

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS Faculdade de Engenharia de Alimentos

FERNANDA DE MELO RAMOS

AVALIAÇÃO DE SISTEMA DE SECAGEM EM VACUUM SPRAY DRYER

CAMPINAS 2016

FERNANDA DE MELO RAMOS

AVALIAÇÃO DE SISTEMA DE SECAGEM EM VACUUM SPRAY DRYER

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos exigidos para a obtenção do título de Mestra em Engenharia de Alimentos.

Orientador: Prof. Dr. Vivaldo Silveira Junior Coorientador: Prof. Dr. Ana Silvia Prata Soares

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DA DISSERTAÇÃO DEFENDIDA PELA ALUNA FERNANDA DE MELO RAMOS E ORIENTADA PELO PROF. DR. VIVALDO SILVEIRA JUNIOR

CAMPINAS 2016

Agência(s) de fomento e nº(s) de processo(s): CAPES

Ficha catalográfica Universidade Estadual de Campinas Biblioteca da Faculdade de Engenharia de Alimentos Claudia Aparecida Romano - CRB 8/5816

Ramos, Fernanda de Melo, 1988Ra47a Avaliação de sistema de secagem em vacuum spray dryer / Fernanda de Melo Ramos. – Campinas, SP : [s.n.], 2016.
Orientador: Vivaldo Silveira Junior.
Coorientador: Ana Silvia Prata Soares.
Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos.
1. Vácuo. I. Silveira Junior, Vivaldo. II. Soares, Ana Silvia Prata. III.

Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos. IV. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Evaluation of drying system in vacuum spray dryer Palavras-chave em inglês: Vacuum Área de concentração: Engenharia de Alimentos Titulação: Mestra em Engenharia de Alimentos Banca examinadora: Vivaldo Silveira Junior Miriam Dupas Hubinger Louise Emy Kurozawa Data de defesa: 29-03-2016 Programa de Pós-Graduação: Engenharia de Alimentos

COMISSÃO EXAMINADORA

Prof. Dr. Vivaldo Silveira Junior Orientador Unicamp/ FEA

Prof. Dra. Miriam Dupas Hubinger Membro titular

Unicamp/ FEA

Prof. Dra. Louise Emy Kurozawa Membro titular UEL/ DCTA

Prof. Dr. Gustavo Cesar Dacanal Membro suplente USP/FZEA

Prof. Dr. Rafael Augustus de Oliveira

Membro suplente Unicamp/Feagri

A ata da defesa com as respectivas assinaturas dos membros encontra-se no processo de vida acadêmica do aluno.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, Donizetti (in memoriam) e Eliana, minhas bases, aos meus queridos irmãos, Thaís e Tales e ao Artur, pelo apoio, orações, amor e incentivo.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus que tornou tudo isso possível, guiando meus passos e não me desamparando nos momentos de dificuldade.

Ao meu pai, Donizetti *(in memoriam)*, que mesmo ausente fisicamente se faz sempre presente em todos os momentos da minha vida, e à minha mãe, Eliana, por compreender meus sonhos e me apoiar na realização destes. Aos senhores, muito obrigada pelos valores, cuidado, incentivo, confiança, amor, orações e apoio. Sou eternamente grata por tudo que sempre fizeram por mim. Esta conquista é de vocês!

Aos meus queridos irmãos Thaís e Tales pelo incentivo, cumplicidade e por sempre acreditarem em mim. Devo a vocês também esta conquista!

Ao Artur pelo companheirismo, imensa compreensão, incentivo constante, confiança e paciência. Você foi essencial durante esta caminhada!

Aos meus amados avós pelo amor e apoio.

Ao professor Dr. Vivaldo Silveira Junior pela orientação, competência, paciência e confiança em meu trabalho.

A professora Dra. Ana Sílvia por aceitar prontamente o convite para ser minha coorientadora, pela motivação e confiança em meu trabalho.

Aos eternos amigos da 2006/02 da UFLA, e as queridas amigas de república de Lavras que mesmo de longe estiveram comigo durante toda esta trajetória. Meninas, muito obrigada pelos conselhos, amizade e estímulo transmitido durante esta caminhada, em especial à Paula, Sâmia, Marina, Tânia, Júlia, Dani, Vanessa, Aline, Mari e Marininha.

A Sarinha pela irmandade, paciência e por sempre me apoiar e orar por mim!

A Carol e a Carla pelo apoio, amizade, confiança, paciência, alegrias divididas e por me fazerem sentir em "casa" em Campinas. Obrigada por compartilharem comigo todos os momentos aqui vividos. Vocês trouxeram harmonia para os meus dias.

A Larissa e a Paulinha pela amizade, apoio, incentivo, confiança e ensinamentos durante os experimentos.

Aos colegas de classe 2014/01 e as companheiras de república Jaque, Júlia e Karen, meu muito obrigado pelo conhecimento, paciência e entretenimentos.

Aos funcionários, professores e alunos da Faculdade de Engenharia de Alimentos, em especial do DEA pelo acolhimento, paciência e constantes ensinamentos.

Ao técnico Izaías (Zazá) por trabalhar junto comigo durante todo o experimento, sempre me motivando e acreditando em meu trabalho. Muito obrigada pelo carinho durante esta jornada!

A Cíntia, cujo sobrenome é competência, pelas orientações diárias, pelo trabalho em equipe, por todo conhecimento transmitido e motivação. Com certeza esta dissertação não seria a mesma sem você. Obrigada pela paciência e confiança!

A todos os colegas de trabalho do LACPA, em especial ao Juliano, Camila e Samuel.

Aos amigos, familiares e a todos que colaboraram direta ou indiretamente com a execução deste trabalho.

A CAPES pelo apoio financeiro.

Aos membros pelas contribuições para melhoria do meu trabalho, por meio de sugestões, correções, e por aceitarem participar da minha banca.

RESUMO

A secagem é um dos métodos que auxiliam no aumento da vida útil dos alimentos. Esse processo, quando realizado em equipamentos denominados spray dryer, permite a obtenção de produtos em pó a partir da atomização do material de alimentação em uma câmara de secagem com temperatura elevada. Neste tipo de processo, alguns nutrientes funcionais podem ser degradados devido ao tratamento pelo calor. Alternativamente, processos que preservem componentes termossensíveis são cada vez mais interessantes. O objetivo deste estudo foi estabelecer um equipamento piloto e avaliar as condições operacionais de secagem a vácuo em uma unidade experimental do tipo vacuum spray dryer (VSD). Com a redução da pressão no interior da câmara de secagem, tem-se consequentemente uma temperatura de secagem inferior. O VSD possibilita a obtenção de alimentos em pó ricos em ingredientes sensíveis ao calor, uma vez que não usa altas temperaturas no processo. Um protótipo preliminar foi instrumentado e a influência das condições operacionais das variáveis na eficiência deste processo foi avaliada. Foram realizadas secagens de solução de maltodextrina em spray dryer convencional e em VSD e os pós obtidos nos dois processos foram caracterizados e comparados quanto à distribuição e tamanho de partículas, teor de umidade, densidade aparente, atividade de água e solubilidade. As melhores condições obtidas no VSD foram quando a vazão da solução de alimentação foi de 1,07 mL/min, vazão de ar de atomização acima de 20 L/min, solução de alimentação com 40 °Brix e três bombas de vácuo associadas em paralelo promovendo a baixa condição de pressão no interior da câmara. Houve diferença significativa quanto à distribuição do tamanho de partículas, umidade, atividade de água, solubilidade, rendimento do processo e densidade aparente entre os pós obtidos no processo conduzido em spray dryer e VSD.

Palavras-chave: Nutrientes termossensíveis, vacuum spray dryer, vácuo.

ABSTRACT

Drying is one of the methods that help in increasing the shelf life of foods. Spray drying, held in equipment called spray dryer allows to obtain powders products from the atomization of the feed into a drying chamber under high temperature. In this process, some functional nutrients may be degraded due to the heat treatment. Alternatively, processes that preserve heat sensitive components are increasingly interesting. The objective of this study was to design a pilot equipment and evaluate vacuum drying operating conditions in a vacuum spray dryer (VSD) experimental unit. By reducing the pressure inside the drying chamber, consequently the drying temperature decreases. The VSD obtains powder foods rich in heatsensitive ingredients, since it does not use high temperatures in the process. A preliminary prototype was instrumented, and the influence of operating conditions of efficiency variables this process was evaluated. Were carried drying of maltodextrin solution in conventional spray dryer and VSD, the powders obtained in both cases were characterized and compared by distribution and particle size, moisture content, bulk density, water activity and solubility. The best conditions obtained in the VSD were feed solution flow was 1.065 ml/min, spray air flow rate above 20 L/min, feed solution at 40 ° Brix and three vacuum pumps associated in parallel, inducing the low pressure condition inside the chamber. There was a significant difference in particle size distribution, humidity, water activity, solubility, process yield and bulk density between the powders obtained in conventional spray dryer and VSD.

Keywords: Heat-sensitive nutrients; Vacuum spray dryer; Vacuum.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Diagrama do processo de secagem. Fonte: Brod, 2003
Figura 2: Diagrama da migração de água no interior de um sólido. Fonte: Alonso, 200119
Figura 3: Etapa da secagem por atomização. Fonte: Costa, 2013
Figura 4: Fluxograma esquemático de spray dryer. Fonte: Adaptado de Devakate et al.(
2009)
Figura 5: Projetos de atomizadores de disco centrífugo. Fonte: Mujumdar, 201424
Figura 6: Sistema de secagem multi bicos pressurizados. Fonte: Mujumdar, 201425
Figura 7: Bico de dois fluidos. Fonte: Mujumdar, 2014
Figura 8: Diversas câmaras e métodos de contato gás-sólidos em spray dryers. Fonte:
Mujumdar, 2014
Figura 9: Exemplos de sistemas de descarga: A, saída de ar; PS, produto seco; R, raspador; V,
vibrador. Fonte: Mujumdar, 201429
Figura 10: Ciclone. Fonte: Carvalho, 2010
Figura 11: Diagrama esquemático do VSD33
Figura 12: VSD experimental
Figura 13: Diagrama esquemático do processo de secagem por pulverização de vácuo com
vapor superaquecido. Fonte: Adaptado de Islam et al. (2015)
Figura 14: Dimensões da câmara de secagem do VSD39
Figura 15: Esquema do processo e da instrumentação do protótipo42
Figura 16: Diagrama de blocos para balanços de massa e de energia em VSD49
Figura 17: Representação da etapa de umidificação adiabática na carta psicrométrica, onde
T_{AA} e T_{AS} são as temperaturas do ar de entrada e de saída da etapa de secagem e W_{AA} e W_{AS}
são as umidades absoluta do ar de entrada e de saída. Fonte: Psydemo51
Figura 18: Esquema global das correntes no processo em VDS54
Figura 19: Teste de vazamento na câmara de secagem com vedação em borracha comum61
Figura 20: Teste de vazamento na câmara de secagem com vedação em silicone62
Figura 21: Curva de vazão volumétrica da bomba peristáltica64
Figura 22: Desempenho individual das bombas de vácuo 1, 2, 3 e associadas em paralelo65
Figura 23: a) Secagem de solução com 30°Brix; b) Secagem de solução com 40°Brix70
Figura 24: Produto seco obtido em VSD com solução de alimentação a 40°Brix72
Figura 25: Comportamento da pressão e perfis de temperatura durante o processo em VSD. 77

Figura	26: Distribu	iição de ta	manho de	partículas	obtidas	em spray	dryer e en	n <i>vacuum</i>	spray
dryer									82

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Retenção de antocianinas e temperatura do ar de saída, para as amostras produzidas
com 20% de maltodextrina, sob diferentes temperaturas de secagem. Fonte: Tonon, Brabet e
Hubinger (2008a) (adaptado)
Tabela 2: Descrição da instrumentação do protótipo. 41
Tabela 3: Características da amostra de maltodextrina utilizadas nos ensaios
Tabela 4: Funções de calibração dos transmissores de temperatura utilizados nos ensaios63
Tabela 5: Vazões experimentais de sucção das bombas de vácuo. 66
Tabela 6: Viscosidade aparente das soluções de 30, 40 e 50 °Brix66
Tabela 7: Valores de umidade relativa obtidos na entrada e saída do compressor69
Tabela 8: Teor de umidade do produto seco para a vazão de alimentação de 2,13 mL/min69
Tabela 9: Teor de umidade do produto seco para vazão de 1,07ml/min71
Tabela 10: Caracterização das correntes F, EV's, PS e PR para balanço de massa e de energia
no VSD73
Tabela 11: Caracterização do ar de entrada e saída para balanço de massa e de energia no
VSD74
Tabela 12: Parcelas de potência de calor durante o processamento em VSD da solução
modelo75
Tabela 13: Umidade, atividade de água e solubilidade dos pós produzidos em spray dryer e
em VSD
Tabela 14: Rendimento do processo e densidade aparente dos pós produzidos em spray dryer
e em VSD
Tabela 15: Diâmetro médio das partículas produzidas em spray dryer e VSD. 81

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	15
2. OBJETIVOS	16
2.1. OBJETIVO GERAL	16
2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	16
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
3.1. SECAGEM	17
3.1.1. Princípios da secagem	17
3.1.2. Mecanismo de migração de água	19
3.2. SPRAY DRYER	19
3.2.1. Secagem por atomização	19
3.2.2. Descrição do processo de secagem em spray dryer	22
3.2.3. Atomização	23
3.2.4. Mistura <i>spray</i> -ar e evaporação da água	26
3.2.5. Separação do produto seco do ar de saída	28
3.3. SPRAY DRYER A VÁCUO	30
4. MATERIAL E MÉTODOS	37
4.1. MATERIAL	37
4.1.1. Descrição do cenário em estudo	37
4.1.2. Instrumentos de medição e equipamentos	40
4.1.3. Maltodextrina	43
4.2. MÉTODOS	44
4.2.1. Integridade da câmara de secagem	44
4.2.2. Calibração dos instrumentos	44
4.2.3. Aferição da bomba peristáltica	45
4.2.4. Instrumentação em malha aberta	46
4.2.5. Desempenho das bombas de vácuo	46
4.2.6. Formulação da solução modelo	47
4.2.7. Caracterização do processo	47
4.2.8. Desempenho do VSD	49
4.2.9. Secagem da solução modelo em spray dryer convencional	57
4.2.10. Secagem da solução modelo em VSD	58

4.2.11. Caracterização do pó obtido na secagem em spray dryer e VSD	58
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	61
5.1. INTEGRIDADE DA CÂMARA DE SECAGEM	61
5.2. CALIBRAÇÃO DOS TRANSMISSORES DE TEMPERATURA	63
5.3. AFERIÇÃO DA BOMBA PERISTÁLTICA	63
5.4. DESEMPENHO DAS BOMBAS DE VÁCUO	64
5.4.1. Comportamento da queda de pressão das bombas de vácuo em relação ao tempo	64
5.4.2. Vazão volumétrica de sucção de vapor d'água das bombas de vácuo	65
5.5. CARACTERIZAÇÃO DO PROCESSO	66
5.5.1. Determinação da viscosidade das soluções	66
5.5.2. Avaliação qualitativa da atomização	67
5.5.3. Teste comparativo da admissão de ar atmosférico em relação à admissão de a	ır
comprimido	68
5.5.4. Concentração da solução de alimentação	69
5.5.5. Vazão de solução de alimentação	. 71
5.5.6. Alteração na vazão de sucção da linha de vácuo	72
5.6. DESEMPENHO DO VSD	73
5.6.1. Balanço de massa	73
5.6.2. Balanço de energia	74
5.7. SECAGEM DA SOLUÇÃO MODELO EM VSD	76
5.8. CARACTERIZAÇÃO DAS PARTÍCULAS OBTIDAS EM SPRAY DRYER E VACUUA	М
SPRAY DRYER (VSD)	78
5.8.1. Teor de umidade, atividade de água e solubilidade das partículas obtidas em spra	ıy
dryer e VSD	. 78
5.8.2. Rendimento do processo e densidade aparente das partículas obtidas em spra	ıy
dryer e VSD	79
5.8.3. Distribuição do tamanho de partículas obtidas em spray dryer e VSD	81
6. CONCLUSÃO	83
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	84
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	85
APÊNDICE	90
ANEXOS	92

1. INTRODUÇÃO

A secagem é um método que auxilia no aumento da vida útil dos alimentos. Esta operação unitária consiste na redução da umidade ou atividade de água e, consequentemente, minimiza a decomposição do produto provocada por reações de degradação como reações de Maillard e oxidação ou crescimento microbiano. Além disso, a secagem diminui a massa e o volume do processado, possibilitando, assim, a distribuição de alimentos a baixo custo. Um dos métodos de secagem existentes é o processo por atomização, realizado em equipamentos denominados *spray dryers*. Esse tipo de secagem utiliza um material de alimentação bombeável, como uma solução, e, por meio da atomização dessa solução em uma câmara de secagem com o escoamento de ar a temperatura elevada, obtém-se um produto final na forma de pó.

Durante a secagem, alguns nutrientes funcionais podem ser degradados devido ao tempo de exposição ao tratamento pelo calor. Porém, a indústria requer processos que preservem uma quantidade significativa desses nutrientes no produto. O uso adequado de processos de secagem permite a obtenção de quantidade considerável de produtos termossensíveis no alimento após o processamento. Na secagem por atomização convencional, o alimento em pó é obtido pela atomização dos materiais de alimentação em uma câmara de secagem por contato com ar quente. Uma alternativa para a secagem de alimentos funcionais em *spray dryers* é a redução da pressão da água. A redução da pressão resulta em uma temperatura de secagem inferior e, assim, espera-se a obtenção de alimentos em pó ricos em ingredientes termossensíveis.

A importância da realização de estudos referentes ao desenvolvimento de sistemas de secagem por atomização é a possibilidade da secagem de alimentos termossensíveis em secadores do tipo *spray dryer*, mediante a ação paralela da aplicação de vácuo, ou seja, *vacuum spray dryer* (VSD). Essa alternativa permite a não degradação desses componentes, pois a vantagem desse tipo de processo está na operação à temperatura mais baixa, de forma a não degradá-los como poderia ocorrer em processos por atomização convencional.

Tendo em vista a necessidade de dispor de tecnologia para que a secagem por atomização a baixa pressão possa ter aplicabilidade nacional, justifica-se a proposição deste trabalho, que visa dimensionar um estudo piloto do equipamento, permitindo que parâmetros importantes sejam determinados e orientem projetos de aumento de escala.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GERAL

O objetivo geral deste trabalho foi desenvolver um equipamento piloto e avaliar as condições operacionais de secagem a vácuo em uma unidade experimental do tipo *vacuum spray dryer*.

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Os objetivos específicos deste trabalho foram:

- Construir e instrumentar o protótipo preliminar de *vacuum spray dryer* para definir as condições operacionais;
- Avaliar a influência das condições operacionais das diversas variáveis relevantes na eficiência do processo em *vacuum spray dryer*;
- Realizar a secagem de material selecionado em *spray dryer* convencional e em *vacuum spray dryer* e avaliar as diferenças entre os produtos obtidos.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. SECAGEM

3.1.1. Princípios da secagem

A secagem é uma das mais antigas e usuais operações unitárias encontradas nos mais variados processos utilizados em indústrias agrícolas, cerâmicas, químicas, alimentícias, farmacêuticas, de papel e celulose, mineral e de polímeros. É também uma das operações de maior complexidade e menos compreendida, dada à dificuldade da descrição matemática dos fenômenos envolvidos nas transferências simultânea de calor, massa e quantidade de movimento no sólido (BROD, 2003).

