

FACULDADE DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS  
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO DE UM MEIO DE CULTURA  
PARA FERMENTAÇÃO DE HIDROCARBONETOS

Fatores que afetam as propriedades  
das partículas secas.

*Raul Isaac Sadir*  
Engenheiro Químico

Orientador:  
Dr. M.A. Rao  
Professor da F.T.A. - UNICAMP

Tese apresentada à Faculdade de Tecnologia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do título de Mestre em Engenharia de Alimentos.

UNICAMP  
BIBLIOTECA CENTRAL

## Í N D I C E

	página
RESUMO . . . . .	
SUMMARY . . . . .	
I. INTRODUÇÃO E REVISÃO BIBLIOGRÁFICA . . . . .	1
II. MATERIAIS E MÉTODOS. . . . .	14
1. Meio de cultura . . . . .	14
2. Secador . . . . .	15
3. Determinação da velocidade do disco atomizador. . . . .	17
4. Distribuição de tamanho das gotas formadas pelo atomizador. . . . .	17
5. Secagem . . . . .	20
(a) Distribuição de tamanho das partículas secas . . . . .	20
(b) Densidade aparente do produto sêco. . . . .	20
(c) Densidade real das partículas. . . . .	21
(d) Umidade do produto . . . . .	21
(e) Determinação da curva de higroscopicidade do produto. . . . .	21
(f) Teste microbiológico. . . . .	23
III. RESULTADOS E DISCUSSÃO . . . . .	24
1. Distribuição de tamanho das gotas. . . . .	24
2. Distribuição de tamanhos das partículas secas. . . . .	24
3. Densidade aparente do produto final. . . . .	25
4. Densidade real das partículas secas. . . . .	26
5. Umidade do produto . . . . .	27
6. Curva de higroscopicidade do produto. . . . .	27
7. Teste microbiológico . . . . .	28
8. Outras observações. . . . .	29
IV. CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES . . . . .	31
V. FIGURAS E TABELAS . . . . .	33
VI. BIBLIOGRAFIA . . . . .	51
VII. NOMENCLATURA . . . . .	53
AGRADECIMENTOS . . . . .	55

## R E S U M O

Secou-se por atomização um meio de cultura para a fermentação de hidrocarb<sub>o</sub>netos, usando como variáveis de operação a temperatura do ar de secagem, a concentração da solução e a velocidade do disco atomizador.

Da combinação destas tres variáveis, resultaram 27 testes, com 27 materiais nos quais foram estudadas as influências das variáveis de Operação no diâmetro médio das partículas sêcas, a densidade aparente, a densidade real das partículas e a umidade residual.

As experiências mostraram que o diâmetro médio das gotas aumenta com a concentração e diminue com a velocidade do disco atomizador. Também, a distribuição de tamanhos, foi menor para as partículas menores.

As partículas sêcas apresentaram diâmetro maior que as originais e o efeito foi mais marcante para temperaturas maiores de secagem o que comprova a existência de expansão por evaporação interna da umidade.

Este fenômeno teve também influência na umidade residual do produto, na densidade das partículas e na densidade aparente, sendo que no último caso as diferenças foram atenuadas pela ampla distribuição de tamanhos das partículas com diâmetro médio maior.

Foi realizado um teste microbiológico, para comparar o crescimento da *Candida Lipolytica* ATCC 8661 nos meios fresco e reidratado. As diferenças foram insignificantes, sendo que no meio reidratado a levedura apresentou uma taxa de crescimento maior até as 44 horas de fermentação, um máximo menor e também uma taxa de autólise maior.

Todos os materiais apresentaram ótimas características de "free-flowing". A cor era mais escura para aqueles secos a maior temperatura, demonstrando um superaquecimento acima de 200°C.

## S U M M A R Y

A culture medium for hydrocarbon fermentation was spray dried. The operating variables studied were air temperature, feed concentration and atomizer disk speed.

Combination of these variables, resulted in 27 experiments yielding 27 samples of the spray dried medium. In the experiments, we studied the influence of operating variables on the mean diameter of dried particles, the bulk density, the particle density and final moisture content.

The experiments showed that the mean drop diameter increases with the concentration and decreases with the atomizer speed. Also, the range of size distribution was smaller for smaller particles.

The dried particles showed larger diameter than the original drop and this effect was more significant at the higher air temperature, demonstrating the existence of internal vaporization. This phenomenon had also some influence on the final moisture content, particle density and bulk density. In the case of the latter, the differences were lesser because the size distribution of the particles was over a wider range when the mean diameter was larger.

A microbiological test was performed to compare the growth of *Candida Lipolytica* ATCC 8661 in fresh and rehydrated media. The differences were found to be insignificant, because even though the maximum growth was lesser for the rehydrated medium, its rate of growth up to 44 hours and the rate of autolysis were higher.

All the spray dried samples exhibited excellent flowing characteristics. The color of those samples dried at higher temperatures was darker, demonstrating superheating for temperatures above 200°C.

## I - INTRODUÇÃO E REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Os meios de cultura desidratados constituem um importante ramo na industria e pesquisa microbilógica devido as múltiplas vantagens que apresentam como a sua economia, a facilidade de armazenamento e uso e, mais importante, a uniformidade em qualidade e composição.

Nos últimos anos, várias indústrias norte americanas e européias (1),(2) , (3), têm lançado uma série destes produtos no mercado mas nenhuma delas dedicou-se ainda, à produção de um meio integral desidratado, capaz de preencher as necessidades de uma área que está se desenvolvendo rápidamente qual seja a produção de proteína unicelular (S.C.P.) usando hidrocarbonetos como fonte de energia.

A característica especial destes meios de cultura desidratados, é a de estarem disponíveis em tres diferentes formas físicas: tabletes, grânulos ou pó.

Os grânulos têm a vantagem de serem menos higroscópicos e mais limpos para trabalhar, mas o método de secagem usado para produzi-los é de qualidade inferior. Os tabletes são fabricados com uma quantidade exata e adequada de ingredientes misturados, para produção ,de 5 ou 10 ml de meio. É necessário simplesmente dissolver o tablete em água destilada e então esterilizar. O tablete sendo feito pela compressão de um pó, permite a comercialização do produto em duas formas físicas diferentes.

Um dos problemas iniciais na produção do pó, é a escolha do método de secagem. Tratando-se de uma matéria prima líquida , o número de métodos aplícaveis é reduzido. Dentre eles destaca-se por vantagens enumeradas adiante a secagem por atomização ou "Spray Drying".

A secagem por atomização tem sido usada com muito sucesso em uma grande variedade de processos, sobretudo na indústria alimentícia. Uma boa revisão do processo, incluindo detalhes das operações envolvidas, foi apresentada por Marshall (5).

A semelhança de outros métodos este também está relacionado com numerosas e importantes operações além da secagem propriamente dita. Estas operações incluem mistura, agitação e desaeração no preparo do líquido antes de ser alimentado, o bombeamento de líquido dentro de ampla faixa de viscosidade, pulverização desse líquido, o transporte de sólidos, seja pneumática ou mecanicamente e a coleta de pós por meios mecânicos, elétricos ou ambos.

Pilegaard-Hansen (4) define a secagem por pulverização como a transformação de uma solução ou suspensão, em um pó seco por meio de uma operação simples. O princípio básico desta secagem é a pulverização fina do material e o imediato contato com uma corrente de ar quente.

