ventoinha de resfriamento da bomba esta ligada à extensão
- Verificar a disposição das válvulas para estabelecer o caminho de escoamento desejado
- Abaixar a alavanca preta acima do inversor de frequência para liga-lo
- Ajustar a frequência inicial de operação desejada pelas setas para cima ou para baixo (a frequência varia de 2 a 60 Hz)
- Apertar o botão verde de start

## **Aquecimento:**

### **1 ) Microondas:**

*A microondas é um meio de aquecimento eficiente por ser rápido e controlável. Cada solução possui uma determinada propriedade dielétrica devida à sua estrutura molecular, esta propriedade é a capacidade que a solução possui absorver microondas, quanto maior o valor dessa propriedade maior a absorção, sendo que a água possui a maior absorção e o ar a menor.*

- Acoplar a mangueira verde (com filtro) ao resfriador do microondas, liga-la e ajustar a vazão de água no rotâmetro para 50L/h
- Girar o botão da direita do controlador de microondas para a posição "On"
- Com o botão da esquerda é controlada a potência, ao girar o botão para esquerda aumenta a potência de microondas aplicada. **IMPORTANTE:** Nunca ligue o microondas com a circulação de produto desligada
- A potência é medida por dois controladores, o controlador analógico da esquerda mede a quantidade de microondas que é enviada para o produto em W e o da esquerda mede a quantidade de microondas que é refletida, o delta entre as duas é a quantidade de energia realmente absorvida pelo produto em circulação.

### **2) Banho de óleo**

*Se a potência do microondas for insuficiente para atingir a temperatura necessária na vazão desejada é possível fazer um pré-aquecimento com o banho de óleo.*

- Ajustar as válvulas da tubulação para que o fluxo de produto passe pelo banho
- Ligar as resistências, controlador de temperatura e agitador do banho na extensão
- Ajustar a temperatura desejada do óleo para pré-aquecimento no controlador digital. Para isso deve-se clicar na seta "esquerda" e ajustar a temperatura desejada através dos botões "cima" ou "baixo", após selecionar a temperatura apertar o botão "set" e o controlador ajustará a temperatura conforme programado

### **Válvula de contra-pressão:**

*Para temperaturas acima de ~100 °C soluções aquosas tendem a ebulir afetando a leitura do equipamento, isso é evitado usando a válvula de contra-pressão que aumenta a pressão do sistema e diminui a pressão de vapor da solução. A pressão de saída deve ser ajustada de acordo com a temperatura de trabalho.*

- Ajustar a rosca da válvula de contra-pressão localizada no final do resfriador para a pressão de saída desejada (P3)

#### **Parâmetros avaliados:**

Para efetuar a análise reológica é necessário o registro dos seguintes dados:

- Frequência do inversor da bomba
- Temperaturas (entrada e saída do microondas, entrada e saída do capilar)
- Pressões (pressão de entrada do equipamento (manômetro na saída da bomba = P1), pressão de entrada do capilar (P10), pressão de saída do capilar (P3) e pressão de saída do equipamento (P2). Os manômetros de entrada e saída do capilar também devem ser lidos para assegurar a segurança dos dados
- Vazão: a vazão de alimentação da bomba deve ser medida pelo método óptico/digital, que se dá através da medida do tempo necessário para encher um balão volumétrico de certa graduação, o tempo é medido por um cronômetro. Para uma maior acuidade da medida o tempo deve ser superior à 120s, assim o balão deve ser ajustado de acordo com a vazão.
- Potência: Deve-se anotar a potência fornecida pelo microondas e a potência refletida, como o Delta desses valores se obtém a potência absorvida pelo produto

#### **Mudança de capilar:**

*Os capilares devem ser utilizados de maneira crescente, dependendo da viscosidade do produto, pressão da linha e vazão volumétrica da bomba.*

- Para mudar de capilar abre-se as válvulas do capilar seguinte e depois fecha-se as válvulas do capilar que estava sendo utilizado;
- Os termopares devem ser trocados para o capilar seguinte para a monitoração da temperatura de entrada e saída do produto;
- A válvula que liga o capilar e o medidor diferencial de pressão deve ser fechada no capilar que se estava utilizando e a do capilar seguinte deve ser aberta para a medida de delta P ser efetuada;

#### **Resfriador do equipamento:**

*O resfriador é necessário para que a medida da vazão seja eficaz, pois se a temperatura de saída da solução teste fosse maior que a ambiente ocorreriam erros na leitura devido à mudança na densidade pelo acréscimo da temperatura.*

- Colocar uma mangueira no resfriador do equipamento e ajustar um fluxo de água para que a temperatura de saída do produto seja igual a ambiente.

Desenvolvido por Rafael Ferreira da Silva.

---

## **8.6.      *Relatos de dificuldades encontradas***

Tentou-se utilizar termopar não blindado no controlador de temperatura, porém ele sofria interferência do variador de frequência ligado à bomba. A solução foi utilizar outro termopar tipo T que não sofreu essa interferência.

### **8.6.1. Sistemas desenvolvidos para medida de queda de pressão com o uso do medidor diferencial de pressão**

Para que o produto não entrasse diretamente em contato com o medidor diferencial de pressão, inicialmente montou-se um esquema de tubos e válvulas para operação da medida da queda de pressão utilizando ar comprimido.