Theodore e Ricci (2010) explicam que no processo de secagem, um líquido (normalmente água) é separado de um sólido úmido por meio do uso de um gás seco quente (normalmente ar). Richardson e Harker (2002) definem a secagem como sendo a remoção final de água, ou outro solvente, e essa operação frequentemente ocorre após etapas de evaporação, filtração ou cristalização. Segundo os autores, muitas vezes a secagem é a etapa final de um processo de fabricação e realizada imediatamente antes da embalagem ou expedição. Mujumdar (2014) apresenta a secagem como um processo de remoção térmica de substâncias voláteis, a fim de se obter um produto sólido seco. Entretanto, observa-se que o processo inadequado de secagem pode levar a danos irreversíveis à qualidade do produto final.

Mujumdar (2014) aponta algumas características do processo de secagem:

a) O tamanho do produto final pode variar desde microns a centímetros (em espessura ou profundidade);

b) A porosidade do produto pode variar de 0% a 99,9%;

c) Os tempos de secagem chegam a variar de 0,25 s (secagem de tecido papel) a até 5 meses (para algumas espécies de madeira de lei);

d) As capacidades de produção podem variar de 0,10 kg/h para 100 toneladas/h;

e) As velocidades de produto variam de 0 (parado) até 2000 m/min (papel de seda);

f) Temperaturas de secagem variam de abaixo do ponto triplo para acima do ponto crítico do líquido;

g) Pressão de trabalho pode variar de fração de milibares a 25 atm;

h) O calor pode ser transferido de forma contínua ou intermitentemente por convecção, condução, radiação ou campos eletromagnéticos.

Entre outros, alguns dos objetivos da secagem são a conservação do material a ser seco (alimentos, vacinas, antibióticos, por exemplo), o armazenamento por um longo período de tempo e a redução dos custos de transporte (JESUS, 2002).

A maioria dos processos de secagem envolve a remoção de água por vaporização, isso faz com que seja necessária a adição de calor ao processo (RICHARDSON; HARKER, 2002). Conforme ilustrado na Figura 1, durante o processo de secagem é necessário fornecer calor para evaporar a água do material, devendo existir também um sorvedor de umidade para a remoção do vapor de água, formado a partir da superfície do material a ser seco. O fornecimento de calor da fonte quente para o material úmido é responsável pela evaporação da água do material e em seguida, o vapor formado é arrastado pela diferença de concentração.



Figura 1: Diagrama do processo de secagem. Fonte: Brod, 2003.

Quando um sólido úmido é submetido à secagem, dois processos ocorrem simultaneamente (MUJUMDAR, 2014):

a) Transferência de energia (principalmente na forma de calor) do ambiente que circunda o sólido para evaporar a água superficial deste;

b) Transferência de massa (água) do interior para a superfície do material e sua subsequente evaporação devido ao primeiro processo.

A secagem é uma operação complexa que envolve, além das transferências de calor e massa, várias transformações físicas ou químicas, que podem causar mudanças na qualidade do produto. As mudanças físicas que podem ocorrer em alimentos incluem encolhimento, que ocorre na secagem de frutas como o tomate, e cristalização dos açúcares. Em alguns casos, alterações na cor, textura, odor ou outras propriedades do produto sólido são constatadas devido a reações bioquímicas que podem ocorrer durante o processo (MUJUMDAR, 2014).

3.1.2. Mecanismo de migração de água

Alonso (2001) afirma que o conteúdo de água ou umidade de um produto é um dos parâmetros mais importantes do material que se pretende secar e é definido como sendo a proporção direta entre a massa de água presente no material e a massa de matéria, ou seja, é o teor de água que pode ser reduzido do material sem alteração da estrutura molecular do sólido. Segundo o autor, a preservação de um alimento, depende, entre outros fatores, da quantidade e disponibilidade da água presente no mesmo.

O movimento de água do interior do produto a ser seco até sua superfície é ilustrado pelos mecanismos de transferência de massa, que indicam a dificuldade de secagem dos produtos. Durante o processo de secagem, a água deve ser conduzida do interior do sólido até a superfície (Figura 2), para que, assim, haja a evaporação de água da superfície do material ao ambiente (ALONSO, 2001).



Figura 2: Diagrama da migração de água no interior de um sólido. Fonte: Alonso, 2001.

3.2. SPRAY DRYER

3.2.1. Secagem por atomização

Existem diversos tipos de secadores para a secagem de materiais distintos. A determinação de qual secador deve ser utilizado no processo de secagem, depende da natureza do produto a ser desidratado, da forma que se deseja dar ao produto final, da quantidade a ser seca e do fator econômico (OI, 2011).

Perry e Green (1997) descrevem quatro tipos de condições de secagem: estática; dinâmica; fluidizada e diluída. O secador do tipo *spray dryer* opera na condição diluída.

Na condição diluída de secagem, os secadores funcionam pelo princípio da atomização do produto a ser desidratado em partículas pequenas e uniformes, sendo essa a principal vantagem do uso desse tipo de equipamento de secagem (OI, 2011).

Masters apud Oi (2011) define *spray dryers* como sendo equipamentos em que a secagem é feita pela atomização, em processo contínuo, no qual um líquido ou uma pasta é transformado em produto seco. Segundo o autor, este tipo de secagem é caracterizado pelo tempo de secagem relativamente menor que em outros tipos de secadores.

De acordo com Foust et al. (1982), os secadores por atomização utilizam uma carga bombeável (solução, suspensão fina, geles, emulsões etc) e obtém um material pulverulento ou na forma de pequenas contas como produto final. A capacidade de produção deste tipo de secador varia desde unidades do porte piloto até unidades industriais com produção de 25 t/h de sólidos. Outra vantagem deste tipo de secador está na curta exposição do produto aos gases quentes, ao mesmo tempo que a evaporação do líquido das gotículas mantém a baixa temperatura do produto, até na presença de gases muito quentes.

Devido à ampla faixa de utilização e da forma conveniente do produto, os secadores por atomização são utilizados para uma enorme variedade de produtos. Café, leite, detergente, corante, pesticida, polímeros, suspensões cerâmicas, plasma sanguíneo, enzimas, penicilina, amido, concentrados metálicos, caulim, alumina, entre outros são exemplos de produtos secos em *spray dryers* (FOUST et al., 1982).

O *spray dryer* é um equipamento constituído por uma câmara grande e cilíndrica, geralmente vertical. Nesta câmara, o material a ser seco é atomizado continuamente sob a forma de pequenas gotículas. A câmara de secagem é alimentada também por um grande volume de ar quente, que se encontra à temperatura suficiente para fornecer o calor necessário para completar a evaporação do líquido. A transferência de calor e transferência de massa são realizadas por meio do contato direto entre o ar quente e as gotículas dispersas. Após ser completada a secagem, o gás resfriado e os sólidos são separados. As partículas maiores são depositadas no fundo da câmara, enquanto as finas são separadas do ar em ciclones externos ou filtros de manga (PERRY, GREEN; 1997).

Segundo Mujumdar (2014), a secagem em *spray dryer* tornou-se um dos métodos mais importantes para secar os alimentos líquidos no mundo ocidental. Para o autor, o desenvolvimento do processo está associado com a indústria de laticínios e a demanda por secagem de leite em pó. O processamento de leite em *spray dryer* remonta a cerca de 1800, porém apenas em 1850 foi possível a produção de leite em pó em escala industrial. Entretanto, esta tecnologia tem sido amplamente utilizada para um grande grupo de alimentos agora secos com sucesso em *spray dryers*. Alguns exemplos de produtos secos em escala industrial nestes equipamentos são produtos alimentícios (leite, soro de leite, ovo, etc.), detergentes, produtos farmacêuticos, químicos, entre outros.

Mujumdar (2014) aponta as principais vantagens da secagem em spray dryer:

a) As propriedades e a qualidade do produto são controladas de forma eficaz;

b) Alimentos sensíveis ao calor, produtos biológicos e farmacêuticos podem ser secos à pressão atmosférica e baixas temperaturas;

c) Este tipo de secagem permite a produção de alta tonelagem em funcionamento contínuo e equipamento relativamente simples;

d) Obtenção de partículas de tamanho uniforme e forma esférica;

e) Como a temperatura de operação do gás pode variar de 150 °C a 600 °C, a eficácia é comparável a de outros tipos de secadores diretos.

O desempenho de um *spray dryer*, depende do tamanho da gota produzida pelo atomizador e a forma em que o meio gasoso se mistura com as gotas. Um atomizador é definido como um dispositivo que faz com que o líquido seja desintegrado em gotas em um intervalo de tamanho determinado, e que controla a sua distribuição espacial (MUJUMDAR, 2014). Na atomização o líquido é desintegrado em diversas partículas individuais, formando uma nuvem.

A maioria dos atomizadores comumente utilizados foram desenvolvidos para líquidos simples. Quando atomizadores são utilizados para pastas entre outros líquidos com propriedades atípicas, o equipamento pode ser danificado. Porém, a consideração de vários tipos e modelos de atomizadores é vantajosa uma vez que desta forma, há opções de modelos para uma seleção adequada para cada tipo de produto e processo (RICHARDSON; HARKER, 2002). Na Figura 3, são ilustradas as etapas do processo de secagem por de atomização.



Segundo o tamanho da câmara de secagem as fases 1, 2 e 3 se completam em não mais de 4 segundos

Figura 3: Etapas da secagem por atomização. Fonte: Costa, 2013.

3.2.2. Descrição do processo de secagem em spray dryer

Na Figura 4, é apresentada uma instalação típica de um *spray dryer*. O ar atmosférico passa por um filtro de ar e em seguida por um aquecedor, penetra pelo topo da câmara de secagem e flui em corrente paralela com as gotículas formadas no atomizador. À medida que as gotículas atomizadas caem no interior da câmara de secagem que se encontra em uma temperatura elevada, a água se evapora no ar quente e deixa o material sólido constitutivo da partícula. As partículas maiores caem no fundo da câmara e as menores são arrastadas pelo ar até os ciclones, onde ocorre a separação dos finos. Dependendo das características desejadas no produto final, são possíveis variações no sistema. O ar de secagem e o produto atomizado podem operar em uma configuração paralela de fluxos, em fluxo contracorrente, ou ainda de forma mista.



Figura 4: Fluxograma esquemático de *spray dryer*. Fonte: Adaptado de Devakate et al.(2009).

Segundo Mujumdar (2014), a secagem por atomização apresenta três processos unitários fundamentais:

- a) Atomização;
- b) Mistura spray-ar e evaporação da água, e;
- c) Separação do produto seco do ar de saída.

3.2.3. Atomização

Masters apud Oi (2011) explica que a atomização da solução no interior da câmara de secagem, permite um aumento da área de contato do produto a ser seco, que em contato com o ar quente realiza a troca térmica e a transferência de massa, provocando assim uma evaporação rápida do solvente contido no produto.

A atomização é a operação mais importante do processo de secagem em *spray dryer*. O tipo de atomizador determina não só a energia necessária para formar o *spray*, mas também o tamanho e a distribuição do tamanho das gotículas, e sua trajetória e a velocidade. O projeto da câmara de secagem também é influenciado pela escolha do atomizador. O tamanho da gota estabelece a superfície de transferência de calor disponível e, assim, a taxa de secagem (MUJUMDAR, 2014).

Independente do tipo de atomização há necessidade de energia para dividir a solução de alimentação em gotículas. Desta forma, os atomizadores podem ser classificados em quatro categorias principais, dependendo do tipo de energia utilizada para produzir as partículas de atomização (BARBOSA-CÁNOVAS et al., 2005):

- a) Atomizadores de disco centrífugos;
- b) Bicos de alta pressão;
- c) Bicos de dois fluidos;
- d) Atomizadores ultrassônicos.

Os atomizadores mais utilizados são os atomizadores de discos centrífugos (rotativos) e os atomizadores de bico de alta pressão (bico pressurizado ou de um só fluido). Os atomizadores de bicos de dois fluidos (pneumáticos) são restritos a aplicações onde a alimentação é muito viscosa (SILVA, 2013).

3.2.3.1. Atomizadores de disco centrífugos

O atomizador de disco centrífugo, também conhecido como atomizador rotativo, utiliza energia centrífuga para atomizar o líquido. A solução é alimentada até o centro do disco, deslocando-se para a extremidade devido à força centrífuga, e desintegrado em gotículas. O ângulo de atomização é de cerca de 180° e forma uma nuvem ampla. Devido à trajetória horizontal, estes atomizadores requerem câmaras de grande diâmetro. O projeto mais comum de atomizador de disco centrífugo apresenta palhetas radiais. A forma destas palhetas é circular, oval ou retangular conforme mostrado na Figura 5 (MUJUMDAR, 2014).



Figura 5: Projetos de atomizadores de disco centrífugo. Fonte: Mujumdar, 2014.

Segundo Mujumdar (2014), a distribuição do tamanho das partículas produzidas pode ser controlada alterando a velocidade do disco. Este tipo de atomizador é muito flexível e permite a utilização para uma ampla variedade de líquidos com propriedades físicas diferentes.

Atomizadores de disco centrífugo são fáceis de operar e manter, não apresentam problemas de entupimento e podem ser utilizados por longos períodos sem que haja problemas na operação. A desvantagem deste tipo de atomizador está no alto preço quando comparados aos outros tipos de atomizadores (BARBOSA-CÁNOVAS et al., 2005).

3.2.3.2. Bicos de alta pressão (bicos pressurizados ou de um só fluido)

Nos bicos de alta pressão, também conhecidos como bocais injetores a um só fluido ou ainda bicos pressurizados, a alimentação é forçada sob pressão, dentro da gama usual de 5-7 MPa, a passar por um orifício geralmente pequeno (0,4 a 4 mm). Nessa configuração de bico, o líquido entra no centro tangencialmente e deixa o orifício sob a forma de um cone oco, com um ângulo que varia de 40° a 140° (MUJUMDAR, 2014).

Bicos de pressão são pequenos, de manutenção simples, fáceis de serem substituídos e ainda de baixo custo. Não são apropriados para soluções altamente concentradas e viscosas devido à tendência de entupimento do orifício (BARBOSA-CÁNOVAS et al., 2005).

A capacidade normal de um bocal não excede 100 L/h. Para processos que exigem maior taxa de alimentação, ou seja, vazões maiores do que 100 L/h, vários bocais são utilizados na câmara de secagem, conforme ilustrado na Figura 6. Devido ao ângulo de atomização ser menor, as câmaras de secagem adotadas com esta configuração de bico, devem ser mais altas e mais estreitas (MUJUMDAR, 2014).



Figura 6: Sistema de secagem multi bicos pressurizados. Fonte: Mujumdar, 2014.

O uso do bico de alta pressão, geralmente, permite a produção de gotículas dentro de uma gama de diâmetros estreitos, e as partículas secas geralmente são esferas ocas. A grande vantagem dos atomizadores de bicos de alta pressão é que quando comparado com os atomizadores de discos centrífugos e com os bicos de dois fluidos, o atomizador com bicos de alta pressão tem um consumo de energia muito baixo (MUJUMDAR, 2014).

3.2.3.3. Bicos de dois fluidos (pneumáticos)

Bicos atomizadores de dois fluidos, também conhecidos como bicos pneumáticos, envolvem o impacto da corrente líquida com uma corrente de ar comprimido, causando a desintegração do líquido em gotículas. Portanto, a atomização acontece devido à desintegração da corrente líquida causada pelo ar injetado (Figura 7).

Estes atomizadores são aplicados em soluções viscosas e requerem câmara de secagem menor. São frequentemente usados em secadores de laboratório e plantas pilotos, ou seja, são adequados para secagens a baixa taxa de produção. São equipamentos mais caros e exigem duas ou três vezes mais energia que os bicos de alta pressão (BARBOSA-CÁNOVAS et al., 2005).



Figura 7: Bico de dois fluidos. Fonte: Mujumdar, 2014.

3.2.3.4. Atomizador sônico

Nos atomizadores sônicos, a alimentação passa pelo cabeçote do bico, que possui um gerador sônico, e rompe-se em gotículas. É um dispositivo adequado para produção de partículas de tamanho inferior a 50 µm. As desvantagens deste tipo de equipamento são as restrições de capacidade, baixas taxas de alimentação e problemas acústicos (BARBOSA-CÁNOVAS et al., 2005).

3.2.4. Mistura spray-ar e evaporação da água

Após saírem do atomizador, as gotículas caem na câmara de secagem. A previsão e o controle do movimento *spray*-ar dentro da câmara de secagem são requisitos importantes para o projeto e desempenho do secador. A forma pela qual o *spray*, ao sair do atomizador se combina com o ar de secagem, determina a taxa e a extensão da secagem (MASTERS, 1972).

A câmara de secagem é o elemento central do processo de secagem por *spray dryer*. A suspensão inicial é atomizada no interior da câmara e em seguida entra em contato com o ar quente, o que proporciona uma evaporação de aproximadamente 95% da água que constitui a gotícula de produto. A câmara tem como função fornecer o tempo de residência do contato entre o ar e as partículas para obtenção do produto seco desejado (MASTERS apud OI, 2011).

O projeto da câmara de secagem depende do tipo de atomizador utilizado, pois o ângulo de pulverização determina a trajetória das gotas e, consequentemente, o diâmetro e a altura da câmara (MUJUMDAR, 2014). Masters apud Oi (2011) afirma que o comportamento das partículas durante a secagem é influenciado pelo tipo de fluxo entre a solução atomizada e o ar quente. O tipo de contato entre o ar e o *spray* é determinado pela posição do atomizador em relação ao ar de entrada.

Segundo Mujumdar (2014), a câmara utilizada em processos de secagem por pulverização pode operar em três tipos básicos de sistemas de contato ar-gotículas (Figura 8). São eles:

a) <u>Fluxo Concorrente</u>: Neste fluxo, o *spray* e o ar de secagem passam pela câmara de secagem no mesmo sentido. É o sistema mais comum, tanto com atomizador de discos ou atomizador de bicos. Quando partículas finas de materiais sensíveis ao calor são necessárias, atomizadores de discos são utilizados. Quando são necessárias partículas grosseiras, utilizam-se bicos atomizadores para secagem. Neste tipo de fluxo, a temperatura do produto final é menor do que a temperatura do ar de entrada.

b) <u>Fluxo Contracorrente</u>: O ar de secagem e o *spray* passam pela câmara de secagem em sentidos opostos. Este tipo de fluxo é utilizado para materiais mais sensíveis ao calor que necessitam de partículas grosseiras ou com porosidade especial, ou ainda com densidade elevada. Bicos atomizadores geralmente são utilizados. Neste tipo de fluxo, a temperatura do produto final é maior que o ar de saída.

c) <u>Fluxo Misto</u>: O fluxo de ar de secagem é direcionado para baixo enquanto a alimentação é pulverizada para cima, retornando esta em fluxo concorrente com o ar. Este tipo de fluxo é empregado quando um produto mais grosseiro é necessário e também quando o tamanho da câmara de secagem é limitado. Até o momento, este sistema tem sido o mais econômico para materiais que podem suportar altas temperaturas sob a forma seca.