As vantagens mais importantes que oferece, com respeito aos outros métodos são:

- (1) O material a ser secado é suspenso livremente no ar e não adere à superfície metálica quente pois isto produziria um efeito prejudicial ao produto.
- (2) A secagem realiza-se instantaneamente devido a enorme superfície de transferência de calor obtida pela pulverização.
- (3) A secagem tem lugar a baixas temperaturas, ainda que o ar empregado para evaporar, esteja aquecido a elevadas temperaturas.
- (4) A medida que a umidade é eliminada da gotícula, a temperatura da mesma se aproxima da temperatura de saturação adiabática do ar que o envolve. Assim, a possibilidade de um super-aquecimento é diminuída. Convém acrescentar que a maioria das substâncias sensíveis ao calor em condições úmidas, suportam perfeitamente temperaturas mais elevadas quando estão secas.

(5) A forma da partícula seca é aproximadamente a de uma esfera, geralmente oca, dando ao produto, a característica de um pó leve e de fácil, fluidez (free-flowing). Este tipo de partícula não é obtida por outro método de secagem.

(6) O tamanho da partícula e a densidade do produto podem ser controlados e modificados em uma certa extensão variando as condições operacionais.

Tres são as operações mais importantes, envolvidas no processo: 1) atomização 2) mistura do ar quente com o líquido atomizado, 3) secagem das gotas e 4) coleta do produto seco. Como estes três processos ocorrem quase simultaneamente a operação de secagem pode ser controlada pela operação que requer maior tempo, por exemplo, se a mistura do ar e o material pulverizado requer maior tempo de evaporação, algumas das vantagens do curto tempo de secagem são desperdiçadas. Este efeito implicaria em dimensões enormes de equipamentos e consequentemente alto custo de investimento.

Por outro lado, com uma atomização não uniforme as partículas maiores controlarão o tempo global de secagem e consequentemente as menores sofrerão um superaquecimento devido a evaporação mais rápida.

Marshall (5) ilustrou como o grau de pulverização aumenta a superfície de transferência de calor e massa, calculando a quantidade de superfície produzida quando um certo líquido é reduzido a um hipotético jato de gotas de diâmetro uniforme,  $x$ . Assim, uma dada massa de líquido em forma de uma esfera de diâmetro  $x_0$  terá uma superfície de  $\pi x_0^2$  e um volume de  $\frac{1}{6} \pi x_0^3$ . Se esta é atomizada o número de gotas produzidas será  $n = \frac{x_0^3}{x^3}$ , e o aumento de superfície será  $\pi x \left( \frac{1}{x} - \frac{1}{x_0} \right)$  ou, a relação entre superfície produzida e superfície original será:

$$\left( \frac{x_0}{x} - 1 \right)$$

Assim, a superfície criada é inversamente proporcional ao diâmetro da gota atomizada. A magnitude deste aumento, pode ser apreciada considerando alguns valores típicos:

Se  $x_0 = 1$  cm e os valores de  $x$  vão de 0,1 a 0,001 cm., a área aumentará de



9 a 99 vezes. Isto significa que a velocidade dos processos de transferência de calor e massa aumentarão pelo menos nesse valor, ou mesmo mais desde que os coeficientes de transferência de calor e massa permaneçam constantes.

Resumindo, é preciso estudar em cada um dos estágios da secagem, as variáveis que exercerão maior influência na granulação e na qualidade do produto acabado.

Para um líquido dado e trabalhando com um equipamento de desenho pré-estabelecido, é possível estudar as seguintes variáveis em cada uma das partes do processo:

Atomização; concentração e viscosidade do líquido, velocidade de alimentação, tipo de atomizador (centrífugo, de pressão, de 2 fluídos). O atomizador centrífugo é o mais comum na indústria alimentícia e seu comportamento é função do diâmetro e da velocidade do disco. Jogando-se com estas variáveis se determinarão o tamanho e a distribuição das gotas.

Mistura do jato com o ar: velocidade, vazão e sistema de injeção de ar, definirão o tempo de contato gota-ar e a trajetória da partícula a fim de garantir a sua secagem completa antes de atingir as paredes do secador.

Secagem da gota: concentração de sólidos, temperatura e diâmetro da gota e temperatura e umidade do ar de secagem, terão a sua influência em algumas características do produto, tais como: densidade aparente, densidade real tamanho das partículas, umidade do produto e grau de higroscopicidade.

Existem muitas tentativas para prever teoricamente o comportamento de cada uma destas variáveis, mas a complexidade do conjunto e as dificuldades experimentais, limitam o uso dessas equações a poucos produtos submetidos a situações hipotéticas, dando como resultado enormes erros quando aplicadas a condições reais de operação. Melhores resultados foram obtidos com trabalhos empíricos ou semiempíricos, estudando poucas variáveis de cada vez, que são os citados a seguir:

Tate e Marshall (6) estudaram os atomizadores centrífugos a pressão para desenvolver dados quantitativos sobre distribuição do jato e tamanho das gotas. O diâmetro médio da gota, a uniformidade no tamanho e o ângulo do cone foram correlacionados empiricamente com as velocidades vertical e tangencial do líquido. Os resultados mostraram a importância da componente tangencial da velocidade na atomização e na produção de um apreciável ângulo do cone.

Nelson e Stevens (7), discutiram métodos para expressar, medir e correlacionar a distribuição de tamanhos de gotas produzidas num atomizador centrífugo. Eles descreveram o método de coleta das gotas em nitrogênio líquido, como sendo o mais rápido e eficiente para líquidos que congelam acima de  $-20^{\circ}\text{C}$ .

Para congelar as gotas produzidas no atomizador, idealizaram e construíram um equipamento especial. O coletor do jato, era uma câmara isolada de 50 cm de diâmetro. O nitrogênio líquido era introduzido no alto da câmara através de um anel perfurado, formando, ao escorrer, um delgado filme que cobria a superfície interna.

As gotas, parcialmente congeladas pela atmosfera fria, se congelavam totalmente ao atingir as paredes onde o nitrogênio líquido as arrestava para a saída da câmara. Ali eram colocadas uma série de peneiras e um coletor do nitrogênio líquido.

Logo após o teste, as peneiras eram acondicionadas num depósito, mantido a baixas temperaturas com nitrogênio líquido.

O material coletado em cada uma das peneiras, era esvaziado num recipiente e pesado em uma câmara especial, provida de balanças, onde a baixa temperatura era mantida através de uma corrente de ar passando por uma câmara interior contendo gelo seco.

Os dados foram reportados, usando a função de distribuição normal da raiz quadrada. Esta foi obtida locando a massa de aculeado vs. a raiz quadrada da abertura da peneira, num papel probabilístico normal.

Baseando-se em 114 testes, obtiveram correlações para a distribuição de tamanhos de gotas, que resultaram bastante consistentes.

Lapple e Shepherd (8), desenvolveram equações para calcular, a trajetória de partículas em movimentos acelerados, tomando em conta o efeito de atrito do fluido. Apresentaram os resultados em forma de gráficos para eliminar o problema da integração gráfica e simplificar a computação. Os valores calculados revelaram boa coincidência com os obtidos experimentalmente pelos proprios autores, usando um sistema no qual o material era atomizado em uma câmara, a uma velocidade horizontal constante e coletado em copos colocados a diferentes alturas em ângulo de 45° com a parede da câmara. O material quando alcança o copo já está seco. Fêz-se uma análise granulométrica por peneiramento do conteúdo de cada copo, para determinar o tamanho meio das partículas. Por outro lado fez-se o cálculo teórico das trajetôrias e a partir das equações se determinou o diâmetro da partícula que deve cair no centro do copo. A comparação dos resultados indicou um desvio da ordem de 10%.