A Figura 8.17 mostra a montagem. Vários testes foram realizados, porém a instabilidade da vazão de ar e a imprecisão no controle da mesma impossibilitaram esta forma de uso. Outro fator determinante foi a compressibilidade do ar.



Figura 8.17. Sistema de medida de delta P com ar comprimido

Então foi construído outro sistema combinando água e óleo, que formavam uma interface em um recipiente de vidro. A água entrava em contato com o produto e o óleo com o medidor de pressão. Esta montagem funcionou melhor, porém apresentava freqüente dificuldade de operação, vazamentos de óleo, problemas com presença de bolhas de ar difíceis de identificar e eliminar, deformação da tampa dos recipientes de vidro, o que alterava o volume interno do sistema de forma desuniforme entre os dois lados, acarretando em resultados muitas vezes incoerentes e atraso nos experimentos para sanar os problemas a todo o momento.

Finalmente projetou-se a forma utilizada nos testes finais. Esta é mais simplificada e eficiente. Dois tubos de teflon ligam o ponto de tomada de pressão dos capilares às entradas do medidor diferencial. Como este medidor de pressão pode estar em contato com água, ar ou óleo, os tubos de teflon são preenchidos com água, o meio



---

que transmite a pressão entre as duas extremidades. Por ser um tubo longo e o produto fluir transversalmente dentro dos capilares sob a tomada de pressão, não ocorre diluição do produto na água e não há o risco do mesmo entrar em contato com o medidor. Para garantir a ausência de possíveis bolhas, foram colocadas na parte mais alta dos dois tubos, válvulas para eliminação de ar.

### **8.6.2. Isolamento**

Para a compra e colocação dos isolantes pesquisaram-se vários fornecedores, testaram-se amostras, até se chegar na composição final.

#### *Capilares*

Com a realização dos testes e cálculos notou-se que os capilares de 1/4" OD, 3/8" OD e 1/2" OD tinham diâmetros grandes para as aplicações, gerando uma baixa perda de carga e, portanto baixa leitura para a escala do medidor diferencial de pressão. Então os que já haviam sido construídos foram guardados (1/4" OD, 3/8" OD) e continuou sendo utilizado o capilar de 3/16" OD.

Novos capilares de inox conseguiram ser construídos, uma vez que, após muito buscar, encontrou-se fornecedor de capilares de inox em pequenas quantidades. Os dois novos capilares de inox construídos são de 1/8" OD e 1/16" OD para serem utilizados com os produtos menos viscosos e às altas temperaturas.

Outra questão observada ao longo dos testes com as soluções-modelo de CMC e sacarose e com purê de banana é que podem ocorrer flutuações no valor da queda de pressão durante uma leitura, que chegam a ser significativas no resultado da análise reológica.

Uma das formas encontradas para se avaliar estas flutuações e também para se ter medidas contínuas online foi a instalação de um sistema de aquisição de dados, que

---

recebe o sinal do medidor e permite a visualização e gravação dos mesmos eletronicamente.

Outra medida tomada foi enviar o medidor diferencial de pressão para manutenção e calibração no fornecedor.

### *Termopares*

Inicialmente utilizava-se para registro de temperatura termopares tipo T blindados e um aquisitor de dados Ellab TM9616<sup>®</sup> na entrada e saída dos capilares, entrada e saída do aquecimento.

Porém, na troca entre os capilares durante um experimento, era necessária a mudança de lugar dos termopares, o que se tornou complicado, pois acabavam ocorrendo vazamentos durante a troca e as altas temperaturas também eram um agravante.

Conseguiu-se então construir novos termopares tipo T blindados para ficarem fixos na entrada e saída de cada capilar e na entrada e saída do aquecimento.

Além disso, foi possível passar a utilizar aquisitores de dados fixos (MyPCLab<sup>®</sup>) e exclusivos para o equipamento, uma vez que o anterior precisava ser instalado a cada teste e era também utilizado em outros equipamentos. Desta forma os testes passaram a ser mais ágeis.

Na troca entre os capilares durante um experimento, era necessária a mudança de lugar dos termopares, o que se tornou complicado, pois acabavam ocorrendo vazamentos durante a troca e as altas temperaturas também eram um agravante.

### *Vazão*

Outro fator também analisado foi a vazão ao longo dos testes. Foram feitas trocas no rotor da bomba, manutenção da lubrificação e repetição de medidas em

---

diversas condições de vazão e pressurização do equipamento, para se avaliar se a bomba mantinha a vazão constante e se esta não era alterada significativamente pela pressão do equipamento.

Foram conseguidos valores coerentes e constantes de vazão. A altas pressões (em torno de 5 Bar) a vazão tem seu valor reduzido, porém, uma vez em regime, a bomba mantém uma vazão constante ao longo do experimento.

A cada vazão de cada experimento dados são obtidos através de coleta de produto em balão volumétrico cronometrando-se o tempo.

### *Operação*

Na região dos capilares foi possível fazer a comutação destes através de válvulas.

A tomada de pressão também foi comutável facilmente durante os experimentos.

Sistemas de válvulas foram utilizados para se fazer a comutação dos capilares e da tomada de pressão sem que o experimento fosse interrompido.