A direção do fluxo de ar e a uniformidade da velocidade do ar ao longo de toda a seção transversal da câmara são fatores importantes na determinação da qualidade do produto final. O projeto de distribuição de ar quente deve prevenir o superaquecimento local devido ao fluxo inverso de partículas úmidas na área de ar quente, assegurando que as partículas sejam secas antes de alcançarem a parede da câmara de secagem, além de evitar a secagem insuficiente em alguns pontos da câmara (MUJUMDAR, 2014).



Figura 8: Diversas câmaras e métodos de contato gás-sólidos em *spray dryers*: F: alimentação; G: gás; P: produto; S: *spray*. Fonte: Mujumdar, 2014.

3.2.5. Separação do produto seco do ar de saída

Uma vez seco, o pó é recolhido na parte inferior da câmara de secagem e descarregado (MUJUMDAR, 2014). Segundo a Spraing Systems Co. (1995), o ar de secagem sempre contém uma quantidade de interesse de pó na saída da câmara de secagem (10 a 30%). Dessa forma, é necessário por motivos econômicos e ambientais, recuperar o pó presente neste ar. A essa fração de partículas menores presentes no ar de secagem, denomina-se de fração de finos (CARVALHO, 2010).

A separação pó-ar pode acontecer fora da câmara ou a parte principal de produto pode ser separada no interior da câmara, enquanto que no exterior desta, em um dispositivo de separação, apenas as partículas finas são recolhidas (MUJUMDAR, 2014). Na Figura 9, são ilustrados exemplos de sistemas de descarga de secadores por atomização.



Figura 9: Exemplos de sistemas de descarga: A, saída de ar; PS, produto seco; R, raspador; V, vibrador. Fonte: Mujumdar, 2014.

No primeiro caso da Figura 9, a separação ocorre fora, enquanto que nos outros casos, o produto se acumula na parte inferior da câmara e é descarregada por meio de uma válvula. Vibradores e raspadores rotativos ajudam a transportar o pó quando a parte inferior da câmara é plana ou o ângulo do cone for muito grande.

Um separador ciclônico é composto basicamente por um cilindro vertical com superfície cônica no fundo deste. Possui uma entrada tangencial, normalmente retangular. No ciclone, uma corrente gasosa carregada com as partículas sólidas entra tangencialmente no recipiente cilíndrico com uma velocidade aproximada de 30 m/s. Em seguida a corrente gasosa desce girando numa trajetória helicoidal até a base cônica do ciclone, levando assim, as partículas secas para sua parede. O pó sai pela base através de um dispositivo fechado e o ar limpo sobe em uma trajetória em espiral e sai pela parte superior do equipamento (CARVALHO, 2010).

Logo, o fluxo que o gás segue no interior do ciclone é de um vórtice duplo (Figura 10). O primeiro forma-se quando a corrente gasosa desce em uma trajetória espiral para baixo na zona periférica até o tronco do cone. O segundo vórtice se forma quando o ar limpo retorna, ao longo do eixo do ciclone, para a parte superior deste. Dessa forma, a trajetória do gás descreve igualmente uma hélice (CÂNDIDO, 2000).

Durante o processo de secagem, as partículas secas não possuem o mesmo tamanho. Portanto, o ciclone deve ser projetado para capturar o maior número de partículas possível (CÂNDIDO, 2000).



Figura 10: Ciclone. Fonte: Carvalho, 2010.

3.3. SPRAY DRYER A VÁCUO

A degradação térmica dos pós que são produzidos por *spray dryers* pode ser uma consideração importante na produção de alimentos funcionais em pó. O curto tempo de residência das partículas no interior dos secadores por nebulização, da ordem de segundos (MASTERS apud LANGRISH, 2009), pode ser um fator significativo que afeta a degradação térmica nesse tipo de equipamento, mas as altas temperaturas na entrada, também precisam ser consideradas. Há, claramente, algum nível de degradação térmica para algumas classes de produtos químicos (LANGRISH, 2009).

Zare, Salehi e Niakousari (2012) determinaram as propriedades físicas do pó obtido da secagem de suco de laranja ácido em *spray dryer* e concluíram que o aumento da temperatura do ar de entrada no equipamento ocasionou uma redução do teor de vitamina C do suco de laranja. Os autores afirmam que o calor é um dos fatores mais importantes de degradação da vitamina C. Langrish (2009) afirma que as menores taxas de degradação da vitamina C ocorrem com a menor temperatura do ar de entrada e que temperaturas mais altas podem levar a maiores taxas de degradação.

Tonon, Brabet e Hubinger (2008a) avaliaram a influência da temperatura do ar de secagem sobre as propriedades físico-químicas do suco de açaí em pó produzido por *spray dryer*. A temperatura do ar de secagem variou de 138 a 202 °C. A retenção de antocianinas foi analisada. O aumento da temperatura resultou em maiores perdas de antocianinas, devido à alta sensibilidade deste pigmento a temperaturas muito elevadas. Os autores afirmam que, apesar do processo de secagem em *spray dryer* expor o produto por pouco tempo a uma

temperatura elevada, ocasionando assim uma perda reduzida de compostos termossensíveis, a temperatura de saída do produto é um fator importante que deve ser considerado na retenção desses compostos. Conforme pode ser verificado na Tabela 1, o aumento da temperatura do ar de secagem resultou em temperaturas de saída maiores. Portanto, provavelmente uma das causas da menor retenção de antocianinas, em temperaturas mais elevadas, foi o aumento da temperatura do ar de entrada. Vários pesquisadores também relataram que o aumento da temperatura do ar de saída reduz a sobrevivência de microrganismos após a secagem em *spray dryer* (PEIGHAMBARDOUST; TAFTI; HESARI, 2011).

Tabela 1: Retenção de antocianinas e temperatura do ar de saída, para as amostras produzidas com 20% de maltodextrina, sob diferentes temperaturas de secagem. Fonte: Tonon, Brabet e Hubinger (2008a) (adaptado)

T(°C)	Retenção de Antocianinas (%)	T _{saída} (°C)
138	$84,62 \pm 1,38^{a}$	83 ± 2^{a}
170	$81,09 \pm 1,43^{b}$	97 ± 2^{b}
202	$77,21 \pm 2,20^{\circ}$	112 ± 3^{c}

Letras diferentes indicam diferença significativa entre os resultados obtidos a diferentes temperaturas.

De acordo com Fu e Etzel (1995), a exposição de células *Lactococcus lactis* a altas temperaturas em *spray dryer* resultou em lesão celular. Em geral, as culturas secas em *spray dryer* têm relativamente baixa viabilidade. Assim, as condições do processo devem ser controladas para se obter alta viabilidade (PEIGHAMBARDOUST; TAFTI; HESARI, 2011).

Por meio da redução da pressão no interior da câmara de secagem, tem-se, consequentemente, uma temperatura de secagem inferior, e espera-se que, assim, alimentos em pó ricos em ingredientes sensíveis ao calor sejam obtidos em um *vacuum spray dryer*. Portanto, como há estudos que evidenciam que a secagem por atomização convencional pode degradar compostos termossensíveis, como no caso da secagem de suco de laranja (ZARE; SALEHI; NIAKOUSARI, 2012), suco de açaí (TONON; BRABET; HUBINGER, 2008a) e células de *Lactococcus lactis* (FU; ETZEL, 1995), a hipótese é que o processo em VSD seja uma alternativa de secagem em *spray dryer* para este tipo de produto.

A baixa pressão no interior da câmara de secagem proporciona a transferência de massa pelo processo de evaporação da água. Quando a pressão de vapor da água na fase líquida presente na gota (pressão de saturação) é superior à pressão parcial do vapor de água na fase de gasosa, ocorre a evaporação. Considerando que a mudança de estado da água de líquido para vapor requer energia, então a água presente na gota na fase líquida absorve calor

da sua vizinhança (calor latente de vaporização), aumentando a sua energia interna e muda de estado de agregação, passando para a fase vapor, removendo dessa forma o calor sensível do produto e resfriando os componentes e a água restante na gotícula (OLIVEIRA, 2014).

Quando a densidade do meio gasoso com as moléculas existentes em um determinado volume é inferior à que se encontra na atmosfera, nas condições normais de temperatura e pressão, tem-se o vácuo comercial (cerca de 10⁻³ mmHg). O vácuo indica a ideia de espaço vazio, sem a presença de moléculas ou átomos, mas que até hoje não se conseguiu atingir tal escala (MOUTINHO; SILVA; CUNHA, 1980).

Aoyama, Kitamura e Yamazaki (2009) analisaram experimentalmente as características da secagem em *spray drye*r a vácuo. Os autores explicam que o processo de secagem nesta configuração de equipamento produz pós à temperatura mais baixa (40-60°C), devido à remoção das moléculas de ar, ou qualquer outro gás presentes na câmara de secagem, a baixas pressões atmosféricas (10-20 kPa). No estudo conduzido pelos autores, foram investigadas experimentalmente as características da secagem na câmara a baixa pressão a fim de se obter dados fundamentais sobre o projeto e operação do *vacuum spray dryer*. Como materiais de alimentação, foram utilizados leite condensado e iogurte pastoso.

Neste trabalho, uma bomba de vácuo foi utilizada para promover a baixa pressão no interior da câmara de secagem, e o tipo de atomizador utilizado foi bico de atomização de dois fluidos. O VSD foi construído com base em um *spray dryer* convencional para escala laboratorial (Tóquio Rikakikai, tipo DP-1000). Para remover os vapores de água e impedir que estes chegassem até a bomba de vácuo danificando-a, uma armadilha de frio foi utilizada. Como fonte necessária de calor para secar o material, foi utilizado um aquecedor de infravermelho à distância, instalado próximo ao bico atomizador, e também circulação de água quente na camisa da câmara de secagem.

Os alimentos foram pulverizados em câmaras de secagem aspiradas e não aspiradas e, em seguida, os diâmetros das gotículas pulverizadas foram determinados. As gotículas pulverizadas no interior da câmara aspirada tornaram-se menores. Quando a pulverização foi conduzida à taxa de fluxo de ar menor, a secagem em s*pray dryer* a vácuo foi insuficiente. Em contrapartida, uma taxa de fluxo de ar de pulverização maior resultou na descarga de pós finos para fora da câmara de secagem, de modo que alguns métodos de recolhimento de finos devem ser concebidos para melhorar o desempenho do *spray dryer* a vácuo. Na Figura 11, é apresentado o diagrama esquemático do VSD utilizado neste estudo:



Figura 11: Diagrama esquemático do VSD.

 Compressor de ar, 2. Ar de atomização, 3. Material de alimentação, 4. Misturador, 5. Controlador de temperatura, 6. Aquecedor por infravermelho à distância, 7. Bico atomizador de dois fluidos, 8. Manômetro, 9. Câmara de secagem, 10. Sensor de temperatura, 11. Armadilha de frio, 12. Separador ciclônico, 13. Bomba de vácuo, 14. Circulador de água quente, 15. Medidor de temperatura. Fonte: Aoyama, Kitamura e Yamazaki (2009).

Kitamura et al. (2009) desenvolveram um *vacuum spray dryer*, conduzindo a secagem por atomização em uma câmara de secagem a baixa pressão a uma temperatura inferior à da secagem por atomização convencional. Os materiais secos nesta configuração nova de *spray dryer* foram alimentos probióticos, contendo bactérias produtoras do ácido lático sensíveis ao calor: bebida láctea fermentada e fermento lácteo.

O VSD experimental foi construído com base em um *spray dryer* comercial (EYELA SD-1000; Tokyo, Japan) com um bico de pulverização de dois fluidos. Os principais pontos modificados foram os sistemas de aquecimento e remoção das moléculas de ar da câmara de secagem, conforme ilustrado na Figura 12. Com o intuito de executar a secagem por atomização utilizando a câmara de secagem a baixa pressão, uma fonte de calor diferente do ar quente foi utilizada para fornecer o calor latente de evaporação. Um espiral aquecedor por infravermelho à distância foi ligado próximo ao bico atomizador. Além deste, foi utilizado também um sistema de revestimento com um tubo de vinil torcido em torno da câmara de secagem, a fim de evitar que a umidade evaporada se condense sobre a superfície da parede interior da câmara de secagem. A remoção das moléculas de ar da câmara de secagem foi realizada pela utilização de uma mangueira de exaustão, que foi conectada à parte inferior da câmara de secagem e a exaustão foi realizada pelo uso de uma bomba de vácuo. Uma

armadilha de frio para condensar o vapor evaporado foi instalada entre a bomba de vácuo e a câmara de secagem. Na Figura 12, é ilustrada a configuração do VSD experimental.



Figura 12: VSD experimental.

(1 e 2): Controlador de temperatura. (3) Banho de água. (4) Sensor de temperatura. (5) Câmara de secagem. (6) Sensor de temperatura. (7) Chicana. (8) Aquecedor de infravermelhos à distância. (9) Bico de pulverização. (10) Sensor de temperatura. (11) Manômetro digital. (12) Sensor de temperatura. (13) Bomba de vácuo. (14) Armadilha de frio. (A) Ar comprimido. (B). Material. (P) Bomba de circulação. Fonte: Kitamura et al. (2009).

As temperaturas operacionais de secagem no *spray dryer* a vácuo foram determinadas pelas relações entre a temperatura e a pressão de vapor e foram correlacionadas pela Equação de Clapeyron. Logo, baseados nestas relações, os autores sugeriram que a pressão da câmara de secagem deve ser mantida entre 6 a 12 kPa, a fim de secar os materiais com menor temperatura, cerca de 40°C.

Durante a produção de pó a partir de bebida láctea fermentada no VSD, uma pasta de sólidos extremamente pegajosa, com temperatura mais elevada, foi observada na parte superior da câmara. Também foi verificada presença de áreas não secas durante este processo conduzido a 50°C. Isto ocorreu devido à baixa temperatura de transição vítrea do material. Os autores sugeriram a adição de um plastificante, como a dextrina, na bebida láctea fermentada, com o intuito de elevar a temperatura de transição vítrea para a secagem completa em VSD.

A secagem de fermento lácteo no VSD foi realizada em várias temperaturas de secagem. Para este material, o pó de fermento lácteo pôde ser obtido em todas as temperaturas de secagem experimentais, de 35 a 120°C. Similar ao processamento de bebida láctea fermentada em VSD, uma área não seca foi também observada na parte inferior da câmara.

Segundo os autores, isto ocorreu devido à baixa pressão de atomização. A atividade microbiana no VSD a 35°C foi mantida em 30%. No entanto, no caso dos materiais secos a temperaturas mais elevadas, 120°C, a atividade microbiana foi inferior a 5%.

Kitamura et al. (2009) afirmam que o *spray dryer* a vácuo é um método de secagem eficaz que mantém a quantidade de uma substância ativa de bactérias produtoras de ácido lático como ingredientes funcionais de alimentos probióticos. No entanto, algumas melhorias mecânicas ou operacionais do sistema são necessárias para aumentar a redução do teor de umidade do pó e aumentar a porcentagem de recuperação de sólidos.

Semyonov, Ramon e Shimoni (2011) utilizaram um *spray dryer* a vácuo ultrassônico para produzir células probióticas altamente viáveis. O material de alimentação foi o *Lactobacillus casei subsp. Paracasei* LMG P-21380. Os resultados do estudo demonstraram que a utilização do *spray dryer* a vácuo ultrassônico forneceu uma alta taxa de sobrevivência das células probióticas.

Kitamura, Yamazaki e Yamano (2013) patentearam um dispositivo e o método de secagem por atomização em pressão de vácuo, adequados para secagem de produtos líquidos contendo substâncias suscetíveis à desnaturação pelo calor, como alimentos e produtos medicinais. Para promover o vácuo no interior da câmara de secagem, os inventores utilizaram uma bomba de vácuo e o tipo de atomizador utilizado foi o de dois fluidos.

Islam et al. (2015) secaram suco de laranja concentrado em *spray dryer* a vácuo e avaliaram os efeitos da secagem por atomização a vácuo sobre as propriedades físico químicas do suco de laranja em pó. A maltodextrina foi utilizada como agente de secagem. O secador foi desenvolvido para secagem por atomização a baixas temperaturas (40-50°C) utilizando vapor superaquecido (200°C) como meio de aquecimento. As propriedades físico-químicas do pó de suco de laranja foram obtidas para quatro diferentes combinações de sólidos de suco: sólidos de maltodextrina, e verificou-se que estas foram significativamente afetadas pela concentração de maltodextrina e condições de secagem.

Na Figura 13, é apresentado o diagrama esquemático da configuração utilizada no estudo de Islam et al. (2015). A solução de suco de laranja concentrado e maltodextrina é bombeada por uma bomba dosadora em fluxo ascendente e atomizada no interior da câmara de secagem por um atomizador duplo fluido. Este atomizador é alimentado também com ar comprimido. Neste estudo, vapor superaquecido foi utilizado como fonte de calor. Vapor saturado é aquecido a 200°C por um aquecedor elétrico e injetado na parte inferior da câmara de secagem. Esta é despressurizada por uma bomba de vácuo. A fim de se evitar a formação de depósitos na parede, a câmara de secagem e o primeiro ciclone foram encamisados e água

quente circulada no interior da camisa. O pó seco é escoado da câmara de secagem pelo fluxo de vapor saturado até os ciclones, onde é completamente capturado. O coletor de pó também foi circulado por água quente para evitar a deposição na parede do recipiente. Para evitar danos na bomba de vácuo causado pelos vapores de água da solução atomizada, um condensador foi instalado antes da bomba.



Figura 13: Diagrama esquemático do processo de secagem por pulverização de vácuo com vapor superaquecido. Fonte: Adaptado de Islam et al. (2015).

Durante a secagem por atomização convencional de alimentos líquidos ou pastosos, parte dos ingredientes funcionais termossensíveis é geralmente degradado ou perdidos devido ao contato o com ar quente (KITAMURA et al., 2009). A vantagem da secagem por atomização a vácuo está na produção de pós a temperaturas mais baixas, devido à aspiração da câmara de secagem (AOYAMA; KITAMURA; YAMAZAKI, 2009). Desta forma, nutrientes até então degradados pelo calor na secagem por pulverização convencional não são perdidos na secagem em *spray dryer* a vácuo, e podem então ser secos a baixas pressões e temperaturas.
4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1. MATERIAL

4.1.1. Descrição do cenário em estudo

O sistema de secagem em *vacuum spray dryer* utilizado neste trabalho, foi desenvolvido para secagem de alimentos que possuem nutrientes termossensíveis geralmente degradados durante a secagem por atomização convencional devido ao tempo de exposição ao tratamento pelo calor.

O protótipo experimental do sistema foi montado, instrumentado e avaliado no Laboratório de Automação e Controle de Processos de Alimentos (LACPA) da Faculdade de Engenharia de Alimentos (FEA) na Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP).

4.1.1.1. Equipamentos e acessórios da montagem experimental

4.1.1.1.1. Reservatório de alimentação

O reservatório utilizado para armazenar a solução de alimentação foi um béquer de vidro com capacidade para 250 mL. Internamente ao béquer, foi instalado um sensor de temperatura do tipo Pt100.