Taylor e Harmon (9), desenvolveram um aparelho simples para determinar diâmetros de gotas em "sprays", recolhendo o jato em um recipiente com hexana a -20°C e logo medindo o diâmetro segundo a lei de Stokes. O método é rápido, simples e não precisa amostragem, mas apresenta o problema das partículas grandes poderem romper-se no instante da colisão com a superfície líquida da hexana.

Walton e Prewett, Straus, Dyma e Endou, Ryley e Dombrowsk, em Blakeebrough (10), desenvolveram outras equações empíricas com o mesmo propósito, mantendo-se em todas elas as limitações antes mencionadas.

É sabido que a secagem das gotas em um secador por atomização é uma operação de transferência simultânea de calor e massa, na qual o calor para evaporar é transferido por condução e convecção dos gases quentes à superfície da gota e o vapor se transfere por difusão e convecção para a corrente gasosa.

Pela teoria da camada limite, sabe-se que a velocidade de evaporação é máxima na superfície da gota que está em confronto com a corrente do ar, decresce a um mínimo valor perto do ponto de separação da camada limite, e aumenta novamente até atingir outro máximo (menor que o anterior), na face posterior da gota. Esta distribuição foi demonstrada experimentalmente por Froessling, reportada por Marshall (5).

As equações da camada limite de Froessling, combinadas com as de transferência de massa e calor, dão um sistema de quatro equações diferenciais, que mostram matematicamente como o calor, massa e quantidade de movimento estão inter-relacionados durante a evaporação do líquido da gota na corrente de ar.

O processo torna-se mais complexo ainda, pelas variações do sistema total de secagem.

Como veremos mais adiante a transferência de calor depende marcadamente da diferença de temperaturas e, no secador por atomização, a distribuição de temperaturas nos gases de secagem é difícil de prever, devido aos efeitos da taxa de evaporação, as perdas de calor, ao ambiente externo e a complexidade do movimento do ar. As velocidades relativas entre as gotas e o gás, são importantes mas igualmente variáveis e difícil de prever.

Ranz e Marshall (11), realizaram pesquisas sobre os fatores que tem influência na evaporação de gotas de líquidos puros e a velocidade de evaporação de gotas de água contendo sólidos dissolvidos e suspensos. O estudo esteve restrito a número de Reynolds ( $\frac{D_p \cdot v \cdot \rho}{\mu}$ ) entre 0 e 200, que são os encontrados nas operações de secagem por atomização.

Foram obtidas correlações independentes de velocidade de transferência de calor e massa, medindo-se a temperatura das gotas com pequenos termopares. Os diâmetros das gotas iam de 0.06 a 0.11cm, e a temperatura do ar até 220°C.

Enquanto a solução geral das equações diferenciais obtidas da teoria da camada limite, implica tantas suposições que anulam o seu valor prático os estudos de Ranz e Marshall (11) desenvolveram dados que podem ser extrapolados com certa segurança, para número de Reynolds até cinco vezes maiores do que o experimental.

No limite, para um sistema finamente disperso o número de Reynolds tende a zero, e nesse caso foi obtida a seguinte correlação entre as transferências de calor e massa:

$$= \frac{h_c \cdot D_p}{k} = \frac{kg \cdot \bar{M} \cdot D_p \cdot P}{D \cdot \rho} \cdot 2$$

Esta equação é de importância teórica e prática, já, que fixa as condições durante a evaporação até a secagem total de uma gota líquida.

Os estudos com gotas de água contendo sólidos dissolvidos ou suspensos forneceram os primeiros dados para elucidar o mecanismos de formação de partículas secas a partir de gotas. Os resultados indicaram que, estando o sólido em solução, a gota se evapora como se estivesse saturada, ainda que inicialmente a concentração média fosse menor do que a de saturação. Este fato foi comprovado em soluções de nitrato de amônia e cloreto de sódio e foi proposto um método conveniente para estimar a velocidade de evaporação.

A gota pode entrar na câmara de secagem, a uma temperatura superior, inferior ou igual a alguma temperatura dinâmica de equilíbrio do gás de secagem. No caso de gotas de líquido puro e para suspensões, esta temperatura seria a de saturação adiabática. Para gotas de soluções, como o soluto reduz-se a pressão de vapor esta temperatura é maior.

Se a temperatura inicial da gota não for igual à temperatura dinâmica de equilíbrio do ar de secagem, esta tenderá a atingi-la. Durante esse período inicial, em estado não estacionário, a secagem é geralmente desprezível.

Quando a gota atinge a temperatura de equilíbrio com o ar de secagem, começa a secar a uma velocidade constante. Nesse período, o calor é transferido por convecção, com a mesma velocidade com que se evapora a água, e a taxa de secagem pode ser expressa indistintamente pela equação de transferência de massa ou calor, da seguinte maneira:

$$N_G = k_Y (Y_S - Y) = \frac{hc (T - T_S)}{\lambda_s}$$

A gota seguirá secando a esta velocidade, até alcançar a sua umidade crítica, a partir da qual a taxa de secagem começa a decrescer até atingir o valor zero para o conteúdo de umidade de equilíbrio.

A duração desse primeiro período vai depender, para cada material e sistemas dados, exclusivamente da temperatura do ar de secagem. Quanto maior é esta, maior será a taxa de secagem e menor a duração do período de velocidade constante.

O problema consiste no conhecimento dos coeficientes de transferência de massa ou calor.

Malczewski e Dyduzyski(12) estudaram um método matemático aproximado para calcular o intervalo de tempo necessário para secar a solução até sua umidade crítica. Foi deduzida uma relação para o intervalo de tempo necessário para secar um líquido puro em movimento. As pesquisas experimentais mostraram concordância satisfatória com a teoria.

Malczewski e Dyduzyski<sup>(13)</sup> investigaram o problema da troca de calor e massa numa gota de solução, durante o primeiro período de secagem, num secador "spray". As gotas continham um sólido dissolvido e movimentavam-se com velocidade variável.

Foi deduzido um modelo matemático para o processo, por meio de um computador digital, e verificada a concordância com os dados experimentais.

Quando a gota adquiria uma estrutura sólida e o seu diâmetro permanecia constante, começava o período de velocidade decrescente, durante o qual a temperatura da gota aumentava continuamente. Este aumento de temperatura, era dado no caso de soluções pelo calor de cristalização e calor sensível transferido, e para o caso de suspensões, somente pelo calor sensível transferido.

Charlesworth e Marshall (19), apresentaram um exemplo da aplicação de sua equação semi-teórica, para predizer o tempo de secagem de gotas de uma solução de sulfato de sódio.

Foi calculado o tempo necessário para alcançar uma estrutura sólida e o tempo em que a gota reduzia seu volume em um valor equivalente ao volume da água evaporada. Baseando-se no suposto de velocidade relativa do ar igual a zero, deduziram que a taxa de evaporação da água de uma solução salina era equivalente a dois terços da taxa para gotas de água pura.

Sabe-se que o período de velocidade decrescente, pode ser considerado como dividido em dois estágios. O primeiro compreende a formação de uma estrutura rígida ou impermeável na superfície da partícula; o segundo compreende a eliminação da umidade residual, que geralmente é acompanhada por vaporização interna.

O efeito deste período de secagem sobre a partícula, dependerá muito da natureza do material e da temperatura de secagem.