Os pontos de tomada de pressão de cada capilar foram interligados por uma linha, que leva a um tubo único de cada lado (maior e menor pressão), que são ligados aos dois lados do medidor diferencial de pressão.

Para que o produto não entrasse diretamente em contato com o medidor diferencial de pressão, foram montados e testados diversos esquemas de tubos e válvulas utilizando-se ar comprimido, óleo e água, conforme explicado anteriormente, até se chegar à configuração utilizada atualmente. Dois tubos de teflon ligam o ponto de tomada de pressão dos capilares às entradas do medidor diferencial. Como este medidor de pressão pode estar em contato com água, ar ou óleo, os tubos de teflon são preenchidos com água, o meio que transmite a pressão entre as duas extremidades.



---

A atual configuração foi mais uma vez aperfeiçoada com válvulas e alteração do comprimento do tubo que chega ao medidor, para facilitar a operação e reduzir possíveis erros de medida.

### *Isolamento térmico do equipamento*

Como explicado anteriormente, foram simulados cálculos de espessura crítica de isolante considerando-se valores teóricos estimados.

Para a compra e colocação dos isolantes pesquisaram-se vários fornecedores, testaram-se amostras, até se chegar à composição abaixo.

Foi feita adequada isolação de cada tubo, que consiste de: mangueira de silicone (2,7 mm de espessura), manta térmica de fibra de vidro e borracha (Dinnil<sup>®</sup> - 3,8 mm de espessura), espuma isolante (K-Flex<sup>®</sup> - 36 mm de espessura). Conexões foram cobertas com a espuma isolante (K-Flex<sup>®</sup> - 12 mm de espessura) e as emendas foram feitas com fita adesiva metálica.

### **8.6.3. Cuidados no uso do microondas**

Durante os testes houveram picos de aquecimento, principalmente nas menores vazões, a ponto de o produto entrar em ebulição, “queimar” (no caso do purê de banana) e estourar o tubo de PTFE. Por isso é importante , a cada incremento de potência, já se ter uma estimativa da potência necessária e esperar entrar em regime novamente antes de continuar aumentando a potência.

---

## ***8.7. Adequação da tecnologia de microondas ao aquecimento do equipamento***

Foi testada uma forma mais rápida de aquecimento do produto, o que vem de encontro com os objetivos do projeto, que são obter rapidamente as altas temperaturas de processo, sem resultar em alterações no produto por cozimento.

### **8.7.1. Material e Métodos**

#### **8.7.1.1. Teste do aquecimento com microondas utilizando-se o equipamento de 5.8 GHz**

O equipamento gerador de microondas marca GAE: Gerling Applied Eng. Inc., modelo: GA4007A, 5800 MHz, 700W foi utilizado após o pré-aquecedor, uma vez que este permite alcançar rapidamente as altas temperaturas de processo, causando baixos danos no produto por cozimento.

O produto passa verticalmente através da guia de onda do equipamento gerador de microondas de baixo para cima em um tubo de teflon (PTFE). Este tubo foi conectado às regiões de cobre do equipamento.

Para análise do aquecimento com microondas foi feito um teste com água como produto escoando a uma vazão de  $12 \text{ L h}^{-1}$ . A potência do gerador de microondas foi variada de 250 a 650, com incrementos de 100 W. A cada potência registraram-se as temperaturas de entrada e de saída da guia de onda, na qual o produto é aquecido ao passar.

Uma posterior análise da eficiência do aquecimento com microondas foi feita como explicado abaixo bombeando-se água a uma vazão de  $6 \text{ L h}^{-1}$ , alguns testes foram realizados variando-se a potência do microondas, a fim de otimizar o seu uso analisando-se a velocidade de aumento de temperatura e a eficiência ( $E_{ff}$ ).

$$E_{ff} (\%) = (P_{ab}/P_{ap}) * 100 \quad [70]$$

---

Onde:  $E_{ff}$  – Eficiência (%)

$P_{ab}$  - potência absorvida (calculada a partir da vazão do fluido, calor específico e aumento de temperatura), W

$P_{ap}$  - potência aplicada (obtida a partir do indicador do medidor de potência do equipamento), W

i. Utilizando-se tubo de quartzo

Foram realizados testes utilizando-se um tubo de quartzo de dimensões:

Diâmetro interno: 10 mm

Diâmetro externo: 12 mm

Comprimento: 120 mm

O quartzo é transparente às microondas e permite um aquecimento muito eficiente do produto que está no interior. Este tubo foi conectado às regiões de cobre do equipamento. Ele passa verticalmente através da guia de onda do equipamento gerador de microondas, com o produto escoando de baixo para cima.

Equipamento gerador de microondas:

Marca: GAE: Gerling Applied Eng. Inc., Modelo: GA4007A, 5800MHz, 700W.

Foram realizados testes de temperatura e pressão no tubo, o qual suportou temperatura de 140 °C e pressão de 3kgf/cm<sup>2</sup>.