4.1.1.1.2. Bomba peristáltica

Uma bomba peristáltica MasterFlex® foi utilizada para o bombeamento da solução de alimentação do reservatório até o atomizador. Essa bomba possui três componentes: o motor, o cabeçote e a mangueira. Um controlador em malha aberta permite o bombeamento em dez velocidades. A faixa de vazão permitida pela bomba é de 2,13 - 35,85 mL/min.

Neste estudo, o modelo do cabeçote utilizado foi o 7013-20 e a mangueira de silicone modelo 6411-13.

4.1.1.1.3. Atomizador

O atomizador utilizado no estudo foi um conjunto atomizador por nebulização duplo fluido (pneumático) composto pelo extensor e capa do bico atomizador tipo mistura interna e externa, construído em aço inox da marca Labmaq do Brasil®. O conjunto é composto pela capa do bico atomizador de 1,0 mm e o extensor do bico de atomização com quatro entradas, sendo uma delas para entrada de ar comprimido e outra para alimentação de líquido. As duas outras são conexões para mangueiras utilizadas para resfriamento ou aquecimento do bico durante a operação de secagem, caso necessário. Neste estudo, estas duas conexões não foram utilizadas, uma vez que no caso de aquecimento da solução, há necessidade de acessórios adaptados, como mangueiras pneumáticas especiais e bico aquecido para evitar a solidificação da amostra no interior do equipamento.

4.1.1.1.4. Compressor de ar

Um compressor de ar de pistão isento de óleo da marca Schulz®, modelo MSV 6, foi utilizado para fornecer o ar comprimido necessário para atomização do fluido no interior da câmara de secagem.

4.1.1.1.5. Válvula agulha

Duas válvulas agulhas manuais em latão forjado, com rosca NPTF de ¼, ideal para sistemas de condução de ar comprimido, foram instaladas no sistema em estudo. Este tipo de válvula permite o ajuste de vazão de acordo com a necessidade.

A primeira foi instalada na saída do compressor para ajustar a vazão de ar comprimido para o atomizador, e a segunda após o rotâmetro, com o intuito de isolar a câmara de secagem da linha de ar comprimido, facilitando assim o abaixamento das condições de pressão desta quando as bombas de vácuo estavam em funcionamento.

4.1.1.1.6. Câmara de secagem

A câmara de secagem utilizada é construída em aço inox com as dimensões apresentadas na Figura 14.



Figura 14: Dimensões da câmara de secagem do VSD.

Nas conexões rosqueadas, foram instalados um sensor de pressão na parte superior da câmara e dois sensores de temperatura do tipo Pt100, sendo um na parte superior e outro na parte inferior desta.

O VSD foi construído baseado nas dimensões do estudo feito por Kitamura et al. (2009). Neste estudo, o *spray dryer* a vácuo experimental foi construído com base em um secador comercial com um bico de pulverização de dois fluidos (EYELA SD-1000; Tokyo, Japan).

Para recolhimento do produto seco, há, na parte inferior da câmara de secagem, um recipiente de vidro rosqueado com capacidade de 100 mL.

4.1.1.1.7. Sistema de vácuo

Foram utilizadas três bombas de alto vácuo de palhetas rotativas, duas fabricadas pela Vacuubrand, modelos RD 4 e RZ 6 e uma fabricada pela DVP modelo DC8D. As curvas de desempenho das bombas encontram-se no Anexo 1.

As bombas de vácuo foram utilizadas individualmente e pela associação em paralelo com o objetivo de obter diferentes vazões de sucção.

4.1.1.1.8. Armadilha de sílica

Como desumidificador da linha de sucção, foi utilizado um kitassato com capacidade para 2 L contendo sílica gel, um sólido microporoso produzido pela reação de silicato de sódio e ácido sulfúrico, para absorção dos vapores de água presentes na linha de vácuo.

A água evaporada quando em contato com o óleo das bombas prejudica sua eficiência. Uma análise visual realizada pelos visores da bomba permite concluir que um óleo que contém excesso de umidade apresenta espuma e coloração diferente. Desta forma, foram realizadas trocas do óleo das bombas durante os experimentos.

Quando observado visualmente que a sílica apresentava mudança em sua coloração, esta era encaminhada a estufa a 105°C por 24 horas para eliminar a umidade ou sua regeneração.

4.1.1.1.9. Linha de vácuo

A câmara de secagem foi conectada por uma mangueira específica para vácuo de diâmetro de 1" a uma tubulação em aço carbono com 2 m de comprimento e diâmetro de 2". Nesta tubulação foram instaladas 3 válvulas esfera de 3/4" conectadas às três bombas de vácuo mediante o emprego de mangueira específica para vácuo.

4.1.2. Instrumentos de medição e equipamentos

Na Tabela 2, são descritos os instrumentos utilizados e a localização destes no protótipo.

Nomenclatura	Descrição e Localização	
TK-101	Reservatório de armazenamento da solução de alimentação	
P-101	Bomba peristáltica	
P-102	Bomba de vácuo 01	
P-103	Bomba de vácuo 02	
P-104	Bomba de vácuo 03	
C-101	Compressor de pistão	
V-101	Válvula agulha na saída do compressor	
V-102	Válvula agulha após o rotâmetro	
V-103	Válvula esfera linha de vácuo – Bomba 01	
V-104	Válvula esfera linha de vácuo – Bomba 02	
V-105	Válvula esfera linha de vácuo – Bomba 03	
TT 101	Transmissor de temperatura no reservatório com solução de	
11 101	alimentação	
TT 102	Transmissor de temperatura na parte superior da câmara de secagem	
TT 103	Transmissor de temperatura na parte inferior da câmara de secagem	
TT 104	Transmissor de temperatura do ar ambiente	
TT 105Transmissor de temperatura do ar de atomização		
MT 101 Sensor de umidade relativa		
PT 101	Transmissor de pressão na parte superior da câmara de secagem	
FI	Rotâmetro	

	Tabela 2: Descrição da instrumentação do protótipo.
a	Descrição e Localização

Na Figura 15, é ilustrado o esquema do processo e da instrumentação do protótipo.



Figura 15: Esquema do processo e da instrumentação do protótipo.

4.1.2.1. Aquisição de dados e microcomputador

O sistema de aquisição de dados utilizado na realização dos experimentos consistiu em um aquisitor de dados, marca NOVUS, e um microcomputador remoto com o programa Field Chart 1.76 para realização das leituras das unidades trabalhadas.

4.1.2.2. Transmissor de temperatura

Os sensores de temperatura utilizados foram termorresistências do tipo Pt100 (TT-101 a TT-104), com precisão de 0,2 °C e linearidade ($R^2 = 0,99$), interligados a transmissores para sua transmissão padrão de sinal.

Os sensores de temperatura foram instalados em dois pontos distintos da câmara de secagem, um na parte superior e outro na parte inferior desta. Foi instalado também um sensor no reservatório que contém a solução de alimentação e um sensor para a medição da temperatura ambiente. Todos esses sensores foram calibrados conforme descrito no item 4.2.3.1..

4.1.2.3. Transmissor de pressão

A pressão no interior da câmara de secagem do *spray dryer* foi mensurada por um transmissor de pressão (PT-101) modelo TPI-Press que opera na faixa de 0 a 760 mmHg de pressão absoluta, com alimentação de 13 - 20 VDC e saída de 4 a 20 mA.

4.1.2.4. Transmissor de umidade relativa e temperatura

Na linha de ar comprimido foi instalado um transmissor de umidade relativa e temperatura modelo RHT-WM da marca Novus para caracterização do ar de atomização. Este sensor oferece alta precisão e estabilidade para medição de umidade relativa e temperatura. Os valores medidos foram convertidos em sinais de saída de 4 a 20 mA, linearmente relacionados a suas leituras.

4.1.2.5. Rotâmetro

Um rotâmetro (FI-101) modelo "N" da marca OMEL®, com escala de 0 a 20 NL/min, foi instalado diretamente na linha de ar comprimido, para medição direta da vazão de fluido gasoso que passava pela tubulação em condições compatíveis aos limites de resistência (temperatura e pressão) do tubo. Este é um instrumento simples construído com tubo de vidro borosilicato e flutuador, indicado para medição instantânea da vazão de fluidos (líquido ou gasoso) que percorram a tubulação.

4.1.3. Maltodextrina

Para formulação da solução modelo, maltodextrina MOR-REX® 1910 foi utilizada. Na Tabela 3, são expressas as características da maltodextrina utilizada para realização dos ensaios.

A ficha técnica da Maltodextrina MOR-REX® 1910 (Maltodextrina 10DE) encontra-se no Anexo 2.

Maltodextrina MOR-REX [®] 1910		
Produtor	Ingredion®	
Descrição tácnico	Composição de açúcares na forma de pó, totalmente solúvel em	
Descrição tecnica	água, produzida através da conversão do amido de milho.	
Umidade	Max. 6 %	
Dextrose equivalente	9-12 %	
Materiais solúveis	99,3%	
Aspecto	Pó branco, levemente doce.	
Aquisição	Mar/15	
Vida útil	24 meses	

Tabela 3: Características da amostra de maltodextrina utilizadas nos ensaios.

4.2. MÉTODOS

4.2.1. Integridade da câmara de secagem

Após a montagem da câmara de secagem, esta foi avaliada quanto a sua estanqueidade, ou seja, sua capacidade de permanecer hermética.

A câmara de secagem foi fechada e vedada com gaxetas. Em uma de suas entradas foi instalada uma mangueira que a conectava a uma bomba de vácuo. A câmara foi então condicionada a vácuo e, com o fechamento da válvula esfera instalada na parte superior da câmara, esta foi isolada fisicamente. Para a avaliação da alteração da pressão interna, a câmara foi monitorada por um período de 24 horas.

4.2.2. Calibração dos instrumentos

4.2.2.1. Transmissores de temperatura

As termorresistências (Pt-100) foram calibradas por meio da comparação dos dados fornecidos pelos transdutores quando submetidos a diferentes temperaturas, em relação às informações de um termômetro padrão sob às mesmas temperaturas. Durante a calibração foi utilizado um banho termostático contendo uma solução de propilenoglicol 37%, em 12

diferentes temperaturas nominais (-10, -5, 0, 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 e 80 °C), um termômetro padrão com escala de -10 a 100°C e o sistema de aquisição de dados para registro.

Os sensores de temperatura (Pt100) e o termômetro padrão foram colocados no banho termostático quando este atingiu cada uma das temperaturas propostas anteriormente. Para estabilização dos dados, o termômetro padrão e os Pt100 ficaram submersos no banho termostático por um período de aproximadamente dez minutos. Em seguida os instrumentos foram recolocados no banho termostático, ainda na mesma temperatura, para fazer a próxima aferição, totalizando três repetições para cada temperatura estudada. Os valores medidos pelos sensores foram comparados com os valores do termômetro padrão e as equações definidas para leitura da temperatura corrigida de cada sensor.

4.2.2.2. Transmissor de pressão e transmissor de umidade relativa e temperatura

O transmissor de pressão e o transmissor de umidade relativa e temperatura foram previamente calibrados pelo fabricante.

4.2.3. Aferição da bomba peristáltica

Para alimentar o fluido no atomizador, foi necessária a utilização de uma bomba que pudesse deslocar o fluido do reservatório no qual foi armazenado até a entrada da solução de alimentação do atomizador. Desta forma, foi interessante o conhecimento da vazão de fluido que a bomba pode deslocar.

A aferição da bomba peristáltica Masterflex® foi realizada para cada um de seus dez pontos. O fluido utilizado para esta determinação foi água a temperatura ambiente (25°C). Utilizou-se um tempo pré-determinado de escoamento de um minuto. Em uma balança analítica a massa de água bombeada foi pesada e, assim, determinada a vazão mássica da bomba. A vazão volumétrica foi obtida multiplicando-se a vazão mássica pelo inverso da densidade da água a 25°C. A aferição foi realizada em três repetições.

4.2.4. Instrumentação em malha aberta

A instrumentação do protótipo foi instalada em malha aberta, pois as informações das variáveis não foram utilizadas para controlar qualquer entrada do sistema para compensar variações nas variáveis do processo, apenas para monitoramento.

O sistema de instrumentação é constituído por sensores, que são dispositivos que permitem a obtenção de informações instantâneas das grandezas das variáveis do processo, que medem quantidades físicas e as convertem em um sinal padrão (normalmente 4 a 20 mA), capaz de serem enviados à distância para um aquisitor de dados computadorizado.

4.2.5. Desempenho das bombas de vácuo

4.2.5.1. Comportamento da queda de pressão das bombas de vácuo em relação ao tempo

Para avaliar o comportamento da queda de pressão do sistema em relação ao tempo, foram realizados testes em três bombas de vácuo. A câmara de secagem foi isolada e despressurizada pela abertura da válvula esfera que a conectava a linha de vácuo. O comportamento foi avaliado durante três minutos para cada bomba, e em seguida para as três bombas associadas em paralelo.

As aquisições das medidas foram feitas a cada 30 segundos no programa Field Chart 1.94.

4.2.5.2. Vazão de sucção de vapor d'água das bombas de vácuo

A associação de bombas de vácuo em paralelo permite uma maior vazão de sucção em relação às bombas operando individualmente. Dessa forma, foram feitos ensaios para cálculo da vazão de sucção dos vapores d'água.

Uma massa de água no coletor de amostra foi previamente pesada (aproximadamente 50 g) em balança analítica e, em seguida, o coletor foi instalado na câmara de secagem. A câmara foi então despressurizada, até uma pressão de aproximadamente 2 kPa, durante três minutos e a massa de água contida no coletor após este processo novamente pesada. A diferença entre o peso da amostra líquida após a despressurização da câmara e o peso da amostra inicial forneceu a massa de água evaporada pelo processo de resfriamento evaporativo no tempo de três minutos. A multiplicação do valor de vazão mássica obtido pelo inverso da densidade da água na temperatura e pressão em que ela se encontrava, forneceu o valor da vazão volumétrica de sucção de vapor d'água. O tempo de despressurização foi determinado após verificar experimentalmente que quando este era maior, uma camada de gelo era formada na parte superior do líquido influenciando negativamente a transferência de massa de vapor de água do processo.

4.2.6. Formulação da solução modelo

Para a formulação da solução modelo, a maltodextrina MOR-REX® 1910 foi diluída em água destilada nas concentrações estudadas: 30, 40 e 50 °Brix.

As soluções foram preparadas no dia anterior ao processo, vedadas, e agitadas magneticamente até o dia seguinte para melhor incorporação da maltodextrina na água.

4.2.7. Caracterização do processo

Conforme descrito anteriormente no item 4.1.1.1.2, a bomba peristáltica possui dez velocidades de bombeamento. Inicialmente, a vazão de solução de alimentação utilizada em todos os ensaios foi a obtida na posição um da bomba, que forneceu vazão de 2,13 mL/min. Esta definição foi baseada no estudo de Kitamura et al. (2009) em que a câmara de secagem apresenta dimensões semelhantes à deste trabalho, e a vazão de solução de alimentação utilizada foi de 2 mL/min. Esta variável foi fixada e ensaios foram realizados para determinar quais as melhores características do processo, como pressão e vazão do ar de atomização, concentração da solução, e vazão de sucção das bombas de vácuo.

4.2.7.1. Determinação da viscosidade das soluções

A medida da viscosidade das soluções foi realizada através da determinação das curvas de escoamento a 25 °C através de um programa de passos múltiplos usando um intervalo de taxa de cisalhamento variando entre 0 e 300 s⁻¹. Os ensaios foram realizados em um reômetro Physica MCR301 (Anton Paar, Graz, Áustria). As medidas foram realizadas em triplicata, em geometria de cone placa de 6 cm de diâmetro e ângulo de 2°, por sistema Peltier e Gap de 67 mm. As soluções foram avaliadas 8 horas após o seu preparo.

Os dados obtidos foram ajustados a um modelo de Herschel- Buckley (Equação 4.1) para a determinação dos índices de comportamento reológico n e de consistência k (Pa.sⁿ)

$$\sigma = \sigma_0 + k. \, (\dot{\gamma})^n \tag{4.1}$$

Onde: σ_0 é a tensão residual (Pa), σ é a tensão de cisalhamento (Pa) e $\dot{\gamma}$ é a taxa de cisalhamento (s⁻¹).

4.2.7.2. Avaliação qualitativa da atomização

Para determinação da pressão e da vazão mínima de ar comprimido necessária para uma boa atomização no VSD, um kitassato foi utilizado como câmara de secagem por permitir melhor visualização da atomização. O teste foi conduzido de forma observativa, variando-se a vazão de ar comprimido, e garantindo o diferencial de pressão mínimo exigido pelo fabricante.

Neste ensaio, três bombas de vácuo associadas em paralelo foram utilizadas e a solução de alimentação com concentração de 40 °Brix.

4.2.7.3. Teste comparativo: admissão de ar atmosférico versus admissão de ar comprimido

Com o intuito de avaliar a necessidade do uso de compressor para fornecimento de ar comprimido no sistema, um teste com o ar atmosférico sendo utilizado para atomização da solução de alimentação foi realizado. A intenção desta substituição foi a possibilidade de economia energética proporcionada ao sistema. Para isso, uma válvula reguladora de pressão foi instalada na linha de fornecimento de ar para controle da vazão de ar atmosférico para o atomizador.

Neste ensaio, três bombas de vácuo associadas em paralelo foram utilizadas e a solução de alimentação com concentração de 40 °Brix.

4.2.7.4. Concentração da solução de alimentação

Definidas as condições avaliadas nos ensaios anteriores, foram realizados testes com três concentrações de sólidos na solução de alimentação. As concentrações estudadas foram 30, 40 e 50 °Brix. Os pós obtidos em cada ensaio foram submetidos à análise de umidade em estufa. Três bombas de vácuo associadas em paralelo foram utilizadas nestes ensaios.

4.2.7.5. Vazão de solução de alimentação

Experimentalmente, foi observado que quando a vazão de alimentação era diminuída para metade do valor utilizado anteriormente, ou seja, a vazão reduzida de 2,13 mL/min. para 1,07 mL/min., a vazão de produto seco aumentava. Novos experimentos com a vazão de solução de alimentação de 1,07 mL/min foram realizados para dirimir essas dúvidas e determinar a melhor situação de vazão da solução de alimentação. Neste ensaio, três bombas de vácuo associadas em paralelo foram utilizadas e a solução de alimentação com concentração de 40 °Brix.

4.2.7.6. Alteração da vazão de sucção

Após a caracterização do processo utilizando três bombas de vácuo e o pó obtido, um novo experimento removendo uma das bombas de vácuo foi conduzido. Com o intuito de economia energética do sistema, a bomba de vácuo de menor capacidade de sucção (Bomba 01) foi removida do sistema, e o processo de secagem em VSD foi novamente conduzido e analisado.

4.2.8. Desempenho do VSD

Para melhor visualização das correntes de entrada e saída no VSD, o processo foi dividido em três etapas, conforme ilustrado no diagrama de blocos para balanços de massa e energia em VSD da Figura 16.



Figura 16: Diagrama de blocos para balanços de massa e de energia em VSD.