Se o material é tal, que forma uma estrutura rígida, os vapores formados no interior da partícula migrarão para a superfície por simples difusão. Nesse caso, a transferência de massa controlará o processo e o uso de temperaturas maiores poderá não ter influência na taxa de secagem. O diâmetro da partícula permanecerá inalterável e resultará menor que o diâmetro da gota inicial.

Se na partícula é formada uma superfície impermeável, o efeito dependerá da rigidez dessa camada. Se ela for completamente rígida, a vaporização interna poderá fazê-la explodir, resultando um número maior de partículas menores e de forma indefinida.

Nas partículas com superfície impermeável, mas elástica, a vaporização interna produzirá um aumento do volume e conseqüentemente uma partícula de alta porosidade. Nesse caso a transferência dos vapores deixa de ser puramente difusional e a capilaridade começa a ter certa importância. Como conseqüência deste fenômeno, a transferência de calor tem mais influência que no caso anterior e um aumento na diferença de temperaturas pode ser sentida na taxa de secagem.

O engenheiro deve conhecer como as variações na alimentação e nas condições de operação, podem afetar as propriedades do produto seco por atomização. Os efeitos diferem notavelmente de um produto à outro, podendo-se fazer só algumas generalizações .

Duffie e Marshall (14) estudaram os efeitos da temperatura e concentração da alimentação e da temperatura do ar de secagem, sobre a densidade aparente de diversos produtos. Somente no caso da temperatura do ar, os resultados foram consistentes para todos os materiais estudados. Em todos os casos, um incremento na temperatura de entrada do ar, diminuía a densidade aparente.

No caso da concentração e temperatura da alimentação, ambas tiveram influência na densidade aparente do produto, mas em formas contraditórias.

Crosby e Marshall (16) desenvolveram um meio de calcular a densidade real das partículas secas por atomização, conhecendo a densidade aparente do produto e a fração de vazios existentes entre as partículas. A simples relação já:

$$\rho_p = \frac{\rho_a}{(1 - v)}$$

Para determinar a fração de vazios num material embalado ao acaso, usarem microesferas de vidro. Para cada tamanho de esfera, foi medida a densidade aparente e a fração de vazios de uma forma bastante simples e então os resultados foram colocados em um gráfico percentagem de vazios vs. diâmetro de partículas.



Para cada material, o valor da percentagem de vazios era achado no gráfico com o valor do diâmetro médio.

Tanto a densidade aparente como a real, terão marcada influência na higroscopidade do produto. Esta vem dada pela curva que representa a umidade relativa do ambiente vs. a umidade do produto, expresso em bases secas, depois de alcançar o equilíbrio.

Loncin (20) apresentou algumas curvas para produtos alimentícios, junto com uma reta dada pelos pontos (0,0) e (0,2,1) para a umidade do produto e umidade relativa do ambiente respectivamente. Esta reta representa aproximadamente a curva de equilíbrio da celulose do amido e foi chamada "reta padrão da higroscopidade". Todas as curvas situadas acima desta reta, se referem a produtos menos higroscópicos; as que se encontram na parte inferior, a produtos mais higroscópicos que o padrão.

Loncin, reportou as experiências de Hirsh que demonstraram que os materiais com elevado conteúdo de açúcares ou sais solúveis, eram mais higroscópicos quando continham maior quantidade de água.

Do ponto de vista operacional, a temperatura do ar de secagem terá influência também na eficiência térmica da operação. Esta pode ser expressa de duas formas diferentes:

(a) Eficiência Global,  $\eta_0$

$$\eta_0 = \left( \frac{T_1 - T_2}{T_1 - T_a} \right) \cdot 100$$

(b) Eficiência de evaporação,  $\eta_e$ :

$$\eta_e = \left( \frac{T_1 - T_2}{T_1 - T_S} \right) \cdot 100$$

Onde ( $T_1 - T_2$ ) representa a queda na temperatura do ar, devida só a secagem, isto é, sem considerar as perdas.  $T_a$  e  $T_s$  são respectivamente as temperaturas do ambiente e a de saturação adiabática, correspondentes a  $T_1$ .

A eficiência de evaporação indica o grau de aproximação à saturação, alcançado pelo ar de secagem.

Por último, dependendo da termossensibilidade do material à secar, a temperatura de secagem poderá alterar algumas das qualidades do produto fresco.

As qualidades microbiológicas de meios de cultura que usam hidrocarbonetos como fonte de energia, podem ser determinadas estudando as curvas de crescimento dos microrganismos.

Sadir (15), estudou 46 meios de cultura distintos, usando para determinar as curvas de crescimento, medidas da densidade ótica do meio. A turbidez da cultura, aumentava em forma aproximadamente proporcional ao crescimento de microrganismos, sendo que uma densidade ótica real de 5,7 correspondeu a uma concentração de levedura seca de 1%.

## II - MATERIAIS E MÉTODOS

### 1. Meio de Cultura

O meio de cultura usado, baseia-se nas experiências realizadas por Sadir, R. (15), o qual testou 46 meios com a finalidade de encontrar aquele mais adequado para obter alto rendimento celular. A fórmula inclui nutrientes inorgânicos e orgânicos e tem a seguinte composição:

	%
NH <sub>4</sub> Cl . . . . .	1,00
KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> . . . . .	0,50
Mg SO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O . . . . .	0,03
NaCl . . . . .	0,01
Extrato de levedura . . . . .	0,20
Extrato de malte . . . . .	0,20

Os componentes estão expressos em base seca

Este meio se completa, no momento da fermentação com 2,4% de n-parafinas ou 3% de querosene, como fonte de energia.

Para o preparo dos extratos de levedura e malte, se aplicaram os seguintes métodos (18):

#### Extrato de levedura:

O processo de extração realizou-se por autólise das células de levedura, pela ação das enzimas nelas presentes. 100 gramas de levedura de panificação foram colocadas em um frasco de vidro de 5 lts. contendo 1 litro de água destilada. Enquanto se agitava continuamente a temperatura elevava-se lentamente até atingir os 50°C. Manteve-se a essa temperatura durante 3-4 horas.

Depois da autólise, a temperatura era aumentada além de 75°C para inativar as enzimas. Filtrou-se, colocando-se o líquido em frascos de 100 ml e estes foram logo esterilizados a 121°C durante 45 min. Obteve-se um extrato com aproximadamente 8% de sólidos .

#### Extrato de malte:

Misturou-se 500 gr. de malte moído com 2 lts de água destilada. Aqueceu-se a 65°C, mantendo a essa temperatura durante 60 minutos. Filtrou-se, esterilizou-se a 121°C durante 25 min. Este tempo foi reduzido para evitar a reação de Maillard devido ao alto teor de açúcares redutores que o extrato contém. Obteve-se um extrato com 13% de sólidos.

Os nutrientes inorgânicos usados eram de marca Baker.

#### 2. Secador

Foi usado o MOBILE SPRAY DRYER, da Niro Atomizer. Esta unidade foi desenhada especialmente para trabalhos de pesquisa em laboratórios de desenvolvimento, pois permite uma secagem efetiva com pequenas quantidades de produto e os resultados obtidos fornecem um importante guia e informação para o planejamento e aplicação do processo de secagem por atomização em uma escala industrial.

As principais características deste secador são:

(a) Está dotado de aquecedores de ar a gás e elétrico, este podendo ser regulado até um consumo máximo de 7,5 kw, dando uma temperatura de entrada de até 350°C.

(b) A secagem pode ser acompanhada através de uma janela de observação.