No teste de aquecimento, utilizou-se inicialmente o óleo mineral, porém este não foi eficiente na absorção de microondas. Desta forma, os testes passaram a ser

---

realizados com água e outras soluções modelo à base de açúcar invertido e hidrocolóide foram utilizadas para validação do equipamento.

ii. Utilizando-se tubo de teflon (PTFE)

Apesar de ser resistente à temperatura e pressão assim como transparente às microondas, o tubo de quartzo apresenta a desvantagem de ser frágil. Em geral o tubo sofria fraturas ao ser encaixado às conexões. Foram testados mais de um tipo de conexão e, para dar maior flexibilidade à montagem, foram ligados tubos flexíveis de teflon com malha de inox nas extremidades do tubo de quartzo, porém as fraturas foram uma dificuldade encontrada, o que acarretava em maior custo e atraso nos ensaios.

Por esta razão, paralelamente aos testes com os tubos de quartzo, buscou-se outro material que pudesse substituí-lo sem a desvantagem da fragilidade.

Encontrou-se o tubo de teflon, que também é transparente às microondas, suporta altas temperaturas e pressões e tem a vantagem de ser flexível.

A empresa Megaflon<sup>®</sup> forneceu uma amostra do material no qual foram realizados testes que comprovaram tanto a eficiência no aquecimento quanto a resistência a temperatura de 140°C e pressão de 3 kgf.cm<sup>-2</sup>. Estes testes foram realizados com este material uma vez que não foram encontradas na literatura e nem com o fornecedor especificações de desempenho nestas condições operacionais.

Os únicos dados encontrados no catálogo da Cole Parmer<sup>®</sup> são referentes a tubos de teflon (PTFE) (DuPont<sup>®</sup>). Entretanto o valor de pressão de 8 kgf/cm<sup>2</sup> refere-se apenas à temperatura ambiente (em torno de 20°C).

Dimensões do tubo de teflon:

Diâmetro interno: 9,6 mm

Diâmetro externo: 11,6 mm

### 8.7.2. Resultados e Discussão

A figura abaixo mostra as temperaturas de entrada e saída do produto (água) na guia de onda a uma vazão de  $12 \text{ L h}^{-1}$ . Cada patamar corresponde a uma potência do gerador de microondas: de 250 a 650 com incrementos de 100 W. Os dois últimos patamares são na mesma potência, porém foi feito um ajuste fino nas impedâncias dentro da guia de onda a fim de diminuir a onda refletida, melhorando o desempenho. A pressão no final da linha foi mantida a  $3,2 \text{ kgf cm}^{-2}$  para que a água não entrasse em ebulição.

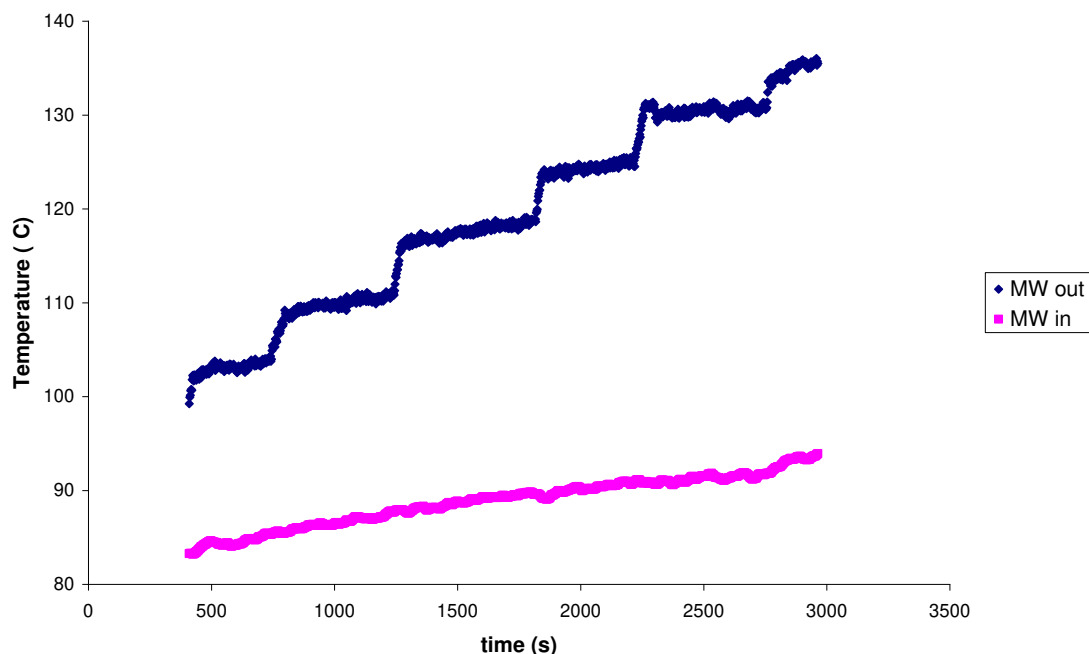


Figura 8.18. Temperaturas de entrada e saída do produto (água) na guia de onda

A figura abaixo mostra que quanto maior a temperatura, menor é a eficiência de absorção de microondas, o que é esperado, uma vez que as propriedades dielétricas do material variam para mais ou para menos, dependendo do material.