Onde:

F: alimentação;

AA: ar de atomização;

AS: ar de saída;

FS: alimentação após a etapa de secagem;

EV1: água evaporada durante a etapa de expansão;

Q1: calor fornecido pelo ar ambiente ao sistema durante a expansão;

PU: produto úmido obtido após a etapa de expansão;

EV₂: água evaporada durante a etapa de evaporação;

Q2: calor fornecido pelo ar ambiente ao sistema durante a evaporação;

PS: produto seco;

PR: produto residual;

V.C.: volume de controle.

A primeira etapa, descrita como secagem, ocorre quando a solução de alimentação entra em contato com o ar comprimido, ainda no interior do bico de atomização na condição de pressão 120 kPa. As propriedades psicrométricas do ar de atomização foram determinadas durante os ensaios. Com um sensor de umidade relativa, o ar proveniente do compressor teve sua temperatura de bulbo seco (T_{bs}) e umidade relativa (UR) medidas e coletadas. A umidade absoluta do ar de entrada (W_{AA}) foi determinada com o auxílio de uma carta psicrométrica na pressão do ar comprimido na linha (P=120 kPa) a partir dos dois parâmetros de entrada (Figura 17). Para fins de cálculos, a umidade absoluta do ar de saída (W_{AS}) foi considerada com umidade relativa de 100%, devido a uma umidificação adiabática (linha entre os pontos 1 e 2).

A expansão ocorre no momento em que as gotículas da solução advindas do atomizador entram em contato com o ar presente no interior da câmara de secagem, estando este à baixa pressão. Nesta etapa, parte das moléculas de água na fase líquida presentes na gotícula, quando atingem pressão menor que a pressão de saturação, passam para fase vapor. Em seguida ocorre a evaporação da água remanescente na gota. Este processo ocorre quando a pressão de vapor da água na fase líquida presente nesta (pressão de saturação) é superior à pressão parcial do vapor de água na fase de gasosa.



Figura 17: Representação da etapa umidificação adiabática na carta psicrométrica, onde T_{AA} e T_{AS} são as temperaturas do ar de entrada e de saída da etapa de secagem e W_{AA} e W_{AS} são as umidades absolutas do ar de entrada e de saída.

Nas etapas de expansão e evaporação, as correntes Q_1 , Q_2 , EV_1 e EV_2 não puderam ser individualmente mensuradas, uma vez que esses fenômenos ocorrem no interior da câmara de secagem simultaneamente e não permitem medições. Sendo assim, para fins de cálculo, considerou-se as correntes Q_1 e Q_2 como uma única corrente Q's referindo-se ao calor fornecido pelo ambiente ao sistema, e as correntes EV_1 e EV_2 como uma só corrente EV's, ambas na mesma temperatura, referindo-se à massa de água evaporada durante o processo de expansão e evaporação. Durante os ensaios, a temperatura do ar que entrava na armadilha de sílica foi monitorada e registrada, sendo considerada a temperatura das correntes EV's.

A corrente de produto foi dividida em duas partes: produto seco (PS) obtido no coletor de pó e produto residual (PR), material aderido na parede da câmara de secagem, considerando que o produto que ficou retido na armadilha de sílica é desprezível. A temperatura do pó foi monitorada durante os ensaios.

4.2.8.1. Balanço de massa

4.2.8.1.1. Balanço de massa para a etapa de secagem

O balanço de massa na etapa de secagem foi realizado separadamente, pois nesta fase foi possível mensurar todas as correntes de entrada e saída, ficando apenas EV's como incógnita no balanço de massa do volume de controle ilustrado na Figura 16.

Para a etapa de secagem, o balanço de massa global pode ser descrito como:

|--|

Onde:

 \dot{m}_{AA} é a vazão mássica de ar de atomização (g/min);

 \dot{m}_F é a vazão mássica de alimentação (g/min);

 \dot{m}_{AS} é a vazão mássica de ar de saída (g/min);

 \dot{m}_{FS} é a vazão mássica de alimentação após a etapa de secagem (g/min).

Para o ar seco:

\hat{c}	(1,2)
$(I_{AA} \equiv (I_{AC})$	(4.7)
and and	

Onde:

 \dot{G}_{AA} é a vazão mássica de ar seco de atomização (g ar seco/min);

 \dot{G}_{AS} é a vazão mássica de ar seco de saída (g ar seco/min).

Para sólidos:

$$[m_{s,F}]_{entrada} = [m_{s,FS}]_{saida}$$
(4.4)

 $\dot{m}_F \cdot x_{s,F} = \dot{m}_{FS} \cdot x_{s,FS}$ (4.5)

Onde:

 $m_{s,F}$ é a massa de sólidos presentes na alimentação (g);

 $m_{s,FS}$ é a massa de sólidos presentes na alimentação após a etapa de secagem (g); $x_{s,F}$ é a fração mássica de sólidos presente na alimentação (g de sólidos/g alimentação); $x_{s,FS}$ é a fração mássica de sólidos presente na alimentação após a etapa de secagem (g de sólidos/g alimentação).

O balanço de massa da componente água na etapa de secagem permite mensurar a capacidade que o ar de atomização tem de promover a evaporação da água presente na corrente de alimentação (Equação 4.9). Como este ar não foi aquecido, então possuiu baixo potencial para promover uma secagem significativa da corrente de alimentação.

$$[m_{a,AA} + m_{a,F}]_{entrada} = [m_{a,AS} + m_{a,FS}]_{saida}$$
(4.6)

$$\dot{G}_{AA} \cdot W_{AA} + \dot{m}_F \cdot x_{a,F} = \dot{G}_{AS} \cdot W_{AS} + \dot{m}_{FS} \cdot x_{a,FS}$$
 (4.7)

$$\dot{m}_{ev} = \dot{m}_F \cdot x_{a,F} - \dot{m}_{FS} \cdot x_{a,FS} = \dot{G}_{AS} \cdot W_{AS} - \dot{G}_{AA} \cdot W_{AA}$$
(4.8)

Da Equação (4.3), para o balanço de massa para ar seco tem-se que $\dot{G}_{AA} = \dot{G}_{AS} = \dot{G}$, logo,

$$\dot{m}_{ev} = \dot{m}_F \cdot x_{a,F} - \dot{m}_{FS} \cdot x_{a,FS} = \dot{G} \left(W_{AS} - W_{AA} \right)$$
(4.9)

Onde:

 $m_{a,AA}$ é a massa de água presente no ar de atomização (g);

 $m_{a,F}$ é a massa de água presente na alimentação (g);

 $m_{a,AS}$ é a massa de água presente no ar de saída (g);

 $m_{a,FS}$ é a massa de água presente na alimentação após a etapa de secagem (g);

 W_{AA} é a umidade absoluta do ar de atomização na entrada (g de água/g ar seco);

 $x_{a,F}$ é a fração mássica de água presente na solução de alimentação (g água/g alimentação);

 W_{AS} é a umidade absoluta do ar de saída (g de água/g ar seco);

 $x_{a,FS}$ é a fração mássica de água presente na alimentação após a etapa de secagem (g água/g produto);

 \dot{m}_{ev} é a vazão mássica de água evaporada (g/min).

4.2.8.1.2. Balanço de massa no VSD

Para o desenvolvimento das equações para balanço de massa e energia no *vacuum spray dryer*, as seguintes considerações foram feitas:

- a) Volume de controle (V.C.): Câmara de secagem;
- b) Sistema aberto, pois há fluxo de massa através das fronteiras que definem o sistema;
- c) Regime permanente;
- d) Volume rígido;
- e) Processo não adiabático, pois há troca de calor entre o sistema e a vizinhança.

Na Figura 18, é apresentado o esquema global das correntes no processo em VSD.



Figura 18: Esquema global das correntes no processo em VDS.

Em um vacuum spray dryer o balanço de massa global pode ser descrito como:

$\dot{m}_F + \dot{m}_{AA} = \dot{m}_{AS} + \dot{m}_{EV'S} + \dot{m}_{PS} + \dot{m}_{PR}$	(4.10)	
--	--------	--

Onde:

 $\dot{m}_{EV/s}$ é a vazão mássica de água evaporada durante a expansão e evaporação (g/min);

 \dot{m}_{PS} é a vazão mássica de produto seco (g/min);

 \dot{m}_{PR} é a vazão mássica de produto residual (g/min).

Para o ar seco, o balanço de massa no VSD obedece a mesma equação do balanço de ar seco na etapa de secagem (Equação 4.3).

O balanço de massa para sólidos pode ser descrito como:

$$[m_{s,F}]_{entrada} = [m_{s,PS} + m_{s,PR}]_{saida}$$

$$(4.11)$$

$$\dot{m}_{F}.\,x_{s,F} = \dot{m}_{PS}.\,x_{s,PS} + \dot{m}_{PR}.\,x_{s,PR} \tag{4.12}$$

Onde:

 $m_{s,PS}$ é a massa de sólidos presentes no produto seco (g);

 $m_{s,PS}$ é a massa de sólidos presentes no produto residual (g);

 $x_{s,PS}$ é a fração mássica de sólidos presente no produto seco (g de sólidos/g de produto);

 $x_{s,PR}$ é a fração mássica de sólidos presente no produto residual (g de sólidos/g de produto).

Para o balanço de massa de água tem-se:

$$[m_{a,F} + m_{a,AA}]_{entrada} = [m_{a,AS} + m_{a,EV's} + m_{a,PS} + m_{a,PR}]_{saida}$$
(4.13)

$$\dot{m}_{F} \cdot x_{a,F} + G_{AA} \cdot W_{AA} = G_{AS} \cdot W_{AS} + \dot{m}_{EV'S} \cdot x_{a,EV'S} + \dot{m}_{PS} \cdot x_{a,PS} + \dot{m}_{PR} \cdot x_{a,PR}$$
(4.14)

A fração mássica de água na corrente EV's é igual a 1 uma vez que somente água está presente nesta corrente:

$$\dot{m}_F \cdot x_{a,F} - \dot{m}_{EV'S} - \dot{m}_{PS} \cdot x_{a,PS} - \dot{m}_{PR} \cdot x_{a,PR} = \dot{G}_{AS} \cdot W_{AS} - \dot{G}_{AA} \cdot W_{AA}$$
(4.15)

Logo, pela Equação (4.3), tem-se que:

$$\dot{m}_{F} \cdot x_{a,F} - \dot{m}_{EV's} - \dot{m}_{PS} \cdot x_{a,PS} - \dot{m}_{PR} \cdot x_{a,PR} = \dot{G} \left(W_{AS} - W_{AA} \right)$$
(4.16)

Onde:

 $m_{a,EV's}$ é a massa de água presente na corrente de água evaporada (g); $m_{a,PS}$ é a massa de água presente no produto seco (g); $m_{a,PR}$ é a massa de água presente no produto residual (g); $x_{a,EV's}$ é a fração mássica de água na corrente EV's (g água/ g evaporado); $x_{a,PS}$ é a fração mássica de água presente no produto seco (g água/ g produto); $x_{a,PR}$ é a fração mássica de água presente no produto residual (g água/ g produto).

4.2.8.2. Balanço de energia

O balanço de energia no VDS pode ser descrito como:

$$\dot{Q}_F + \dot{Q}_{AA} + \dot{Q}'s = \dot{Q}_{AS} + \dot{Q}_{EV's} + \dot{Q}_{PS} + \dot{Q}_{PR}$$
(4.17)

Onde:

 \dot{Q}_F é a potência térmica fornecida pela solução de alimentação (J/s);

 \dot{Q}_{AA} é a potência térmica fornecida pelo ar de atomização ao sistema (J/s);

 \dot{Q} 's é a potência térmica fornecida pelo ar ambiente ao sistema (J/s);

 \dot{Q}_{AS} é a potência térmica perdida com ar de saída (J/s);

 $\dot{Q}_{EV/s}$ é a potência térmica perdida com a corrente de água evaporada durante a expansão e evaporação (J/s);

 \dot{Q}_{PS} é a potência térmica perdida com o produto seco (J/s);

 \dot{Q}_{PR} é a potência térmica perdida com o produto residual (J/s).

Cada parcela de calor pode ser calculada através das seguintes equações:

$$\dot{Q}_F = \dot{m}_F (x_{s,F} \cdot Cp_s + x_{a,F} \cdot Cp_a) T_F$$
 (4.18)

$$\dot{Q}_{AA} = \dot{G}_{AA}.\,\hat{h}_{AA} \tag{4.19}$$

$$\dot{Q}_{AS} = \dot{G}_{AS}.\,\hat{h}_{AS} \tag{4.20}$$

$$\dot{Q}_{EV's} = \dot{m}_{EV's} \cdot C p_{vapor} \cdot T_{EV's} \tag{4.21}$$

$$\dot{Q}_{PS} = \dot{m}_{PS} (x_{s,PS} \cdot Cp_s + x_{a,PS} \cdot Cp_a) T_{PS}$$
 (4.22)

$$\dot{Q}_{PR} = \dot{m}_{PR} (x_{s,PR} \cdot Cp_s + x_{a,PR} \cdot Cp_a) T_{PR}$$
 (4.23)

Onde:

 Cp_s é o calor específico dos sólidos (kJ/kg°C); Cp_a é o calor específico da água (kJ/kg°C); T_F é a temperatura da alimentação (°C); \hat{h}_{AA} é a entalpia do ar de atomização (kJ/kg ar seco); \hat{h}_{AS} é a entalpia do ar de saída (kJ/kg ar seco); Cp_{vapor} é a calor específico do vapor (kJ/kg°C); $T_{EV/s}$ é a temperatura da corrente de evaporação (°C); T_{PS} é a temperatura do produto seco (°C); T_{PR} é a temperatura do produto residual (°C).

4.2.9. Secagem da solução modelo em spray dryer convencional

A secagem por atomização foi realizada em um mini *spray dryer* da Labmaq do Brasil®, modelo LM MSD 1.0, com câmara de secagem e ciclone em aço inox. A câmara de secagem possui altura total com a tampa de 0,68 m, diâmetro da tampa de 0,24 m e diâmetro do corpo da câmara de 0,20 m. O ciclone possui altura total de 0,54 m e seu diâmetro maior é de 0,095 m. O atomizador utilizado foi do mesmo modelo utilizado na construção do VSD, um conjunto atomizador por nebulização duplo fluido (pneumático) composto pelo extensor e capa do bico atomizador tipo mistura interna e externa, construído em aço inox da marca Labmaq do Brasil®, com capa do bico atomizador de 1,0 mm. A vazão de ar comprimido foi de 2,4 m³/h e do ar de secagem de 90 m³/h. A solução modelo, na concentração de 40 °Brix foi transportada até o atomizador por uma bomba peristáltica na vazão de 0,0007 m³/h. A temperatura do ar de secagem foi ajustada para 170 °C e a temperatura registrada de saída do produto foi de 112 °C.

4.2.10. Secagem da solução modelo em VSD

A secagem em VSD foi realizada no protótipo experimental construído no Laboratório de Automação e Controle de Processos (LACPA). O fluxo de ar comprimido foi de no mínimo 1,2 m³/h e a pressão na linha de 1,2 bar. A solução modelo de maltodextrina, na concentração de 40 °Brix, foi transportada até o atomizador por uma bomba peristáltica na vazão de 1,07 mL/min. Foram utilizadas três bombas de vácuo associadas em paralelo para promover a baixa condição de pressão no interior da câmara.

Para secagem em VSD, primeiramente as três bombas de vácuo foram ligadas com o lastro de gás aberto durante cinco minutos. Em seguida os lastros de gás foram fechados, para permitir melhor operação das bombas, e a válvula da linha que conecta a câmara de secagem às bombas de vácuo foi aberta. A menor condição de pressão na câmara de secagem foi aguardada e, assim que esta estabilizou, o compressor de ar foi ligado e as válvulas da linha de ar comprimido foram abertas, de forma a permitir que a vazão de ar se mantivesse acima de 1,2 m³/h (20 L/min.). Em seguida, o bombeamento da solução de alimentação foi iniciado. Durante o processo, o compressor de ar acionava-se de forma intermitente devido aos limites mínimo e máximo de pressão de operação do equipamento. Essa condição interferia na vazão de ar comprimido para o sistema. Sendo assim, foi necessário um controle contínuo na válvula de ar comprimido, para não permitir que a vazão do ar ficasse abaixo de 20 L/min. A pressão e a temperatura no interior da câmara de secagem

4.2.11. Caracterização do pó obtido na secagem em spray dryer e VSD

Após a secagem das soluções no *spray dryer* e em VSD, foram realizadas análises para caracterização físico-química dos pós e determinação do tamanho das partículas obtidas. O processo foi realizado em duas repetições em cada equipamento.

4.2.11.1. Determinação de umidade

A determinação do teor de umidade das partículas foi realizada conforme metodologia 925.09 descrita pela AOAC (Association of Official Analytical Chemists, AOAC, 2005). O método gravimétrico, baseado na remoção de água por aquecimento, foi realizado em estufa de circulação forçada a 105 °C \pm 5°C. As análises foram realizadas em

três repetições. O teor de umidade do produto final é um indicador da eficiência do processo de secagem.

4.2.11.2. Rendimento do processo de secagem

O rendimento de processo foi calculado como a razão entre a massa de sólidos do pó obtido após a secagem e a massa de sólidos da solução atomizada, conforme mostra a Equação (4.24).

$$RS(\%) = \frac{M_{s,po}}{M_{s,sol}} \times 100 = \frac{M_{po} \times x_{s,po}}{M_{sol} \times x_{s,sol}} x100 = \frac{M_{po} \times (100 - x_{a,po})}{M_{sol} \times (100 - x_{a,sol})} x100$$
(4.24)

Onde:

M_s é a massa de sólidos (g);

x_s é a fração mássica de sólidos (g sólidos/g solução);

x_a é a fração mássica de água (g sólidos/g solução);

Obs.: Os índices *pó* e *sol* se referem ao produto em pó obtido após a secagem e à solução alimentada no bico atomizador, respectivamente.

4.2.11.3. Atividade de água (a_w)

A atividade de água (a_w) das amostras foi determinada por medida direta no equipamento Aqualab, Dew Point, Water Activity Meter, 4TEV (Decagon Devices Inc., Pulman, EUA). As análises foram realizadas em temperatura ambiente, em três repetições. O equipamento possui exatidão de $\pm 0,003$ a_w.

4.2.11.4. Densidade aparente

Esta propriedade foi determinada através da medida do volume ocupado por 2 g da amostra em pó em uma proveta graduada de 50 mL, sob temperatura ambiente (GOULA e ADAMOPOULOS, 2004). Bateu-se a proveta por três vezes em uma superfície dura com intervalo de 2 segundos entre cada batida.

4.2.11.5. Distribuição do tamanho e diâmetro médio

O diâmetro médio e a distribuição de tamanho das partículas foram determinados por difração a laser, utilizando-se um *Laser Scattering Spectrometer Mastersizer S, modelo MAM 5005* (Malvern Instruments Ltda, Scirocco 2000, Malvern, Reino Unido). Aproximadamente 50 mg de amostra foram dispersos em álcool etílico (99,5 % de pureza) e adicionados na unidade de dispersão do equipamento, preenchida com o mesmo material, sob agitação constante de 1.750 rpm. Foi aplicado o modelo de Fraunhofer para estimar o diâmetro médio de De Broukere (D_[4,3] - Equação 4.25) e a distribuição de tamanho das micropartículas. As amostras foram analisadas em três repetições.

$$D_{4,3} = \frac{\sum_{i=1}^{n} n.d_i^4}{\sum_{i=1}^{n} n.d_i^3}$$
(4.25)

Onde d_i é o diâmetro de gotas e n é o número de gotas.