(c) O painel de instrumentos possui lâmpadas piloto para os elementos de aquecimento, termômetros indicadores da temperatura de entrada e saída do ar e um manômetro para o controle da pressão do ar comprimido usado na turbina do atomizador.

(d) O ar é dispersado junto ao disco atomizador.

(e) A parte superior pode ser levantada pneumáticamente e os tubos de interconecção podem ser removidos facilmente permitindo dfácil limpeza e acesso a câmara.

(f) O pó e o ar de saída são separados eficientemente num ciclone de aço inoxidável sendo o pó recuperado num frasco de vidro.

(g) A vazão do ar pode ser controlada por meio de uma válvula de borboleta colocada no duto de saída.

(h) A capacidade de evaporação é dada na seguinte tabela:

---

Ar de Secagem	Temperatura de entrada	Temperatura de saída	Capacidade de Evaporação
85 Kg/h	150°C	80°C	1,3 Kg/h
85 Kg/h	170°C	85°C	1,7 Kg/h
80 kg/h	200°C	90°C	2,5 Kg/h
80 Kg/h	240°C	90°C	3,4 kg/h
75 Kg/h	350°C	90°C	7,0 Kg/h

---

(i) O atomizador é do tipo centrífugo, com velocidades de rotação de até 40.000 r.p.m. e operado com uma turbina a ar. A velocidade de rotação é função da pressão do ar comprimido na turbina.

Na parte superior do atomizador, encontram-se dois tubos de entrada, um para o ar e outro para a alimentação.

A alimentação é introduzida por meio de um tubo de borracha conectado a um pequeno funil coletor.

Este por sua vez recebe o líquido que cai de um funil de separação. A vazão do líquido é controlada com a válvula do funil de separação e com uma pinça colocada na borracha de saída.

Em nosso caso foi adaptada uma bomba peristáltica para um melhor controle da taxa da alimentação.

### 3. Determinação da velocidade do disco atomizador

Como a velocidade do disco é uma função da pressão do ar na turbina, tentou-se correlacionar ambos os dados experimentalmente. Para tanto foi usado o estroboscópio eletrônico tipo 1538-A, STROBOTAC, da General Radio Company.

Para cada pressão de ar mediu-se a velocidade de rotação, usando para mais comodidade de trabalho a lâmpada de extensão tipo 1538-P2.

Os resultados são mostrados na Figura I do apêndice.

### 4. Distribuição de tamanho das gotas formadas pelo atomizador

Para obter estes dados experimentais, as gotas atomizadas foram congeladas mediante a técnica que emprega nitrogênio líquido.

Foi materialmente impossível seguir exatamente a técnica empregada por Nelson (7), e sobretudo recorrer ao uso de equipamentos sofisticados.

Consideramos que a câmara de secagem de nosso equipamento poderia adaptar-se perfeitamente para ser usada em lugar da câmara de atomização construída por Nelson.

Também, a técnica de coleta e pesagem das gotas congeladas, foi simplificada para maior facilidade de trabalho e para assegurar menores erros nas medições.

A figura da página seguinte, mostra um esquema do sistema usado. Colocou-se no alto da câmara, um anel de tubo perfurado por onde o nitrogênio líquido era pulverizado sobre a superfície interna da mesma, formando ao escorrer, uma delgada película que a cobria totalmente.

Uma vez esfriado o sistema e alcançada a rotação desejada, alimentava-se com 100 gramas de solução em teste a uma taxa constante de 2 litros/hora.

As gotas atomizadas na câmara, eram parcialmente congeladas pela atmosfera fria produzida pelo nitrogênio evaporado, e congeladas completamente ao atingir as paredes onde escorria a película de nitrogênio líquido, arrastando-as para a saída da câmara.

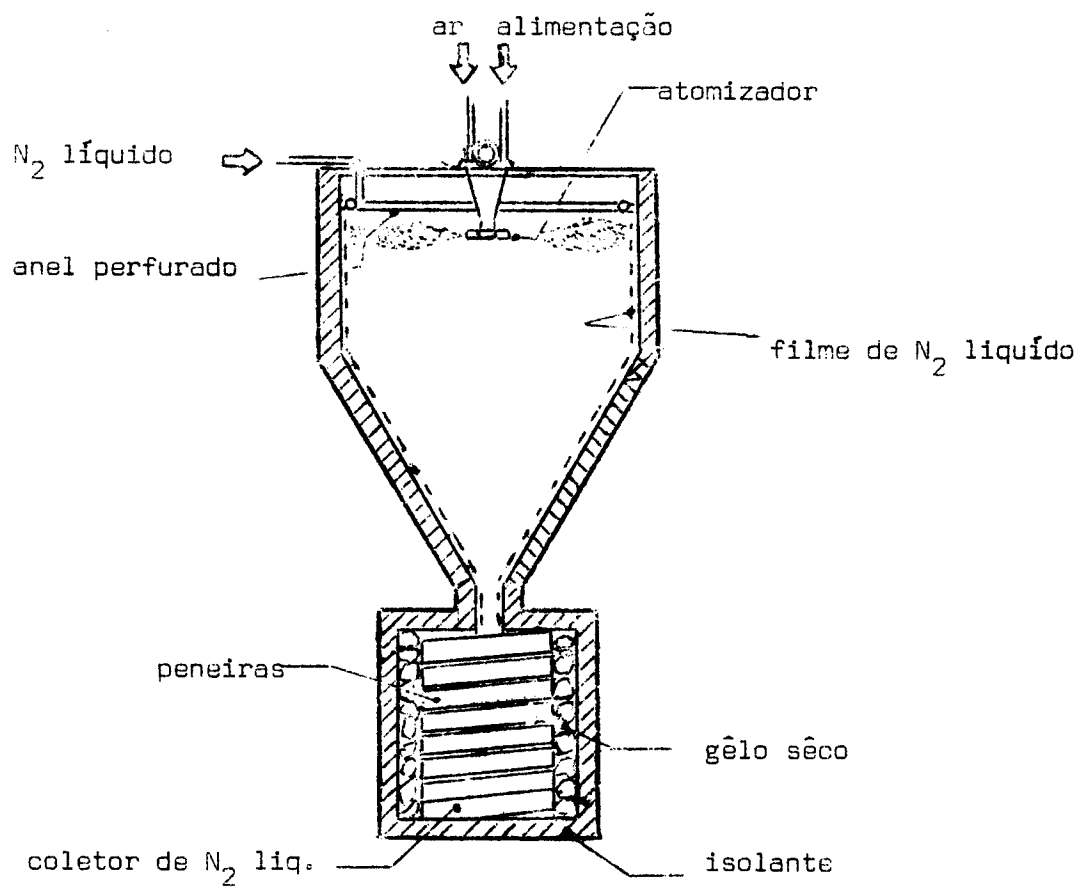
Alí foram colocadas nove peneiras da série Tayler previamente taradas e um coletor de nitrogênio líquido no interior de um recipiente isolado contendo gelo seco, para evitar a evaporação do nitrogênio e descongelamento das gotas. Essas peneiras, permitiam a imediata separação das gotas por tamanho e do líquido que era depositado no último reservatório. Estando as peneiras dentro do recipiente refrigerado, era possível agita-lo ao final do teste, para permitir uma melhor separação das gotas.

Durante o teste, o ar à pressão usada na turbina evitava a ação da atmosfera fria no atomizador.