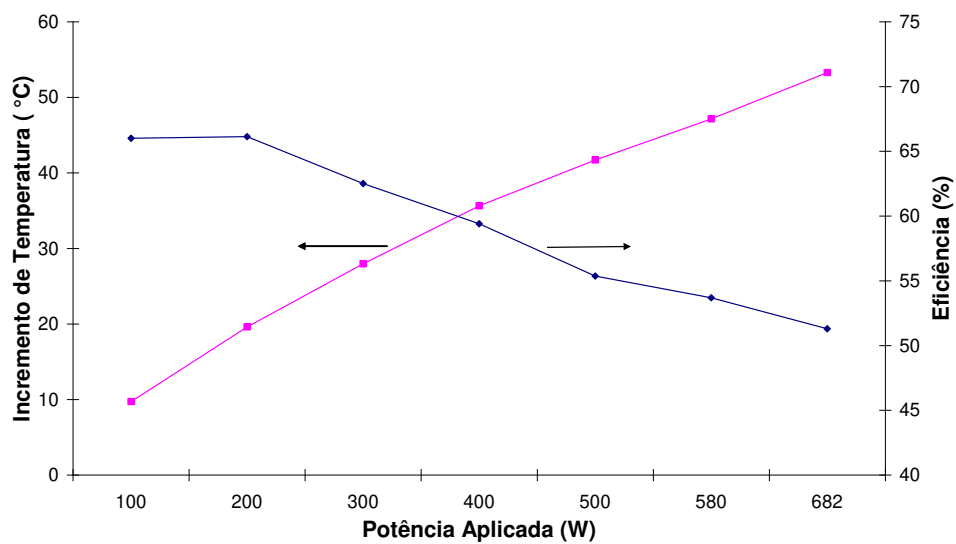


Figura 8.19.  $\Delta T$  e Eficiência vs. Potência Aplicada

Este resultado de eficiência foi melhorado com um maior aperfeiçoamento no isolamento do equipamento na região de aplicação e as temperaturas esperadas foram alcançadas.

---

## **8.8.      *A RELATIVELY LOW COST MICROWAVE HEATED HIGH TEMPERATURE RHEOMETER***

**Ros-Polski, V.<sup>1</sup>; Schmidt, F. L.<sup>1</sup>; Silva, R. F.<sup>1</sup>; Marsaioli Junior, A.<sup>2</sup>; Vitali, A. A.<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>*UNICAMP - Campinas State University – Campinas – SP - Brazil*

<sup>2</sup>*ITAL – Food Technology Institute – Campinas – SP - Brazil*

Presented at WCCE (World Congress of Chemical Engineering)

Montreal - 2009

Abstract: The importance of using food thermal processing at high temperatures and short time is that it guarantees the microbiological security of the product and leads to a higher preservation of quality characteristics, due to kinetic parameters that allow quality factors to have a lower destruction rate than that of microorganisms. There is a lack of data on rheological fluid behavior at high temperatures due to the difficulties brought by the experimental assembly and originated from the thermal degradation that the product can undergo during the long time required for reaching the equilibrium temperature. Product alterations can occur at high temperatures causing unexpected changes of viscosity, invalidating extrapolations obtained from equations that are true just for around 90°C (rheological measurements in non-pressurized equipment due to boiling of water). The increase or reduction of viscosity can modify the flow behavior of the fluid, thus causing a under or over-processing, depending on the case. For these reasons, it is important to know the rheological properties of the product, thermal treatment target microorganisms, pH, degradation kinetics of quality aspects at process temperatures, such as to make possible the design of optimized thermal treatments for specific products. A low-cost equipment has been built capable of rapidly increasing the product temperature by microwave heating, thus minimizing product changes due to heat, besides permitting the

---

rheological and degradation kinetics analysis at high temperatures. That is the importance and the objective of this study. Experimental results obtained with the new device agreed with the measurements taken from the rotational concentric cylinder rheometer and showed an efficient behavior due to the utilization of microwave heating.

Keywords: rheology, high temperature, HTST, microwave heating, optimization, device, fluid food

## 1. INTRODUCTION

High temperature and short time (HTST) thermal treatment is demanded for low acid ( $\text{pH} \geq 4,6$ ) and high water activity ( $a_w > 0,85$ ) fluid foods (Food Processors Institute, 1983). Even acid products have been processed at high temperatures and aseptic filling because thermo resistant microorganisms cause problems in acid products submitted to hot-filling (below  $100^\circ\text{C}$ ) and due to the fact that at these conditions microbial destruction is faster than that of undesirable alterations occurrence as browning, nutrient destruction. (Stumbo, 1973).

Thermal treatment calculations, optimization and process deviations for conventional or aseptic sterilization of food require knowledge of engineering properties, which depend on temperature (Vitali, 1997).

The flow of fluid food products can be laminar or turbulent and is defined by the Reynolds number (Re) for Newtonian products or, in the case of non-Newtonian, the Re for Power Law is given by the Generalized Reynolds number (Kreith, 1977; Toledo, 1991; Rao and Rizvi, 1995; Steffe, 1996). In both cases the values of the product properties must be at process temperature.

As the flow velocity profile is a function of the rheological behavior of the product (Rao, 1990), the challenge is the attainment of dependable rheological data at high processing temperatures, once they are usually obtained through extrapolations of classic models such as Arrhenius based on data obtained at temperatures below  $100^\circ\text{C}$ . These extrapolations are questionable, because they do not take into account unexpected transformations, as hydrolysis, gelatinization, coagulation, browning, among others (Fennema, 1976; Bobbio and Bobbio, 2001; Bobbio and Bobbio, 2003).