4.2.11.6. Solubilidade

A solubilidade foi determinada de acordo com e metodologia proposta por Cano-Chauca et al. (2005). O método consiste na adição de 1 g de amostra a um recipiente contendo 100 ml de água destilada, operando com agitação magnética a alta velocidade por 5 minutos, seguida por uma centrifugação a 3000´g, também por 5 minutos. Posteriormente, uma alíquota de 25 ml do sobrenadante é retirada e levada à estufa a 105°C, até peso constante. A solubilidade é calculada pela diferença de peso.

4.2.11.7. Análise estatística

Todas as análises foram feitas em três repetições, com exceção das determinações da distribuição do tamanho de partículas, em que foram realizadas seis leituras de cada amostra, e o rendimento do processo que foi feito em duas repetições. Os resultados foram avaliados estatisticamente por meio da Análise de Variância (ANOVA) e do Teste de Tukey nível 5% Minitab[®]. de de significância, auxílio do programa no com 0

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. INTEGRIDADE DA CÂMARA DE SECAGEM

Conforme metodologia apresentada no item 4.2.1., a câmara de secagem foi avaliada quanto a sua integridade física. Primeiramente a câmara de secagem foi fechada e vedada com gaxetas de borracha para posterior acondicionamento a vácuo. Na Figura 19, é apresentado o comportamento da pressão em relação ao tempo no interior da câmara de secagem vedada com borracha durante a avaliação da estanqueidade.



Figura 19: Teste de vazamento na câmara de secagem com vedação em borracha comum.

A câmara de secagem foi aspirada por uma bomba de vácuo durante 14 minutos até alcançar a pressão de 6,7 kPa. A válvula esfera que conectava a bomba de vácuo a câmara de secagem foi então fechada. A partir deste momento, a pressão na câmara de secagem aumentou de 6,7 kPa para 7,9 kPa progressivamente, em um período de 24 horas, evidenciando uma pequena alteração que caracterizou micro vazamentos, difíceis de evitar em estruturas com flanges e roscas como a trabalhada nessa dissertação. Essa alteração de pressão pode ter ocorrido devido a fatores como a pressão de vapor da borracha, ao processo de dessorção, fenômeno de remoção de substâncias adsorvidas, como, por exemplo, moléculas de água restantes na superfície interna da câmara com eventual alteração pela variação da temperatura e por micro vazamentos através dos flanges e vedações.

Com o intuito de obter melhores condições de vácuo, as gaxetas de borracha foram substituídas por gaxetas em silicone, material este que apresenta pressão de vapor menor que a da borracha. Também, para verificação de micro vazamentos, foi injetado ar comprimido no interior da câmara de secagem e, em seguida, esta foi mergulhada em um recipiente com água para análise visual da formação de bolhas em flanges e parafusos.

Na Figura 20, é apresentado o comportamento da pressão em relação ao tempo na câmara vedada com as gaxetas feitas em silicone durante a avaliação da estanqueidade.



Figura 20: Teste de vazamento na câmara de secagem com vedação em silicone.

A substituição das gaxetas de borracha comum por gaxetas de silicone, em conjunto com a melhoria das vedações em flanges e parafusos, proporcionou o abaixamento das condições de pressão na câmara de secagem. Da mesma forma que anteriormente, a câmara foi aspirada até a condição mínima de pressão, 2,5 kPa, e isolada com o fechamento da válvula esfera. A pressão interna foi monitorada durante 24 horas, sendo que o valor final observado para a pressão foi de 3,5 kPa.

Em ambos os testes, com gaxetas de borracha e com gaxetas de silicone, observou-se oscilações na pressão interna da câmara devido à influência da variação da temperatura externa a mesma. No momento em que a temperatura ambiente diminuiu observou-se uma queda na pressão interna da câmara. O contrário também prevaleceu, quando a temperatura ambiente elevou-se, foi notado um aumento na pressão interna da câmara.

5.2. CALIBRAÇÃO DOS TRANSMISSORES DE TEMPERATURA

A metodologia aplicada na calibração dos transmissores de temperatura foi apresentada no item 4.2.2.1.

Conforme proposto, os dados de temperatura foram tratados, obtendo-se funções lineares que correlacionam a temperatura lida com a temperatura corrigida. As funções lineares estão apresentadas na Tabela 4 e foram utilizadas para conversão das leituras obtidas pelos sensores de temperatura durante os ensaios.

Coeficiente de Sensor Função linear ajustada (°C) Equação correlação (Pt100) R² TT 101 Tc = 1,0004. Ti + 0,53790,99 (5.1)TT 102 Tc = 1,0018. Ti + 0,57390,99 (5.2)TT 103 Tc = 1,0026. Ti + 0,510,99 (5.3)TT 104 Tc = 0,9995. Ti + 0,5962 0.99 (5.4)

Tabela 4: Funções de calibração dos transmissores de temperatura utilizados nos ensaios.

Onde: Tc: temperatura corrigida; Ti: temperatura lida no sensor.

5.3. AFERIÇÃO DA BOMBA PERISTÁLTICA

A bomba peristáltica MasterFlex®, utilizada para bombear a solução até a câmara de secagem, possuiu quatro diferentes tipos de cabeçotes com quatro tipos distintos de tubulações (mangueiras de silicone). A faixa de vazão que o cabeçote 7013-20 e a mangueira 6411-13 ofereceram foi a mais adequada para os ensaios realizados, devido à capacidade de secagem do VSD.

Os dados experimentais realizados com essa configuração, conforme metodologia apresentada no item 4.2.3., estão apresentados na Figura 21 e Equação (5.5).



Figura 21: Curva de vazão volumétrica da bomba peristáltica.

A equação que foi obtida relaciona a vazão volumétrica com a posição da chave da bomba:

$$\dot{v}_a = -0.1247sp^2 + 5.3789sp - 4.1249 \tag{5.5}$$

Onde:

 \dot{v}_a : é a vazão volumétrica da bomba peristáltica (mL/min);

sp: é a posição da chave da bomba que varia entre 0 a 10.

Conforme descrito no item 4.2.7.5, a faixa de operação trabalhada pela bomba peristáltica durante os ensaios experimentais foi de 1,07 (relativo ao ponto intermediário entre as posições 0 e 1) a 2,13 mL/min (relativo ao ponto 1) de solução de alimentação, para obtenção do produto em pó conforme a configuração do bico atomizador. Para a vazão volumétrica de 1,07 mL/min, a aferição foi realizada pela mesma metodologia adotada para as dez posições da bomba.

5.4. DESEMPENHO DAS BOMBAS DE VÁCUO

5.4.1. Comportamento da queda de pressão das bombas de vácuo em relação ao tempo

Na Figura 22, é ilustrado o comportamento da queda de pressão das bombas de vácuo em relação ao tempo, conforme metodologia apresentada no item 4.2.5.1.:



Figura 22: Desempenhos individual das bombas de vácuo 1, 2, 3 e associadas em paralelo.

Ao final de três minutos, as bombas de vácuo 1, 2 e 3, assim como a associação destas em paralelo levaram a mesma pressão final no interior da câmara de secagem (1,73 kPa). A associação em paralelo permitiu que a queda de pressão ocorresse mais rapidamente e quando analisadas individualmente, as bombas de vácuo 1 e 2 apresentaram comportamentos semelhantes e mais eficientes do que a bomba 3, quanto a queda de pressão no interior da câmara.

Conforme apresentado anteriormente, o teste que avaliou a integridade da câmara de secagem apresentou como condição mínima de pressão alcançada no interior dessa o valor de 2,5 kPa. Fatores como a troca de óleo das bombas de vácuo influenciam no seu desempenho e consequente valor de pressão mínima alcançado por essas.

5.4.2. Vazão volumétrica de sucção de vapor d'água das bombas de vácuo

As vazões de sucção dos vapores d'água de cada bomba, determinadas conforme metodologia apresentada no item 4.2.5.2., estão apresentadas na Tabela 5:

	Vazão volumétrica da água	Vazão volumétrica do vapor
Bomba	líquida (mL/min.)	de água (mL/min.)
01	0,47	27.037,58
02	0,83	48.084,23
03	0,78	44.836,91
Associação em paralelo	1,86	107.364,75

Tabela 5: Vazões experimentais de sucção das bombas de vácuo.

Os cálculos foram realizados na pressão de 2,4 kPa e temperatura de 20 °C. Experimentalmente foi possível verificar que a associação das bombas em paralelo possibilitou uma vazão de sucção dos vapores de água maior do que quando as bombas foram instaladas e operavam individualmente. A bomba de vácuo 1 apresentou menor capacidade de sucção dos vapores de água e a bomba de vácuo 2 foi a que apresentou o melhor desempenho no teste.

5.5. CARACTERIZAÇÃO DO PROCESSO

5.5.1. Determinação da viscosidade das soluções

A caracterização reológica das soluções mostrou que essas apresentaram comportamento Newtoniano, sem tensão residual e com índice de comportamento igual a 1. A Tabela 6 apresenta os valores de viscosidade obtidos para as soluções em diferentes concentrações. O aumento da concentração de maltodextrina levou ao incremento da viscosidade das soluções.

Tabela 6: Viscosidade aparente das soluções de 30, 40 e 50 °Brix

Viscosidade (Pa.s)
$0,019 \pm 0,001$
$0,080 \pm 0,003$
$0,435 \pm 0,026$

5.5.2. Avaliação qualitativa da atomização

Conforme as recomendações do fabricante, para uma boa atomização, uma vazão volumétrica mínima de 30 L/min de ar comprimido foi sugerida, porém para o sistema do VSD, este valor é considerado alto, pois compromete a baixa pressão necessária no interior da câmara de secagem.

Desta forma, foram feitos testes para avaliar a qualidade da nuvem de dispersão. Iniciou-se com uma vazão volumétrica de 10 L/min de ar comprimido e pressão do ar igual a 1,2 bar, valor mínimo ajustável na válvula reguladora de pressão do compressor, com a vazão volumétrica de alimentação igual a 2,13 mL/min e com o uso das três bombas de vácuo em paralelo.

Nestas condições, a baixa vazão volumétrica de ar comprimido no atomizador duplo fluido impossibilitou a atomização da solução de alimentação no interior da câmara de secagem, ou seja, a solução não foi atomizada o suficiente para formação de gotículas na saída do bico, portanto, houve a formação de gotas maiores na saída do mesmo. Devido à baixa pressão no interior da câmara e ao tempo de permanência das gotas na saída do bico, essas iniciaram o processo de transferência de massa ainda aderidas ao bico de saída do atomizador. Como a vazão da solução de alimentação foi mantida constante, o processo continuou a ocorrer com as gotas formadas na sequência, as quais perderam água, acumularam-se e empurraram a massa de sólido semi seco, formando uma estrutura sólida cada vez maior em forma de "estalactite", ocasionando o entupimento do bico. Dessa forma, nestas condições operacionais não foi possível obter o produto final seco em pó.

Um novo teste com a vazão volumétrica do ar comprimido aumentada para 20 L/min foi realizado, mantendo-se constantes todas as outras variáveis anteriores. Com esta vazão de ar comprimido, foi possível observar a formação de uma "nuvem" de gotículas no interior da câmara, vindo a beneficiar a taxa de transferência de massa devido à maior área de troca. Com esse valor definido, todos os ensaios foram conduzidos com uma vazão mínima de ar comprimido de 20 L/min e pressão do ar de 1,2 bar.

5.5.3. Teste comparativo da admissão de ar atmosférico em relação à admissão de ar comprimido

Com o intuito de retirar um consumidor de energia (compressor de ar) do VSD e a sua dependência, optou-se pela tentativa de utilizar diretamente o ar atmosférico para atomização da solução de alimentação e assim eliminar o uso do compressor de ar. Utilizando-se a vazão mínima de ar de atomização, determinada no teste 5.5.2, foram realizados ensaios com admissão de ar atmosférico para comparar com a nuvem formada durante admissão de ar comprimido na câmara de secagem, com vazão de alimentação de 2,13 mL/min e concentração de 40 °Brix.

O ensaio com ar atmosférico como ar de atomização não permitiu a formação da "nuvem" de gotículas no interior da câmara. Isso ocorreu devido à baixa pressão deste ar, 0,9 bar (pressão atmosférica de Campinas/SP). O produto obtido neste teste foi uma solução mais concentrada que a solução de alimentação, porém no estado líquido.

Quando ar proveniente do compressor, com pressão igual a 1,2 bar, foi utilizado, houve a formação da "nuvem" de gotículas e consequente transferência de massa da solução atomizada, permitindo a obtenção de produto seco. Portanto, essa diferença mínima de aproximadamente 0,3 bar na pressão do ar de atomização, promoveu a formação de "nuvem" de gotículas no interior da câmara.

O uso do ar atmosférico também apresentou a desvantagem devido ao ar ambiente possuir maior teor de umidade. O ar úmido prejudica a secagem, por carregar mais água para o interior da câmara. Em contrapartida, o uso do compressor teve como vantagem o fornecimento de uma vazão de ar comprimido desumidificado. Durante os ensaios, foi observado que o ar que saiu do compressor apresentou umidade relativa inferior ao ar atmosférico que entrou nos filtros do compressor de pistão, conforme apresentado na Tabela 7. Durante o processo de compressão, o atrito e a própria compressão elevam um pouco a temperatura do ar, sendo necessária a dissipação deste calor. Parte do vapor de água presente no ar comprimido quando condensado, acumula-se no fundo do tanque e é removido por meio de um dreno.

Concentração (° Brix)	Umidade relativa na entrada do	Umidade relativa na saída do
	compressor (%)	compressor (%)
30	59,04	37,58
40	70,04	44,96
50	72,53	52,15

Tabela 7: Valores de umidade relativa obtidos na entrada e saída do compressor

Este valores foram obtidos em ensaios com vazão de ar comprimido de 20 L/min, três bombas de vácuo associadas em paralelo operando, e vazão de solução de alimentação de 1,07 mL/min.

Assim, o uso de ar comprimido possibilitou a atomização da solução de alimentação no interior da câmara e apresentou a vantagem de possuir baixo teor de água. Desta forma, para todos os ensaios posteriores foi utilizado compressor para fornecimento de ar comprimido.

5.5.4. Concentração da solução de alimentação

Para determinação da melhor concentração da solução de alimentação no VSD, iniciaram-se os testes na concentração de 30 °Brix, conforme indicado na literatura. Posteriormente, foi concentrando a solução a cada 10 °Brix até a obtenção de um produto seco viável. Assim, optou-se pelas concentrações de 30, 40 e 50 °Brix.

Concentração da solução de alimentação (°Brix)	Umidade do produto seco (%)
30	$10,11^{b} \pm 0,16$
40	$10,26^{b} \pm 0,20$
50	$13,25^{a} \pm 0,24$

Tabela 8: Teor de umidade do produto seco para a vazão de alimentação de 2,13 mL/min

Letras diferentes indicam diferença estatisticamente significativa entre as amostras de diferentes concentrações $(p \le 0.05)$.

Na Tabela 8, são apresentados os valores de umidade em base seca do produto seco obtido nos ensaios com solução de alimentação a 30, 40 e 50 °Brix.

O ensaio com solução de alimentação com 30 °Brix possibilitou a formação de produto seco com 10,11% de umidade. Porém, apesar desta condição proporcionar o produto com menor teor de umidade, o que é desejável em processos de secagem, foi observado

grande quantidade de partículas aderidas à parede da câmara de secagem. Outra característica do produto obtido nestas condições operacionais foi que as partículas, visualmente apresentaram falta de uniformidade quanto ao seu tamanho.

Conforme apresentado na Tabela 8, não houve diferença significativa no teor de umidade quando as soluções de 30 e 40° Brix foram processadas no VSD. Na secagem de solução de maltodextrina com 40 °Brix verificou-se que muito pouco material ficou aderido às paredes, ocasionando assim um rendimento nitidamente maior que o processo com 30 °Brix. O produto obtido na secagem com alimentação a 40 °Brix foi um pó branco, poroso e uniforme.

Na Figura 23, são apresentadas imagens das paredes internas da câmara de secagem após o processo conduzido com solução de alimentação com 30 °Brix (Figura 23a) e 40 °Brix (Figura 23b).



Figura 23: a) Secagem de solução com 30 °Brix; b) Secagem de solução com 40 °Brix.

A secagem de solução de alimentação com 50 °Brix obteve o produto com maior teor de umidade, 13,25%. Nesta condição, inicialmente partículas filamentosas, de estrutura fina e longa, eram obtidas e logo em seguida ocorria o entupimento do bico pelo alto teor de sólidos presentes na solução, escorrendo para dentro do coletor a parte não atomizada. Portanto, nesta condição o processo foi prejudicado pelo entupimento do bico, não sendo esta uma condição adequada para o tipo de atomizador utilizado.

A concentração de maltodextrina afetou negativamente o rendimento do processo, provavelmente devido à viscosidade da mistura que aumentou com a concentração da solução.

Conforme mencionado anteriormente, as partículas obtidas no processamento de solução de alimentação com 50 °Brix eram visivelmente maiores (partículas filamentosas) que as obtidas com 30 e 40 °Brix. Isso pode estar relacionado com a viscosidade da solução de alimentação. Segundo Masters (1991), o tamanho das gotículas atomizadas varia diretamente com a viscosidade do líquido a uma velocidade de atomização constante. Quanto maior for a viscosidade do líquido, maiores serão as gotículas formadas durante a atomização, e portanto, maiores as partículas obtidas na secagem.

5.5.5. Vazão de solução de alimentação

Durante os ensaios, verificou-se experimentalmente, que quando a vazão de alimentação era reduzida pela metade, a vazão de produto seco aumentava. Isso ocorreu, pois quanto menor a vazão de alimentação, a uma vazão de ar comprimido constante, menor a quantidade de solução a ser atomizada, e consequentemente menor o tamanho das gotículas formadas na atomização. Com a área de troca aumentada, a taxa de transferência de massa também é aumentada e dessa forma, mais água foi evaporada e mais produto seco foi obtido, ou seja, o rendimento de secagem é maior.

Na Tabela 9, são apresentados os valores de umidade em base seca, obtidos nos ensaios com solução de alimentação a 30, 40 e 50 °Brix com a vazão de alimentação reduzida para 1,07 mL/min.

Concentração da solução de alimentação (°Brix)	Umidade do produto seco (%)
30	$9,17^{\rm b} \pm 0,25$
40	$9,83^{b} \pm 0,17$
50	$12,43^{a} \pm 0,90$

Tabela 9: Teor de umidade do produto seco para vazão de 1,07ml/min

Letras diferentes indicam diferença estatisticamente significativa entre as amostras de diferentes concentrações ($p \le 0.05$).