Para simplificar o método de pesagem de Nelson, que esvaziava o conteúdo de cada peneira, realizando toda a operação dentro de uma câmara refrigerada, introduzimos as seguintes modificações para prescindir do uso da câmara e reduzir o erro produzido pelas gotas que podem ficar retidas nas aberturas das peneiras:

Ao final do teste, cada uma das peneiras era colocada sobre um prato de alumínio previamente tarado, deixando-se evaporar o nitrogênio, e logo pesadas para calcular, por diferença, o peso do material coletado em cada uma e o peso da acumulado.

Algumas gotas menores, eram arrastadas pelo nitrogênio até o coletor de lí





quido. Este material foi recuperado por filtração num papel de filtro pre  
viamente tarado. Uma vez que o nitrogênio evaporava-se, determinava-se o  
peso do material.

As principais vantagens deste método são as seguintes:

- (a) Praticamente todo o jato é coletado reduzindo o erro de amostragem.
- (b) A possibilidade de rompimento das partículas ao atingir as paredes, é  
praticamente anulada pois elas já são parcialmente congeladas pela ta  
mosfera fria.
- (c) O método é relativamente rápido e barato. É possível para um simples  
operador, realizar quatro ou cinco experiências num dia.

Foram realizados nove testes, correspondentes a tres velocidades de rotação  
e tres concentrações de alimentação diferentes.

Em um atomizador centrífugo, o líquido é alimentado dentro de uma superfí  
cie em rotação e atomizado pela ação da força centrífuga. Sob condições nor  
mais de operação, o líquido se estende da periferia na forma de uma pelí  
cula delgada, a qual é quebrada pela ação aerodinâmica.

Compreendendo isto, pode-se notar que a temperatura de secagem não tem in  
fluência no tamanho da gôta e porque as experiências realizadas considera  
ram sômente as outras duas variáveis.

Os resultados são **dados** na Tabela =1.

Para as nove combinações pesquisadas, aplicou-se a função de distribuição  
normal da raiz quadrada, considerada a mais adequada para expressar os da  
dos de um atomizador centrífugo.

Esta foi determinada locando a massa de material acumulado vs. a raíz qua  
drada da abertura da peneira em um papel probabilístico normal, como indica  
do na Figura 2.

## 5. Secagem

Foram realizados 27 testes de secagem, usando combinações das variáveis: temperatura do ar de secagem ( 240°C, 200°C e 165°C ), velocidade do rotor (18.750, 14.700 e 8.900 r.p.m.) e concentração da alimentação (20,25 e 30%).

Trabalhou-se somente em dias nos quais a temperatura e umidade relativa do ambiente, determinadas com higrômetro HAENNI de bulbo úmido e seco, davam pelo diagrama psicrométrico, condições de umidade absoluta fixa (6 gr/Kg) para o ar aspirado pelo sistema. Dessa forma, eliminavam-se variáveis que poderiam ter influências nas condições de experiência.

Foram também mantidas constantes a velocidade do ar, trabalhando com uma abertura fixa da válvula borboleta; a vazão da alimentação (2 litros/hora) e a sua temperatura de (50°C). Esta temperatura foi escolhida pelo fato de ser superior a temperatura de saturação adiabática de ar nas 3 condições (49°C, 46°C e 42°C). Como o material mantém-se durante a maior parte da secagem nesta temperatura, aumentou-se assim a eficiência da operação.

Em todos os casos, o material seco foi coletado no ciclone em frascos de vidro pré-aquecidos para evitar a possível adsorção de umidade. Com eles foram realizadas as seguintes determinações.

### (a) Distribuição de tamanho das partículas secas:

Foi usado o método microscópico. Uma certa quantidade de partículas eram conservadas e medidas num microscópio Carl Zeiss e logo determinado o seu diâmetro médio, dividindo a somatória do produto do diâmetro da partícula multiplicando pelo número de partículas desse diâmetro, pelo número total de partículas contadas.

Os resultados são mostrados na Tabela III

### (b) Densidade aparente do produto seco

A densidade aparente do produto foi determinada enchendo um cilindro graduado de 5 cc. previamente tarado, através de um alimentador cônico de vidro

para controlar a velocidade com a qual o produto é alimentado. Este cilindro foi então pesado numa balança Mettler P-160 N. Dividindo o peso líquido do produto pelo volume de 5.cc., obteve-se os valores dados na Tabela IV.

(c) Densidade real das partículas

Pela observação microscópica, comprovou-se a perfeita esfericidade das partículas e portanto foi possível calcular a densidade real usando apenas dados de densidade aparente seguindo o método de Crosby (16).

A Figura 6, reproduz o gráfico percentagem de vazios vs. diâmetro das partículas, construído com o uso de microesferas de vidro.

As densidades reais das partículas nos 27 testes, foram calculadas usando os valores deste gráfico, para o valor dos diâmetros médios e as densidades aparentes encontradas anteriormente.

Os resultados estão reportados na Tabela V.

(d) Umidade do produto

Imediatamente após os testes, era determinada a umidade residual no material coletado.

Usou-se para isso uma balança Mettler P-160 N de dupla escala, acoplada a uma unidade de secagem Mettler LP-11.

Nas determinações usaram-se 5 gramas de amostra e a fonte infravermelha foi mantida na intensidade nº 1, correspondente a uma temperatura de 75°C.

O tempo de secagem necessário para atingir-se um peso constante, nunca foi maior do que 15 minutos.

A Tabela VI dá os valores achados para todos os testes, expressos em base seca.

(e) Determinação da curva de higroscopicidade do produto.

Para este fim usaram-se as amostras do material obtido no teste com tempera

tura de secagem de 240°C, velocidade do atomizador de 8.900 r.p.m. e concentração da alimentação de 30%, por ser o que apresentava menor densidade aparente e portanto a maior higroscopicidade.

Em dez cadinhos previamente tarados e secos pesou-se 5 gramas de material seco, isto é, 5,033 gramas do material com a umidade que ele contém. Estes cadinhos foram fixados no interior de 10 frascos herméticos com umidade relativa do ambiente controlada.

Para controle da umidade relativa no interior dos frascos onde foram colocadas as amostras, empregamos soluções de ácido sulfúrico, cuja pressão de vapor foi calculada para que mantivesse a umidade relativa em valores fixos. Preferimos este processo por apresentar vantagens sobre o uso de soluções salinas super-saturadas, também muito empregadas para este fim.

A pressão de vapor das soluções de ácido sulfúrico, varia pouco com as pequenas oscilações da temperatura ambiente. Disso resulta que a umidade relativa permanece satisfatoriamente constante, mesmo sem controle de temperatura. O equilíbrio entre as soluções e o ar ambiente se estabelece rapidamente. Também a umidade relativa pode ser verificada facilmente, pela simples determinação da densidade do ácido.

Foram preparadas dez soluções com ácido sulfúrico Baker de densidade de 1,84 ; de acordo com a Tabela VII (17).

As densidades das soluções foram medidas com uma balança Universal, Sistema MOHR-WESTFAHL, Tipo 4431; LB - 502, da "LABOR" MUSZERIPARI MUVEK, mantendo-as sempre a 20°C, temperatura na qual os valores do quadro são dados.

Os cadinhos, de peso total determinado, foram pendurados dentro dos frascos contendo as soluções, fechando-se hermeticamente os mesmos. Periódicamente, os cadinhos eram retirados e pesados, determinando-se assim a umidade que estavam adsorvendo.

Esta técnica foi empregada até atingir a estabilidade no peso, indicativa de se ter atingido o equilíbrio .