These alterations can cause a deviation of the rheological properties behavior regarding the temperature dependence based on Arrhenius model, which can considerably modify the value of the Re



---

leading to a wrong conclusion of the flow regimen in the holding time calculation of a process, which can lead to under or over-processing. (Rao, 1990).

Literature presents few data on rheological fluid behavior at high temperatures (Dail and Steffe, 1990a; Dail and Steffe, 1990b; Abdelrahim and Ramaswamy, 1995; Rao *et al.*, 1999; Ditchfield, 2004; Chakrabandhu and Singh, 2005). These available data usually comes from expensive equipments where the product is kept at high temperatures for long time inducing undesirable, unexpected or unknown changes. These difficulties brought by the experimental assembly and originated from the thermal degradation that the product can undergo during the long time required for reaching the equilibrium temperature, mainly in the discontinuous systems, were the inspiration for the present work.

Chakrabandhu and Singh (2005) worked with a pressurized capillary rheometer to measure rheological properties of pea suspensions in Carboxi Metil Cellulose (CMC) solution. The data presents significant deviations, even for the pure CMC solution, however they indicate the results tendency. Abdelrahim and Ramaswamy (1995) studied rheological properties of CMC at high temperatures and obtained dilatant behavior as result, perhaps due to post-hydration caused by the heat to which the sample was submitted during the rheological measurement.

## 2. OBJECTIVE

To build a relatively low cost capillary rheometer for direct measurement at high temperatures using microwave heating and minimizing error sources.

## 3. MATHERIAL AND METHODS

In the present work it was used a pressurized capillary rheometer, thus eliminating disadvantages such as time to reach the equilibrium temperature and need for pressurizing a great environment, making it possible to work with suspensions and to have a low cost.

Below is presented the Hagen-Poiseuille equation (Vitali, 1981) for isothermal laminar flow in pipes and Newtonian behavior. The Weissenberg-Rabinowitsch-Mooney equation with correction for the non-Newtonian behavior is presented by Brodkey (1967), Vitali and Rao (1982), Toledo (1991), Steffe (1996).

$$\frac{d^4}{l} = 40,74 \cdot \frac{\dot{V}}{\Delta P} \cdot \eta_a \quad (1)$$

### 3.1 Equipment Project and Construction

*Capillaries.* In order to apply different process conditions according to the properties of each fluid, maintaining a laminar flow (Vitali and Rao, 1982; Brodkey, 1967; Toledo, 1991; Steffe, 1996), the capillaries were dimensioned according to the Hagen-Poiseuille equation (Equation 1), considering: commercial pipes diameters (1/16", 1/8", 3/16", 1/4", 3/8", 1/2"); length (fixed in 1.3 m respecting the measurement region length to diameter ratio  $\geq 100$  (Vitali, 1981) for all cases); pressure (0.01 up to 10 Bar); flow ( $1.67 \cdot 10^{-5} \text{ L min}^{-1}$  up to  $1.67 \cdot 10^{-1} \text{ L min}^{-1}$ ), flow condition ( $Re \leq 2100$  in order to guarantee laminar flow); velocity ( $0.01 \text{ m s}^{-1}$ ). Using Equation 1, for the minimum and maximum flows, the viscosity was calculated for the higher and lower pressure variations in each diameter. Figure 1 presents the obtained curves, which indicate the work regions for each capillary.

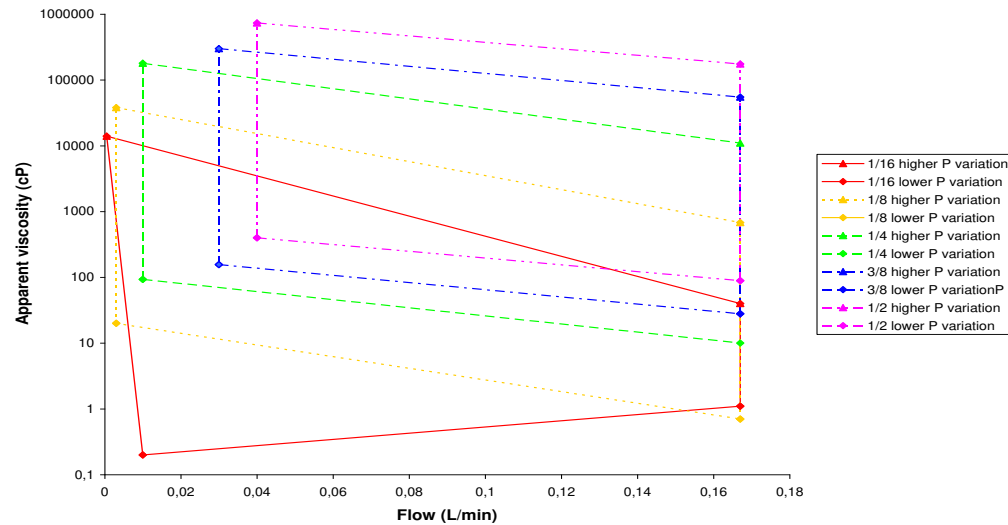


Fig. 1. Work regions for each capillary

The capillaries were constructed in copper and brass connections with isolation. For the construction the entrance and exit lengths were respected in order to allow the complete development of the velocity profile (Vitali and Rao, 1982, Rao and Rizvi, 1995; Rao, 1999): measurement region length to diameter ratio:  $\geq 100$ ; entrance length: 150 diameters; exit length: 50 diameters (Vitali, 1981). They were built in a form which allowed for the commutation between them without interrupting the experiment.