Da mesma forma que com a vazão anterior (2,13 mL/min), a solução com 50 °Brix foi a que produziu o pó mais úmido, e a solução com 30 e 40 °Brix o pó mais seco. A redução da vazão de alimentação também não foi favorável para a solução de 50 °Brix, que teve o processo interrompido pelo entupimento do bico atomizador. O produto obtido na secagem com solução a 40 °Brix, assim como no processo conduzido com vazão de 2,13 mL/min, foi o que apresentou melhor aparência visual. Conforme apresentado na Tabela 9, não houve diferença significativa no teor de umidade das amostras de 30 e 40 °Brix. A Figura 24 ilustra o produto seco obtido em VSD com alimentação de 40 °Brix.



Figura 24: Produto seco obtido em VSD com solução de alimentação a 40 °Brix.

A condição de secagem com alimentação a 40 °Brix apresentou melhor resultado, sendo esta considerada para os ensaios seguintes.

5.5.6. Alteração na vazão de sucção da linha de vácuo

Com o mesmo intuito de retirar consumidores de energia do VSD e obter um processo mais simples, optou-se pela tentativa de utilizar uma quantidade menor de bombas de vácuo. Como visto no item 5.4, a bomba de vácuo 1 apresentou o menor desempenho perante as demais bombas em relação à vazão de sucção, portanto a primeira tentativa foi fazer a retirada desta e manter as bombas de vácuo 2 e 3 em paralelo.

A alteração na vazão de sucção, pela remoção da bomba de vácuo 1 do sistema, influenciou negativamente o processo, pois menor foi a vazão de sucção dos vapores de água no sistema, e assim mais água ficou retida na câmara. A água contida nas gotículas não evaporada, por gravidade, escorria juntamente com o produto seco retido na parede da mesma até o interior do coletor de pó. Essa solução se misturava no coletor com o produto seco já coletado, apresentando este um teor de umidade igual a 14,76%, contaminando-o.
Devido à maior quantidade de água presente no interior da câmara de secagem houve prejuízo na desumidificação do produto seco, quando comparado nas mesmas condições de vazão de atomização (20 L/min), vazão da solução de alimentação (1,07 mL/min) e concentração da solução (40 °Brix), mas utilizando as três bombas de vácuo em paralelo (Item 5.5.4.), apresentando umidade do produto seco de 9,83%.

Assim, a utilização das três bombas de vácuo em paralelo proporcionou uma melhor condição de vazão de sucção dos vapores presentes no interior da câmara de secagem.

5.6. DESEMPENHO DO VSD

5.6.1. Balanço de massa

Os cálculos de desempenho do secador foram determinados empiricamente e feitos para as condições operacionais em que se obteve o produto seco com baixo teor de umidade, sendo: vazão de ar de atomização de 20 L/min; vazão da solução de alimentação de 1,07 mL/min; concentração da solução de alimentação de 40 °Brix e utilizando as três bombas de vácuo associadas em paralelo.

Como descrito no item 4.2.8. foi possível determinar as correntes que entram e saem na câmara de secagem e pelo balanço de massa em ambos os volumes de controle, etapa de secagem e câmara de secagem (equações 4.3; 4.10; 4.12 e 4.16), foi possível determinar a vazão mássica de água evaporada (EV's) durante as etapas de expansão e evaporação do processo. Nas Tabelas 10 e 11, são apresentados os valores das correntes que entram e saem na câmara de secagem obtidos pelo balanço de massa, realizados nos volumes de controle: etapa de secagem e câmara de secagem.

Tabela 10: Caracterização das correntes F, EV's, PS e PR para balanço de massa e de energiano VSD.

Parâmetros	Correntes			
1 drametros	F	EV's	PS	PR
<i>ṁ</i> (g/min.)	1,315	0,670	0,134	0,454
x _a	0,6	1	0,09	0,11
x_s	0,4	0	0,91	0,89
T (°C)	29,3	25	23	23

Onde: \dot{m} : vazão mássica das correntes; x_a : fração mássica de água presente nas correntes; x_s : fração mássica de sólidos presente nas correntes; T: temperatura das correntes; F: alimentação; EV's: água evaporada nas etapas de expansão e evaporação; PS: produto seco; PR: produto residual.

Parâmetros	Correntes		
i di di lotto i -	AA	AS	
<i>ṁ</i> (g/min.)	27,647	27,707	
\dot{G} (g ar seco/min.)	27,333	27,333	
W (g água/g ar seco)	0,0116	0,0138	
\hat{h} (J/g ar seco)	57,09	57,09	

Tabela 11: Caracterização do ar de entrada e saída para balanço de massa e de energia noVSD.

Onde: \dot{m} : vazão mássica das correntes; \dot{G} : vazão mássica de ar seco nas correntes; W: umidade absoluta do ar das correntes; \hat{h} : entalpia das correntes; AA: ar de atomização; AS: ar de saída.

Para este ensaio, a umidade relativa do ar de secagem foi de 60,84% e a temperatura de bulbo seco 27,4 °C.

A vazão mássica de água evaporada durante o processo de expansão e evaporação foi de 0,670 g/min. para 1,07 g/min. de solução atomizada. A câmara de secagem apresenta um limite de capacidade de evaporação. Isso foi comprovado quando a vazão de alimentação foi diminuída resultando em maior vazão de produto seco. A máxima evaporação de água é obtida quando o ar de saída estiver no estado saturado.

5.6.2. Balanço de energia

Com as equações 4.17 a 4.23, foi calculada cada parcela de potência térmica no VSD, apresentados na Tabela 12.

Parcelas de potência térmica	Valor experimental (J/s.)
Q_F	2,02
Q _{AA}	26,00
Q _{AS}	26,00
$Q_{EV's}$	13,92
Q_{PS}	0,09
Q_{PR}	0,33

 Tabela 12: Parcelas de potência de calor durante o processamento em VSD da solução modelo.

Onde: Q_F : potência térmica fornecida pela corrente de alimentação; Q_{AA} : potência térmica fornecida pelo ar de atomização ao sistema; Q_{AS} : potência térmica perdida com o ar de saída; $Q_{EV's}$: potência térmica perdida com a corrente de água evaporada durante a expansão e evaporação; Q_{PS} : potência térmica perdida com o produto seco; Q_{PR} potência térmica perdida com o produto residual.

O calor fornecido pelo ambiente ao sistema, Q's, é dado pela equação abaixo:

$$Q's = Q_{AS} + Q_{EV's} + Q_{PS} + Q_{PR} - Q_F - Q_{AA}$$
(4.17)

Portanto, o valor de Q's, potência térmica fornecida ao sistema pelo ar ambiente, foi igual a 12,3 W. Este valor é considerado baixo e ocorre devido à própria construção da câmara de secagem, a qual apresenta um sistema encamisado com parede espessa. Um valor maior de potência térmica seria interessante ao processo por permitir maior transferência de energia ao sistema, proporcionando melhores condições para evaporação da água. Na camisa não foi empregado nenhum fluido térmico para troca de calor e, por isso, a camada de ar estagnado no interior da camisa restringiu a troca de energia na câmara de secagem.

Na literatura, foram encontrados dois estudos (KITAMURA et al., 2009; AOYAMA, KITAMURA e YAMAZAKI, 2009) em que os secadores tipo *vacuum spray dryer* apresentavam, em sua configuração, aquecedores de infravermelho à distância instalados próximo ao atomizador, para fornecimento de calor com ondas eletromagnéticas. Em um terceiro estudo (ISLAM et al., 2015), foi utilizado vapor superaquecido a 200°C, o que forneceu o calor latente necessário para evaporar a água presente na gotícula. Diferente dos estudos existentes, neste trabalho não houve nenhuma forma direta de fornecimento de calor de vaporização ao sistema, nem mesmo na solução de alimentação que foi processada à temperatura ambiente em todos os ensaios. No sistema em estudo, a transferência de massa ocorreu pela diferença de pressão de saturação da água contida na superfície da solução de maltodextrina na temperatura de operação em relação à pressão parcial de vapor da água na câmara de secagem. Quanto maior essa diferença, maior força motriz para ocorrer a transferência de massa e, consequentemente, maior é a fração mássica de água evaporada.

A câmara de secagem do protótipo experimental, constituída em aço inox, apresenta paredes espessas e encamisadas. A presença da camisa, e por consequência do ar estacionário em seu interior, dificultou a troca de calor entre o sistema (câmara de secagem) e a vizinhança (ar ambiente), afetando o rendimento do processo. Outro fato observado que afetou o rendimento do processo foi a formação de uma solução concentrada e viscosa no interior da câmara. Esse fato ocorreu devido ao atrito e à aderência das moléculas de vapores de água na parede da câmara que, em seguida, se misturavam-se ao pó formado. Essa solução deslizava no interior da câmara, por gravidade, e umedecia o pó coletado em um recipiente de vidro na extremidade inferior da câmara. De acordo com Kitamura et al. (2009); Ayoama, Kitamura e Yamazaki (2009) e Islam et al. (2015), para evitar que a umidade evaporada se condensasse sobre a superfície e consequentemente houvesse deposição na parede da câmara de secagem, água quente a 50°C foi circulada no interior da câmara para aumentar a temperatura da parede interna da câmara e impedir a formação de materiais aderidos à parede.

5.7. SECAGEM DA SOLUÇÃO MODELO EM VSD

As variáveis instrumentadas e monitoradas do protótipo experimental do VSD foram: pressão e temperatura no interior da câmara de secagem, umidade relativa e temperatura do ar de atomização, temperatura ambiente e da solução de alimentação.

Na Figura 25, é ilustrado o comportamento da pressão e temperatura no interior da câmara de secagem no ensaio realizado com vazão de alimentação de 1,07 mL/min., vazão de ar comprimido acima de 20 L/min., solução de alimentação com 40 °Brix e três bombas associadas em paralelo promovendo a baixa condição de pressão no interior da câmara.

A queda de pressão no interior da câmara de secagem ocorreu rapidamente no momento em que a válvula esfera que a conectava a linha de vácuo foi aberta. O rápido abaixamento das condições de pressão no sistema ocorreu devido à associação em paralelo das bombas de vácuo. O fluxo de ar comprimido foi controlado de forma a manter-se constante e superior a 20 L/min. durante o processo. A vazão de sucção das bombas foi maior

que a vazão de ar comprimido, permitindo que a pressão interna da câmara se mantivesse constante durante a secagem. As pequenas alterações ocorridas durante o processo foram devido à inconstância do fluxo de ar, controlado manualmente, e também à pressão de vapor da alimentação adentrando a câmara.



Figura 25: Comportamento da pressão e perfis de temperatura durante o processo em VSD.

Com a queda de pressão, a temperatura interna da câmara sofreu uma pequena alteração. O sensor instalado na parte inferior da câmara registrou uma queda de temperatura maior do que a registrada pelo sensor instalado na parte superior da câmara. Isso ocorreu devido à adesão de partículas atomizadas na superfície do sensor inferior e resfriadas pela evaporação da água, dificultando a determinação do valor da temperatura pelo oferecimento de resistência térmica.

A temperatura foi medida em dois pontos distintos da câmara: um na parte superior e outro na parte inferior dessa. Dois sensores coletaram os valores de temperatura ambiente e da solução de alimentação. Outra informação observada no gráfico é a semelhança no perfil da temperatura ambiente e da temperatura da solução de alimentação. Isso ocorreu devido à ausência de tratamento térmico na solução antes e durante o processo de secagem em VSD.

O comportamento do sistema ocorreu de forma similar nas distintas combinações entre as concentrações e as vazões da solução de alimentação. Mais informações estão demonstradas de forma detalhada no Apêndice A.

5.8. CARACTERIZAÇÃO DAS PARTÍCULAS OBTIDAS EM *SPRAY DRYER* E VACUUM SPRAY DRYER (VSD)

5.8.1. Teor de umidade, atividade de água e solubilidade das partículas obtidas em *spray dryer* e VSD

Os resultados de umidade em base seca, atividade de água e solubilidade obtidos para as partículas produzidas em *spray dryer* e em VSD estão apresentados na Tabela 13, a seguir.

Tabela 13: Umidade, atividade de água e solubilidade dos pós produzidos em spray dryer e
em VSD.

Tipo de equipamento	Umidade (%)	Atividade de água (a _w)	Solubilidade (%)
Spray dryer convencional	$0,92^{\rm b} \pm 0,07$	$0,077^{\rm b}$ ±0,006	$98,99^{b} \pm 0,01$
Vacuum spray dryer	$9,72^{a} \pm 0,49$	$0,230^{a} \pm 0,010$	$99,09^{a} \pm 0,03$

Letras diferentes indicam diferença estatisticamente significativa entre as amostras produzidas nos diferentes tipos de equipamentos ($p \le 0.05$).

De acordo com a Tabela 13, as amostras produzidas pelos diferentes tipos de equipamento apresentaram diferença significativa entre si, em relação à umidade, de modo que a secagem em VSD levou ao aumento da umidade do produto.

As partículas secas em *spray dryer* apresentaram teor de umidade inferior a 1%, indicando uma disponibilidade muito pequena de água para ocorrência de reações bioquímicas indesejáveis. O uso do ar de secagem a alta temperatura no *spray dryer* (T = 170° C) implica em uma maior diferença de temperatura entre o produto atomizado e o ar de secagem, acarretando em uma maior transferência de calor e, consequentemente, uma maior evaporação de água do produto, resultando em valores de umidade mais baixos. Resultados da

mesma ordem de grandeza foram observados por Carneiro et al. (2013) na secagem de óleo de linhaça em *spray dryer* combinando maltodextrina com diferentes materiais de parede e por Tonon, Brabet e Hubinger (2008a) quando suco de açaí foi seco por atomização com ar de entrada a 170°C.

Na secagem em VSD, a ausência de fonte direta de calor ao sistema comprometeu o teor de umidade do produto seco, uma vez que não há calor suficiente para promover a evaporação de toda água do produto, resultando em valores mais altos de umidade. A transferência de massa se deu pelo diferencial de pressão. Islam et al. (2015) secaram suco de laranja concentrado em VSD e obtiveram valores de umidade entre 2,29-3,35%. Possivelmente, esses valores, inferiores aos obtidos neste trabalho, foram resultado do vapor superaquecido utilizado como fonte de calor latente de vaporização na câmara de secagem.

Conforme apresentado na Tabela 13, as amostras produzidas pelos diferentes tipos de equipamento apresentaram diferença significativa entre si também em relação à atividade de água. As amostras secas em *spray dryer* apresentaram valores inferiores a 0,1 enquanto as amostras produzidas em VSD apresentaram valores abaixo de 0,3. Portanto, ambos os processos acarretaram em produto em pó com valores de atividade de água bastante favoráveis à estabilidade microbiológica e bioquímica do pó obtido.

As partículas produzidas em VSD se mostraram bastante solúveis e apresentaram diferença significativa quando comparada com as partículas obtidas em *spray dryer* em relação a esta propriedade. Este resultado era esperado, uma vez que o produto obtido no VSD apresentou aparência mais porosa. O processo realizado em *spray dryer* também resultou em partículas bastante solúveis. Segundo Kenyo e Anderson (1987), as maltodextrinas com baixo DE, como a utilizada nos ensaios, possuem alta solubilidade em água fria.

5.8.2. Rendimento do processo e densidade aparente das partículas obtidas em *spray dryer* e VSD

Os resultados de rendimento do processo de secagem e densidade aparente das partículas produzidas, nos diferentes equipamentos, são apresentados na Tabela 14.

Tipo de equipamento	Rendimento do processo (%)	Densidade aparente (g/cm ³)
Spray dryer convencional	$63,98^{a} \pm 2,33$	0,8519 ^a ±0,0259
Vacuum spray dryer	$23,71^{b} \pm 1,51$	$0,4828^{b} \pm 0,0081$

Tabela 14: Rendimento do processo e densidade aparente dos pós produzidos em spray dryere em VSD.

Letras diferentes indicam diferença estatisticamente significativa entre as amostras produzidas nos diferentes tipos de equipamentos ($p \le 0.05$).

As amostras produzidas pelos equipamentos diferentes apresentaram diferença significativa entre si, em relação à densidade aparente e ao rendimento do processo de secagem. O rendimento do processo em *spray dryer* apresentou valor superior ao rendimento do processo realizado em VSD devido a grande retenção de material na parede interna do VSD. O uso de alta temperatura ocasionou um rendimento do processo maior, que pode ser atribuído a maior eficiência dos processos de transferência de calor e massa quando a temperatura do ar de secagem é elevada. Isto está de acordo com os resultados publicados por Tonon, Brabet e Hubinger (2008b), trabalhando com secagem por atomização de suco de açaí.

Na secagem em VSD o rendimento do processo foi afetado negativamente pela aderência de material na parede interna da câmara devido à deposição de material de alimentação parcialmente evaporado. Para aumentar o rendimento do processo nesta configuração de secador, seria necessário fornecimento de calor na parede interna da câmara, por exemplo pela circulação de água quente no interior da camisa, ou o aumento da vazão de sucção dos vapores de água pelo incremento de mais bomba de vácuo ao sistema.

As amostras produzidas em VSD foram as que apresentaram a menor densidade aparente. A diferença na densidade aparente dos pós produzidos em *spray dryer* e VSD pode estar relacionada ao tamanho das partículas (Tabela 14). Partículas menores resultam em densidade aparente maior, uma vez que a agitação realizada durante a análise tende a minimizar os espaços entre as partículas, forçando o pó a ocupar volumes menores (AL-QAHTANI e HASSAN, 1990). Além disso, de acordo com Goula et al. (2004), a densidade aparente maior está associada com um teor de umidade menor, uma vez que as partículas mais úmidas podem resultar em aglomerados não secos completamente, e maiores do que as partículas, o que acarreta em uma densidade aparente inferior. As amostras produzidas em *spray dryer* convencional apresentaram valores de densidade aparente superiores a 0,8 g/cm³.

5.8.3. Distribuição do tamanho de partículas obtidas em spray dryer e VSD

As amostras produzidas pelos diferentes equipamentos apresentaram diferença significativa entre si em relação ao diâmetro médio. Quando comparadas, as partículas apresentaram diâmetros muito variados, de modo que a secagem em VSD acarretou em partículas consideravelmente maiores, de diâmetros médios superiores a 555,83 µm, enquanto as obtidas em *spray dryer* apresentaram valores inferiores a 24 µm.

O diâmetro médio das partículas foi expresso como D[4,3] (diâmetro médio de De Brouckere), que indica o ponto central em torno do qual gira a frequência de volume da distribuição. Na Tabela 15, são mostrados os valores de D[4,3] para os pós produzidos nos dois tipos de secadores.

Tabela 15: Diâmetro médio das partículas produzidas em spray dryer e VSD.

Tipo de equipamento	Diâmetro médio das partículas (µm)
Spray dryer convencional	$23,56^{b} \pm 0,79$
Vacuum spray dryer	$555,83^{a} \pm 22,26$

Letras diferentes indicam diferença estatisticamente significativa entre as amostras produzidas nos diferentes tipos de equipamentos ($p \le 0.05$).

Reineccius (2001) afirma que quando a temperatura do ar de entrada é baixa, a partícula permanece encolhida e mantém um diâmetro menor, enquanto o uso de temperaturas mais elevadas resultou em partículas maiores devido à expansão causada pelas temperaturas mais altas.