Essa umidade, expressa em bases sêcas foi considerada a umidade de equilíbrio para a umidade relativa do ambiente correspondente. Na Figura 8 aparecem os resultados.

(f) Teste microbiológico:

Realizou-se um teste microbiológico, com o propósito de comparar o meio fresco com o sêco por possíveis alterações no comportamento da cultura. Preparou-se dois frascos erlenmeyer de 500 ml, contendo o primeiro 50 ml do meio de cultura fresco e o segundo, 50 ml de um meio de cultura obtido pela rehidratação, a mesma concentração, do produto seco a 165°C. Em ambos foram adicionados 3% de querosene.

Após regular o pH a 5,0 os frascos foram inoculados com a levedura *Candida lipolytica* ATCC 8661, aclimatada a um meio de cultura contendo querosene como única fonte de carbono.

Estes frascos foram mantidos em um agitador rotativo a 300 r.p.m. e temperatura controlada a 33°C durante 48 horas.

Depois desse período, cada um deles, serviu como inóculo de outros dez frascos de mesma composição, na proporção de 5% v/v/.

Manteve-se, estes 20 frascos, em agitador rotativo a 300 r.p.m. e temperatura controlada a 33°C, determinando-se cada 12 horas o crescimento celular por medidas da turbidez do meio de cultura, usando para tal o colorímetro "Spectronic 20" da Bausch and Lomb com filtro de 610 m  $\mu$ .

A medida das densidades óticas dos meios ao tempo zero de fermentação, foram tomadas como zero, para poder comparar ambos os valores posteriormente, e essas quantidades eram descontadas em todas as medidas.

Foi necessário também, diluir os meios na proporção de 1:20 para permitir a leitura no colorímetro dos meios mais turvos.

Em cada leitura, usaram-se dois frascos da mesma composição para evitar erros experimentais e de observação.

### III - RESULTADOS E DISCUSSÃO

Apresentaremos e discutiremos a influência sobre as propriedades mais importantes do produto, das três variáveis em estudo: Velocidade do disco atomizador, concentração do líquido alimentado e temperatura de secagem.

#### 1. Distribuição de tamanhos das gotas

A Figura 2, mostra que em todos os casos a função de distribuição normal da raiz quadrada resultou em uma linha reta.

Para cada experiência, o diâmetro médio foi calculado elevando ao quadrado o valor da raiz quadrada do diâmetro da gota à cinquenta por cento de peso acumulado.

A Tabela II mostra os resultados, e as conclusões finais podem ser deduzidas facilmente da Figura 3, que resume cada ação. Observa-se que um aumento da rotação no atomizador, produz gotas menores; conclusão lógica tendo em conta que estamos aumentando a velocidade tangencial e portanto a força centrífuga que é a que produz o efeito da atomização.

Um aumento na concentração do líquido, produz um aumento em sua tensão superficial, do qual resulta a uma rotação constante, gotas de diâmetros maiores.

A faixa de tamanhos médios de gotas obtidas, foi inteiramente satisfatória, no sentido que o uso de velocidades maiores produziriam gotas muito pequenas, até que em um certo limite as curvas seriam assintóticas, indicando que a velocidade de rotação já não teria efeito no diâmetro médio.

#### 2. Distribuição de tamanhos das partículas secas

A Tabela III dá os valores obtidos na determinação do diâmetro das partículas secas.

Pode-se observar nela, que para uma dada temperatura de secagem, é mantida a relação estabelecida anteriormente, isto é, o tamanho aumenta com a concentração da alimentação e diminui com um aumento na velocidade do atomizador.

O uso de soluções mais concentradas, além de produzir gotas maiores, introduz-se maior quantidade de sólidos em cada uma. Para uma dada concentração, à rotação mais elevadas as gotas são menores com menor quantidade de sólidos.

A variável de maior influência no tamanho da partícula foi a temperatura de secagem.

A Figura 4, relaciona o diâmetro medio da partícula seca com o diâmetro medio da gota inicial, para distintas temperaturas de secagem. Pode-se observar que um aumento da mesma, para condições de concentração e velocidade de constantes, produz um marcante aumento no diâmetro da partícula.

Nas observações microscópicas, comprovamos a perfeita esfericidade das partículas, indicativa de que, dentro dos limites do trabalho, ao se alcançar a umidade crítica, a partícula formou uma camada superficial impermeável, mas elástica, de forma tal que a vaporização produziu apenas uma expansão da partícula.

Quanto maior foi a força motriz de temperaturas aplicada maiores foram a transferência de calor ao interior do sólido, a vaporização interna e portanto a expansão.

O uso de temperaturas e concentrações maiores, poderiam ter causado o rompimento das partículas, fato indesejável no produto final.

À concentrações menores, estando estas mais longe da saturação, poderia ter acontecido que antes de se formar uma estrutura sólida por efeito da cristalização, a gota já tenha perdido massa suficiente, dando no final partículas de diâmetro menor que o inicial.

### 3. Densidade aparente do produto final

Deduz-se através da Tabela IV ou da Figura 5, que as condições de velocidade do atomizador, temperatura de secagem e concentração da alimentação que correspondem a partículas de maior diâmetro, produzem também um produto com menor densidade aparente. Isto está de acordo com a teoria, uma vez que quanto maior o tamanho das partículas, maior é o volume de vazios entre elas.

Entretanto, pode-se observar também, que esta propriedade não varia tanto quanto o esperado. Uma explicação para este fato, reside na distribuição do diâmetro das partículas. A Figura 5 foi traçada com base no diâmetro médio das partículas e portanto temos de admitir uma distribuição normal dos mesmos em torno destes valores. Pela Figura 2, observa-se que quanto maiores os diâmetros, maior o desvio com relação ao valor médio. Resulta que, um leito de partículas de diâmetro médio grande, tem os espaços vazios facilmente ocupados por partículas pequenas, atenuando assim, a variação de densidade aparente esperada.

Considerando cada variável independentemente, notamos que a densidade aparente diminui de uma forma linear com a concentração, pois embora cada gota contenha mais sólidos, o processo difusional se faz mais difícil, dando como resultado uma maior expansão. Aumenta com o aumento da velocidade do atomizador, pois se produzem partículas menores, e finalmente, diminui com a temperatura de secagem, também pelo efeito da expansão e da menor umidade residual no produto.

#### 4. Densidade real das partículas secas

Uma análise da Tabela V mostra que para uma dada temperatura de secagem, a densidade real das partículas decresceu com o aumento do diâmetro das mesmas, para todas as condições de concentrações da alimentação e velocidades do atomizador.

Mesmo assim, um aumento na temperatura de secagem, para condições fixas de concentração da alimentação e velocidade do atomizador, produz partículas menos densas. Este fenômeno é de simples explicação, já que a gota inicial,



que nos tres casos foi identica, em contato com ar mais quente sofre maior expansão e a partícula resultante, além de ser maior ( com identico conteúdo de sólidos), contém menor umidade residual.

#### 5. Umidades do produto

As variáveis consideradas na secagem, tiveram influência na umidade do produto final. A Tabela VI, mostra que estes valores variaram de 0,54 até 2,52% em bases secas.

A Figura 7, compara os resultados para uma velocidade fixa do atomizador. Pode-se notar que as máximas variações são obtidas com mudanças na temperatura do ar de secagem, que como dissemos anteriormente, é a variável mais importante na transferência de calor e massa na operação de secagem.

O uso de temperaturas mais elevadas, produz maior expansão, e portanto diâmetros de poros maiores. Neste caso, a capilaridade se soma ao efeito difusional, dando como resultados uma maior taxa de eliminação da umidade.