---

*Pre-heater.* The product passes through a heat exchanger, where it is pre-heated in a copper coil (120 cm length by 5/16" OD) immersed in agitated thermal fluid Paratherm OR<sup>®</sup>. It was heated by 1.1 kW total power resistances activated by a temperature PID controller (Markare<sup>®</sup>) and a solid state relay (Markare<sup>®</sup> 24-280VAc).

For the heat exchanger and the electrical resistances specifications, extreme work conditions of the system were taken into account (maximum product temperature: 140°C and maximum pump flow: 60 L h<sup>-1</sup>) in the heat transfer equations (Kreith, 1977).

*Microwave heater.* The pre-heater was used at low temperatures in order to minimize damage to the product. A microwave generating equipment (GAE: Gerling Applied Eng. Incorporated, Model: GA4007A, 5800MHz, 700W) was used after the pre-heater, once it allows to reach quickly the high process temperatures, causing low damages to the product due to cooking. In this way it is possible to obtain more dependable rheological and degradation kinetic results.

This microwave generating equipment was already used for milk pasteurization by Souza (2007).

The product flowing in a pipe crossed orthogonally the microwave waveguide, from bottom to top. A quartz pipe was used at first, for being completely transparent to the microwaves, allowing a very efficient heating. However, due to experimental difficulty of making the high-pressure connections in this pipe without the occurrence of cracks, it was decided to use a Teflon<sup>®</sup> (PTFE) pipe that is also transparent to microwaves, supports high temperatures and pressures and has the advantage of being flexible. Tests were run to prove the heating efficiency and also the resistance to the temperature of 140°C and to a pressure of 3kgf cm<sup>-2</sup> of a PTFE pipe (9.6 mm ID and 11.6 mm OD).

*Pump.* A positive displacement pump (Netzsch<sup>®</sup> type NM 011BY02S12B) and a frequency inverter of 0.1 to 60 Hz (Danfoss<sup>®</sup>, 1HP / 0.75kW) allows a constant specific flow in the range of 5 to 60 L h<sup>-1</sup>.

*Obtaining the pressure drop value.* A differential pressure gauge (Sensym<sup>®</sup> 0 to 10 Bar, 4 to 20 mA output) and a pressure indicator (Markare<sup>®</sup>) were used to obtain the pressure drop value throughout the capillary tube, which is a necessary variable for calculating the rheological parameters.

As the capillaries were built in a form which allowed for the commutation between them, the pressure taps also needed to be easy and quickly commuted during the experiments. The pressure taps points of each capillary were linked by a line, leading to a single pipe at each side (higher and lower pressure), which were plugged to both sides of the differential pressure device. Spherical valves were used to make the capillaries and the pressure taps commutation without interrupting the experiment.

*Insulation.* The insulation around each pipe consisted of: silicon hose (2.7 mm thickness), glass fiber and rubber thermal blanket (Dinnil<sup>®</sup> - 3.8 mm of thickness), insulating rubber foam (K-Flex<sup>®</sup> - 36 mm of thickness). Connections were covered with rubber isolating foam (K-Flex<sup>®</sup> - 12 mm of thickness) and the parts were put together with metallic adhesive ribbon.

---

*Manometers.* Manometers (Hidrotem<sup>®</sup>) (range of pressure: 0 to 10 kgf cm<sup>-2</sup>) for controlling the pressure were used at the exit of the pump and at the end of the line.

*Back-pressure valve.* A back-pressure valve was connected to the end of the line (Teledyne<sup>®</sup>, Model: 647B - 2 - 3/4 - 22), in order for the equipment being kept pressurized and the product not suffering any boiling.

*Volume flow rate data acquisition.* Volume flow rate data were obtained by collecting the product inside a flask and measuring the time by a stop watch.

*Temperature data acquisition.* For temperature registration there were used shielded type T thermocouples and a data logger (Ellab TM9616<sup>®</sup>) in the capillaries entrance and exit, heating entrance and exit. The thermocouples were calibrated in oil bath with a reference thermometer (Incoterm<sup>®</sup> (-10 to 150°C)).

*Cooler.* The cooling was performed through a stainless steel coil (6.5 m length by 3/8" OD) immersed in a current water bath at room temperature.

### 3.2 Preliminary validation tests

Preliminary tests were carried out using automotive mineral oil SAE 20W50 (Lubrax SJ<sup>®</sup> - Petrobrás) in the 1/8" OD capillary at 72°C and in a rotational rheometer (MLW, Model Rheotest 2.1) at temperatures of 25, 50, 75 and 85°C with the concentric cylinders system.