Neste estudo, o uso de alta temperatura no ar de secagem resultou na obtenção de partículas de diâmetros menores do que as partículas obtidas em VSD. Possivelmente isso ocorreu devido à alta temperatura no *spray dryer* acarretar em uma maior evaporação de água do produto, resultando em partículas mais secas e menores. No VSD, a solução ao ser atomizada no interior da câmara a baixa pressão, sofre o processo de expansão, o que leva a formação de partículas maiores. Além disso, a presença de mais água neste produto também contribui para o aumento do diâmetro de suas partículas, uma vez que partículas mais úmidas tendem a aglomerar-se. O equipamento utilizado para determinação do tamanho das partículas possui uma unidade de dispersão automática seca, o que possivelmente impossibilita a discriminação de partículas individuais, resultando na diferença significativa apresentada na Tabela 15. Islam et al. (2015) obtiveram pó de suco de laranja concentrado de diâmetros

menores, variando entre 6,02-12,84 µm em VSD. Possivelmente, o uso de vapor superaquecido auxiliou na evaporação da água, que associado ao abaixamento das condições de pressão possibilitou a obtenção de partículas secas e menores.

Fatores como a viscosidade da solução, tipo de atomizador e concentração da solução de alimentação influenciam no tamanho de partículas obtidas na secagem por atomização. De acordo com Masters (1991), o tamanho das gotículas atomizadas varia diretamente com a viscosidade da solução a uma atomização com velocidade constante. Quanto maior for a viscosidade da solução, maiores são as gotículas formadas durante a atomização, e por conseguinte, maiores as partículas obtidas.

Na Figura 26 são mostradas as curvas de distribuição de tamanho de partículas produzidas em VSD e em *spray dryer*.



Figura 26: Distribuição de tamanho de partículas obtidas em *spray dryer* e em *vacuum spray dryer*.

6. CONCLUSÃO

Com os resultados experimentais, é possível concluir que as condições de temperatura e umidade relativa ambiente, interferem no processo de formação do pó, devido ao ar ambiente ser o fornecedor de calor para o sistema.

A ausência de fornecimento de calor ao sistema influenciou no processo devido à presença da camisa na câmara de secagem deste protótipo, e por consequência do ar estacionário em seu interior. A camisa dificultou a troca de calor entre o sistema (câmara de secagem) e a vizinhança (ar ambiente), prejudicando o rendimento do processo. Possivelmente, o aquecimento das paredes internas da câmara pela circulação de água quente no interior da camisa pode melhorar o rendimento do processo por fornecer mais energia para evaporação da água presente no interior da câmara.

O rendimento do processo é influenciado pela vazão de alimentação e vazão de sucção das bombas de vácuo devido à capacidade de evaporação do VSD. Quanto menor a vazão de alimentação e maior a vazão de sucção das bombas de vácuo, melhor o rendimento do processo devido a maior evaporação.

Para este trabalho, as melhores condições de processo na secagem em VSD foram:

- Vazão da solução de alimentação de 1,07 mL/min.;
- Vazão de ar de atomização acima de 20 L/min.;
- Solução de alimentação com 40°Brix;
- Vazão de sucção proporcionada pela associação em paralelo das três bombas de vácuo.

As partículas obtidas na secagem em *spray dryer* apresentaram diferenças significativas quando comparadas às partículas secas em VDS. O processo em VSD proporcionou partículas maiores, mais solúveis e com menor densidade aparente do que as obtidas na configuração convencional do equipamento, que resultou em partículas com menor umidade e consequente menor atividade de água. O rendimento do processo em *spray dryer* foi superior ao rendimento obtido em VSD.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Introduzir ao sistema um dispositivo para separação de finos presentes no ar de secagem (ciclone ou filtros de manga).
- A circulação de água quente no interior da camisa da câmara de secagem pode aumentar a eficiência do VSD por evaporar a água depositada sobre a superfície da parede interna da câmara, o que prejudica o rendimento do processo.
- Aumentar a vazão de sucção das bombas de vácuo, instalando mais uma unidade no sistema para que as moléculas de vapor de água não permaneçam no interior da câmara.
- Substituição das bombas de vácuo pelo hidroejetor desenvolvido por Oliveira (2014) para promover o vácuo no interior da câmara de secagem.
- Secar no VSD e em *spray dryer* convencional, solução com ingredientes termossensíveis, como vitamina C do suco de laranja, e comparar o teor de vitamina C obtido na solução de alimentação e no produto seco nos dois equipamentos para avaliar a capacidade de retenção de compostos termossensíveis nestes.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AL-KAHTANI, H.A. and HASSAN, B.H. 1990. Spray drying of roselle (Hibiscus sabdariffa L.) extract. Jounarl of Food Science. 55, 1073–1076.

ALONSO, L. F. T. **Algoritmos de seleção e dimensionamento de secadores**. 2001. 256f. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola), Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP, Campinas.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS (AOAC). 2005. Official Methods of Analysis of the AOAC. 18 th ed. Gaithersburg, M.D, USA.

AOYAMA, R.; KITAMURA, Y.; YAMAZAKI, K.. Experimental analysis of spraying and drying characteristics in vacuum spray dryer. **Japan Journal Of Food Engineering.** [s.l.], p. 127-133. jun. 2009.

BARBOSA-CÁNOVAS, G. V., ORTEGA-RIVAS, E., JULIANO, P., & YAN, H. (2005). Food powders: Physical properties, processing, and functionality. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers.

BROD, F. P. R. Avaliação de um secador vibro-fluidizado. 2003. 361f. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola), Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP, Campinas.

CÂNDIDO, M. G. L. C. **Ciclones de recirculação para captura de poeiras finas.** 2000. 177 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Ambiental, Departamento de Engenharia Química, Universidade do Porto, Porto, 2000.

CANO-CHAUCA, M.; STRINGHETA, P. C.; RAMOS, A. M.; CAL-VIDAL, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. Innovative Food Science and Emerging Technologies, Oxford, v. 5, n. 4, p. 420-428, dez. 2005.

CARNEIRO, H. C. F.; TONON, R. V.; GROSSO, C. R; HUBINGER, M. Encapsulation efficiency and oxidative stability of flaxseed oil microencapsulated by spray drying using different combinations of wall materials. Journal of Food Engineering, v. 115, p. 443-451, 2013.

CARVALHO, F. **Construção e Avaliação de Desempenho de um Spray Dryer Piloto.** 2010. 174 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2011.

COSTA, J. M. G., Eficiência de Diferentes Encapsulantes e Condições Operacionais de Secagem por Atomização na Produção e Aplicação de Micropartículas de Bioaromas de Queijo Suíço. 2013. 153 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência dos Alimentos, Departamento de Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2013.

DEVAKATE, R. V., PATIL, V. V., WAJE, S. S., & THORAT, B. N. (2009). **Purification** and drying of bromelain. Separation and Purification Technology, 64, 259 e 264.

FOUST, A. S.; WENZEL, L. A.; CLUMP, C. W.; MAUS, L.; ANDERSEN, L. B. **Princípios das Operações Unitárias**. 2^a ed. Rio de Janeiro: Ed. Guanabara Dois, 1982.

FU,W.-Y., & ETZEL, M. R. (1995). *Spray drying* of *Lactococcus lactis ssp. lactis* C2 and cellular injury. **Journal of Food Science**, 60, 195e200.

GOULA, A. M., ADAMOPOULOS, K.G. and KAZAKIS, N.A. 2004. Influence of spray drying conditions on tomato powder properties. **Drying Technol**. 22, 1129–1151.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Spray drying of tomato pulp: effect of feed concentration. **Drying Technology**, Philadelphia, v. 22, n. 10, p. 2309-2330, 2004.

ISLAM, M.Z. et al. Effect of vacuum spray drying on the physicochemical properties, water sorption and glass transition phenomenon of orange juice powder. Journal Of Food Engineering. Tsukuba, p. 131-140. 11 ago. 2015.

JESUS, S. S. Desenvolvimento e análise do processo de secagem de α-amilase por microondas a vácuo. Campinas – SP, 2002, p. 13-15. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas (UNI-CAMP).

KENYON, M. M.; ANDERSON, R. J. Maltodextrins and low-dextrose-equivalence with syrup solids: production and technology for the flavor industry. In: ACS SYMPOSIUM SERIES, n.370. New Orleans. **Flavor encapsulation**. Washington : American Chemical Society, 1988. p. 7-11.

SPRAING SYSTEMS Co. Engenharia de desenvolvimento e produção de bicos de pulverização e acessórios. São Bernardo do Campo, 1995. (Catálogo 55).

KITAMURA, Y. et al. Experimental vacuum spray drying of probiotic foods included with lactic acid bacteria. **Journal Of Food Processing And Preservation**. [s.l.], p. 714-726. dez. 2009.

KITAMURA, Y.; YAMAZAKI, K.; YAMANO, Y.; Vacuum-pressure spray-drying method and vacuum-pressure spray drying device. United States Patent n° US 2013/0126102A1, 27 jul. 2011, 23 maio 2013. 2013.

LANGRISH, T. A. G.. Degradation of Vitamin C in *Spray <u>Dryers</u>* and Temperature and Moisture Content Profiles in these Dryers. **Food And Bioprocess Technology**, [s.l.], v. 2, n. 4, p.400-408, 2009.

MASTERS, K. Spray Drying: An Introduction to Principles, Operational Practice and Applications. London: Leonard Hill Books, 1972.

MASTERS, K.. Spray Drying Handbook, fifth ed. Longman Scientific and Technical, London, 1991.

MOUTINHO, A. M. C.; SILVA, M. E. S. F.; CUNHA, M. A. C. M. I. Tecnologia de Vácuo. Lisboa: Universidade Nova Lisboa, 1980.

MUJUMDAR, A. S. .. Handbook of Industrial Drying. 4. ed. Cingapura: Crc Press, 2014. 1348 p.

OI, R. K. Secagem da Biomassa de Banana Verde em Spray Dryer. 2011. 83f. Tese (Doutorado em Engenharia Química), Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP, Campinas.

OLIVEIRA, C. C. M. Avaliação energética de sistema de resfriamento evaporativo utilizando hidroejetor. 2014. 165 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado em Engenharia de Alimentos, Departamento de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2014.

PEIGHAMBARDOUST, S. H.; TAFTI, A. G.; HESARI, J.. Application of spray drying for preservation of lactic acid starter cultures: a review. **Trends In Food Science & Technology**, [s.l.], v. 22, n. 5, p.215-224, maio 2011.

PERRY, R. H.; GREEN, D. W. Perry's Chemical Engineers' Handbook. 7th. ed. New York: McGraw-Hill, 1997.

REINECCIUS, G.A. 2001. Multiple-core encapsulation – the spray drying of food ingredients. **InMicroencapsulation of Food Ingredients** (P. Vilstrup, ed.) pp. 151–185, Leatherhead Publishing, Surrey,U.K.

RICHARDSON, J. F.; HARKER, J. H. Coulson and Richardson's Chemical Engineering. Vol. 2 - Technology and Separation Processes. 5th ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2002.

SEMYONOV, D.; RAMON, O.; SHIMONI, E. Using ultrasonic vacuum spray dryer to produce highly viable dry probiotics. Journals Books Shopping Cart Sign In Help Advanced Search Cover Image Lwt - Food Science And Technologylwt - Food Science And Technology. [s.l.], p. 1844-1852. nov. 2011.

SILVA, E. P.; Desenvolvimento de um Método Experimental de Baixo Custo para Determinação do Diâmetro máximo de câmara de secagem para Spray Dryer com Bocal **Rotativo.** 2013. 138 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2013.

THEODORE, L.; RICCI, F.. Mass Transfer Operations for the Practicing Engineer. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2010.

TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D.. Influência da temperatura do ar de secagem e da concentração de agente carreador sobre as propriedades físico-químicas do suco de açaí em pó. **Ciência e Tecnologia de Alimentos,** Campinas, v. 29, n. 2, p.444-450, 2008a.

TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D.. Influence of process conditions on the physicochemical properties of acai (Euterpe oleraceae Mart.) powder produced by spray drying. **Journal of Food Engineering** v. 88 p.411–418, 2008b.

ZARE, D.; SALEHI, A.; NIAKOUSARI, M.. Determination of physical properties of sour orange juice powder produced by a spray dryer. American Society Of Agricultural And Biological Engineers Annual International Meeting 2012, Asabe 2012, Dallas, Texas, v. 5, p.4240-4253, 2012.

APÊNDICE

A.1 – Apêndice A

A Figura A.1 apresenta o comportamento da pressão e perfis de temperatura referentes ao ensaio com vazão de alimentação de 1,065 mL/min., vazão de ar comprimido acima de 20 L/min., solução de alimentação a 30 °Brix e três bombas de vácuo associadas em paralelo promovendo a baixa condição de pressão no interior da câmara de secagem.



Figura A.a: Comportamento da pressão e perfis de temperatura durante o processo em VSD com solução a 30°Brix.

Os perfis de temperatura e de pressão apresentados na Figura A.1 são semelhantes aos apresentados na Figura 25. A pressão, após a abertura da válvula esfera que conecta a câmara de secagem à linha de vácuo, se manteve constante durante o processo. A temperatura ambiente sofreu uma pequena elevação durante o processo e a solução de alimentação se manteve a temperatura constante com pequenas alterações. Assim como no processo conduzido com solução de alimentação a 40 °Brix, o sensor instalado na parte inferior da câmara registrou uma queda de temperatura maior do que a registrada pelo sensor instalado na

parte superior da câmara. Isso ocorreu devido à adesão de partículas atomizadas na superfície do sensor inferior, as quais dificultaram a determinação do valor da temperatura pelo oferecimento de resistência térmica.

A Figura A.2 apresenta o comportamento da pressão e perfis de temperatura referentes ao ensaio com vazão de alimentação de 1,065 mL/min., vazão de ar comprimido acima de 20 L/min., concentração da solução de 50°Brix e três bombas de vácuo associadas em paralelo promovendo a baixa condição de pressão no interior da câmara de secagem.

O comportamento observado neste processo é semelhante aos apresentados nas Figuras 25 e Figura A.1, diferindo no tempo de processo menor. O entupimento do bico pela alta concentração de sólidos impossibilitou que o processo ocorresse por mais tempo.



Figura A.2: Comportamento da pressão e perfis de temperatura durante o processo em VSD com solução a 50°Brix.

ANEXOS

AN.1 – Anexo 1: Curvas de desempenho das bombas de vácuo utilizadas nos ensaios



AN.1.1 – Curva de desempenho da bomba de vácuo RD-4 (bomba de vácuo 1)

Figura AN.1.1 - Curva de vazão de bombeamento da bomba em 60 Hz. Fonte: Vacuubrand®.

AN.1.2. - Curva de desempenho da bomba de vácuo RZ-6 (bomba de vácuo 2)



Figura AN.1.2.a - Curva de vazão de bombeamento em 50 Hz. Fonte: Vacuubrand®.



Figura AN.1.2.b - Curva de vazão de bombeamento em 60 Hz. Fonte: Vacuubrand®.

AN.1.3 - Curva de desempenho da bomba DC8D (bomba de vácuo 3)



Figura AN.1.3.a - Curva de vazão de bombeamento em 50 Hz. Fonte: DVP Brasil.



[mbar - hPa] (ass. - abs.)

Figura AN.1.3.b - Curva de vazão de bombeamento em 60 Hz. Fonte: DVP Brasil.



AN.1 – Anexo 2: Ficha técnica Maltodextrina MOR-REX® 1910

Maltodextrina MOR-REX® 1910

Composição de açúcares na forma de pó, totalmente solúvel em água, produzida através da conversão do amido de milho.

Especificações.			FIIII
Físico-Químicas:	Min.	Máx.	Adoça
Cinzas, %	-	0,50	Balas
Dextrose equivalente (DE)	9,0	12,0	proteil
Identificação	Passa	Teste	Bolos
Umidade %	-	6,00	pó, Cł
pH	4,5	5,5	Diet e
SO2, ppm	-	25,0	aroma
Microbiológicas:	m	М	em pó
Bacillus Cereus, ufc/g	-	10	modifi
Clostrídio sulfito redutor, /2g	Aus	ente	Mistur
Coliformes Fecais /g	Aus	ente	instan
Coliformes Totais /g	Aus	ente	conge
E. COII /g	Aus	ente	Reche
Salmonella /25g	Aus	ente	pó, Sc
Contagem Total de Bactérias ufc/a (n=5 c=2) 100	1000	Sorve
Fundos e Leveduras, ufc/ α (n=5, c=1)	100	1000	_
			Func

n: número de unidades amostrais escolhidas separada e independentemente; c: número tolerável de amostras com resultados entre m e M; m: nível de organismos em teste aceitável e tolerável no produto;

M: a máxima concentração de organismos em teste aceitável. Valores acima de M em qualquer unidade amostral são inaceitáveis.

Informações sensoriais:

Egnagifigagãogu

Aspecto	Pó
Cor	Branco
Odor	Característico
Sabor	Característico

Composição aproximada em açúcares (% B.Seca):

Dextrose	1
Maltose	2
Outros açúcares	97

Informações nutricionais/100g *VT:

Valor Calórico, kcal	380
Carboidratos,g	95,0
Proteínas, g	0
Gorduras Totais, g	0,0
Fibra Alimentar, g	0
Sódio, mg	56,0
*VT - Valores Típicos ou de referência. Não consti	tuem
especificação do produto.	

Ingredion Brasil Ing. Ind. Ltda. Av. do Café, 277 - 2º andar 04311-000 - São Paulo - SP

t: 0300 7895800 / 55 11 5070-7835 e: sac.br@ingredion.com

www.ingredion.com

Principais aplicações:

Intes de mesa, Aromas e Essências, mastigáveis, Barras de cereais e na, Bebidas isotônicas, éticas, Bebidas à base de soja, e Misturas para bolo, Capuccino em hocolates/Recheios para bombom, Light, Drageados, Leites tizados (prontos para beber), Leites modificado, Leites cados, Maionese e Molhos sos, Milkshakes, Misturas em pó, ras instantâneas, Molhos, Molhos tâneos, Pastilhas, Pratos prontos lados, Produtos cárneos, Recheios, eios para biscoitos, Refrescos em obremesas em pó, Sopas em pó, tes, Suplementos para atletas

Funcionalidade:

- Baixa higroscopicidade.
- Confere sabor ligeiramente doce.
- Solúvel a frio.
- Viscosidade e aspecto iguais à sacarose.
- Substituto de gorduras.

Aromas e Essências:

- Funciona como veículo de

encapsulamento.

- Funciona como veículo de secagem.

Embalagem - Vida útil:

Saco de papel valvulado (c/liner interno) 25 kg: 730 dias Saco plástico 25 kg: 365 dias

Armazenagem:

Armazenar sobre pallets, em local coberto, seco e ventilado.

Informações Regulatórias:

AUP: 1585/02 Certificado Kosher Certificado Halal MS: Dispensado de registro (Res. RDC n°23,15/ 03/00-ANVISA) GRAS: 21CFR1 84.1444 Food Chemical Codex (FCC) 5^a Ed. Decreto 55.871 26/03/65-ANVISA Resolução RDC n°14, 28/03/2014 - ANVISA