The rheological behavior calculations in the capillary rheometer were based on the Hagen-Poiseuille equations of isothermal laminar flow in pipes (Vitali and Rao, 1982; Brodkey, 1967; Toledo, 1991; Steffe, 1996) and the rheological model was mainly evaluated using the Power Law of Ostwald De Waele model. (Steffe, 1996; Rao, 1999)

In the rotational rheometer the calculations were made from torque ( $\alpha$ ), rotational velocity and geometry data using software that presents as result the rheological model with the respective parameters.

### 3.3 Analyzing the performance of the microwave heating device in the system

The equipment is being tested using water and inverted sugar solution model. The range of flow being used is from 5 to 12 L h<sup>-1</sup>. Some experiments were carried out varying the power of the microwave (MW) device in order to optimize its use and analyze the real energy gain and the velocity of temperature rise.

## 4. RESULTS

### 4.1 Preliminary validation tests

The rheograms obtained from rotational rheometer, as well as from the capillary rheometer are presented in Fig. 2 and show that the results agreed reasonably.

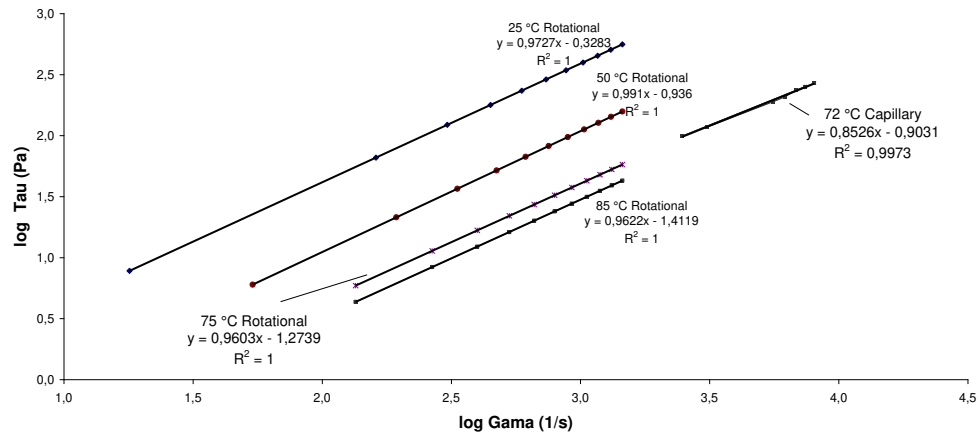


Fig. 2. Results for rotational and capillary rheometers

### 4.2 Analyzing the performance of the microwave heating device in the system

Fig. 3 presents the entrance and exit temperatures of the product (water) in the wave guide for a  $12 \text{ L h}^{-1}$  flow. Each plateau corresponds to a different microwave power of the microwave: from 250 to 650 with 100 W increments. The two last plateaus are at the same power; however, a fine adjustment in the impedances inside the wave guide was performed in order to diminish the reflected wave, improving the performance. The pressure at the end of the line was kept at  $3.2 \text{ kgf cm}^{-2}$  so that the water did not boil.

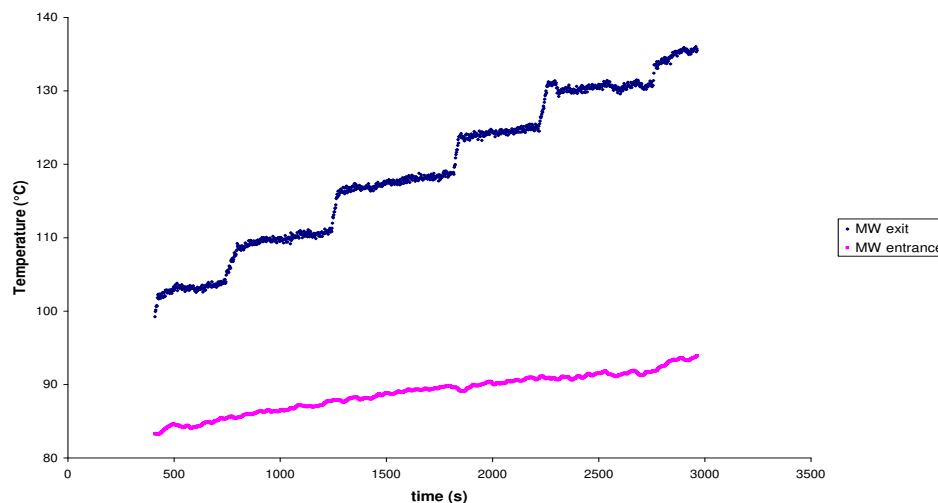


Fig. 3. Entrance and exit temperatures of the product (water) in the wave guide

## 5. CONCLUSION

The tests carried out until now have shown that microwave heating is much more efficient and practical for the project than the conventional heat exchanger, besides offering more precise and speeding up the heating rate of the product, avoiding undesirable changes and leading to more dependable rheological results. It also allows the equipment to be used as a continuous reactor for analyzing kinetics of product changes in a holding tube avoiding deleterious effects of very long come up due to the fast heating rate provided by the microwave device.

### Acknowledgements

The authors would like to acknowledge FAPESP (São Paulo State Research Foundation) for the PhD Scholarship and funding.

### 8.9. Tabela de rotações do Reômetro Rotacional MLW

[illegible]