Na Figura 7, também se pode estudar a influência da concentração da alimentação. Temos dois efeitos combinados.

Por um lado, à concentrações menores, a gota tem mais água e portanto é provável encontrar mais umidade residual no produto; mas também a concentrações menores, a gota é menor e a secagem mais rápida a uma temperatura fixa.

Da combinação de ambos os efeitos, o primeiro se superpõe mas não de uma maneira intensa.

Retomando a Tabela VI, é possível observar que o aumento da velocidade do atomizador, resulta em um produto mais seco. Conclusão lógica, pois para uma dada concentração e temperatura, partículas menores secam mais rápido.

#### 6. Curva de higroscopicidade do produto

A Figura 8, dá os valores da umidade de equilibrio do produto para diferentes umidades relativas do ambiente.

O nosso produto apresentou baixa higroscopicidade em relação ao padrão, quando ficou confinado a atmosferas com umidade relativa menor do que 70%.

Para valores maiores do que 70%, surgiram variações consideráveis de umidade de equilíbrio para pequenos acréscimos de umidade relativa. Nos frascos com atmosfera mais úmida do que este valor, o produto formou soluções com a água adsorvida.

Concluimos, que sob condições normais de embalagem o produto não teria problemas de higroscopicidade em lugares de clima relativamente seco, e só deveriam se tomar providências especiais ao ser armazenado em ambientes com umidade relativa maior de 70%.

Devemos lembrar ainda, que para efeitos do teste, foi tomada uma amostra do material que apresentou menor densidade aparente, para ter idéia das condições extremas.

Por meio de considerações que veremos mais adiante, deduziremos que este material não seria o mais adequado para uma produção para fins comerciais. É de se esperar portanto, menor higroscopicidade para qualquer das outras 26 amostras.

## 7. Teste microbiológico

A Figura 9, mostra os resultados obtidos na determinação das curvas de crescimento celular da *Candida lipolytica* ATCC 8661, nos meios de cultura fresco e rehidratado, contendo 3% v/v de querosene.

As curvas mostraram que durante as primeiras 44 horas de fermentação, a taxa de crescimento para o meio seco se apresenta superior ao fresco, mas a partir desse ponto, o processo se inverte e o meio fresco atinge o ponto máximo com uma vantagem ligeiramente superior ao rehidratado.

Essa diferença foi de 0,5 O.D., correspondente à aproximadamente 0,875 gramas de levedura seca por litro de meio de cultura.

É preciso também observar, que a taxa de autólise da levedura no meio rehidratado, se apresentou marcadamente superior, ou seja que seria necessário recuperá-la antes de decorridas 60 horas de fermentação. Isto é realmente o que acontece na indústria, pois, nesse ponto temos o pico máximo de produção.

#### 8. Outras observações

Correspondendo ao principal propósito deste trabalho, já foram discutidos os efeitos das variáveis em estudo sobre propriedades meramente físico-químicas, mas, é necessário apontar algumas outras observações que surgiram no desenvolvimento da pesquisa e que podem ter relevante importância na comercialização de um produto semelhante.

Nas observações microscópicas, foi demonstrada não só a esfericidade das partículas como também o fato de que em nenhum dos casos elas se apresentavam aglomeradas. Esta propriedade que a primeira vista poderia ser considerada sem importância, quando associada a uma umidade residual e densidade aparente baixas, conferem ao material a característica de um produto "free-flowing".

Esta propriedade ( muito difícil de definir e traduzir ) pode ser observada colocando o produto num frasco e agitando-o. A superfície do sólido apresentará movimentos muito similares aos de um líquido. Este fato é de vital importância na comercialização de qualquer produto seco por atomização, pois constitui o primeiro contato sensitivo com o produto, sem sequer ter tirado ainda a tampa do frasco.

Outra característica importante na aparência do produto é dada pela cor.

A mudança da cor do produto foi observada só para distintas temperaturas de secagem, sendo que as outras variáveis não mostraram ter influência nenhuma.

Tomando como padrão de comparação o extrato de levedura comercializado pela OXOID da Inglaterra, notamos que o produto obtido usando temperatura de

secagem de 200°C, corresponde quase exatamente ao mesmo. O produto obtido com temperatura de 165°C foi muito mais claro e aquele com 240°C algo mais escuro que o padrão.

Comparando os nossos três produtos, é obvio deduzir que nas condições mais críticas de secagem houve um superaquecimento do material, produzido sem dúvida pela baixa umidade atingida nessas temperaturas tão altas.

Através do nosso trabalho, não achamos um motivo de peso que justifique o uso de temperaturas de secagem muito superiores a 165°C. O produto obtido nessas condições apresenta uma cor extremamente clara e agradável, e as condições de umidade residual e densidade aparente, seguem dando ao material a característica de "free-flowing".

Do ponto de vista da eficiência térmica da operação, também não é grande vantagem o uso de temperaturas mais elevadas.

A Tabela VIII, mostra os resultados das observações, e o cálculo das eficiências global e de evaporação, para cada caso.

Pode-se notar que as diferenças existentes em ambas as eficiências, não justificam o uso de elevadas temperaturas com o conseqüente deterioramento do produto, mais ainda, considerando que se trata de um produto de alto valor econômico no mercado.

#### IV - CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

Os resultados obtidos neste estudo e nos anteriores, mostraram que os efeitos das variáveis de operação nas propriedades das partículas sêcas, depen  
dem do tipo de material que se processa.

Nas experiências realizadas com materiais cristalinos tipificados pelo sul  
fato de sódio (26), (19), o efeito da temperatura de secagem na densidade e  
no diâmetro final das partículas foi insignificante para soluções de concen  
trações muito baixas ou próximas à saturação. Entretanto, para o nosso mate  
rial, a temperatura de secagem mostrou um marcante efeito para qualquer con  
centração.

Foi demonstrado mais uma vez, que só em casos especiais o diâmetro da partí  
cula sêca iguala ao da gota inicial, sendo que a diferença é mais evidente  
para gotas maiores.

Nas medidas das densidades aparente e real, os valores obtidos mostraram a  
importância do estudo da distribuição de tamanhos das gotas. Estas proprie-  
dades calculadas teoricamente por Charlesworth e Marshall (19), diferem em  
parte dos valores obtidos experimentalmente. Esta diferença pode-se expli  
car em parte, pelo fato de que as equações teóricas são baseadas no suposto  
de que a velocidade relativa do ar é igual a zero o que implica em uma evapo  
ração menor do que a real.

Mas, em todos os casos; podemos concluir que a teoria não conseguiu ainda  
esclarecer satisfatoriamente o comportamento das variáveis de operação nas  
propriedades das partículas sêcas.

Embora tenham sido estudadas as variáveis mais importantes na secagem por  
atomização e através de numerosos testes, por nós considerado o número míni  
mo indispensável, nem por isso foram esgotadas todas as possibilidades de  
variação do processo.

A temperatura, a taxa da alimentação e o fluxo do ar, considerados por nós como fixos, tem possibilidade no mesmo equipamento de juntar-se às outras três variáveis estudadas para formar um quadro de experiências mais completo, assegurando assim, o conhecimento praticamente total da operação de secagem do ponto de vista experimental.

Logicamente, para estar seguro de correlacionar cada uma das variáveis com as outras de forma coerente, seria preciso realizar centenas de experiências, que deveriam estar a cargo de um grupo de pesquisadores e fugiriam das possibilidades deste trabalho.

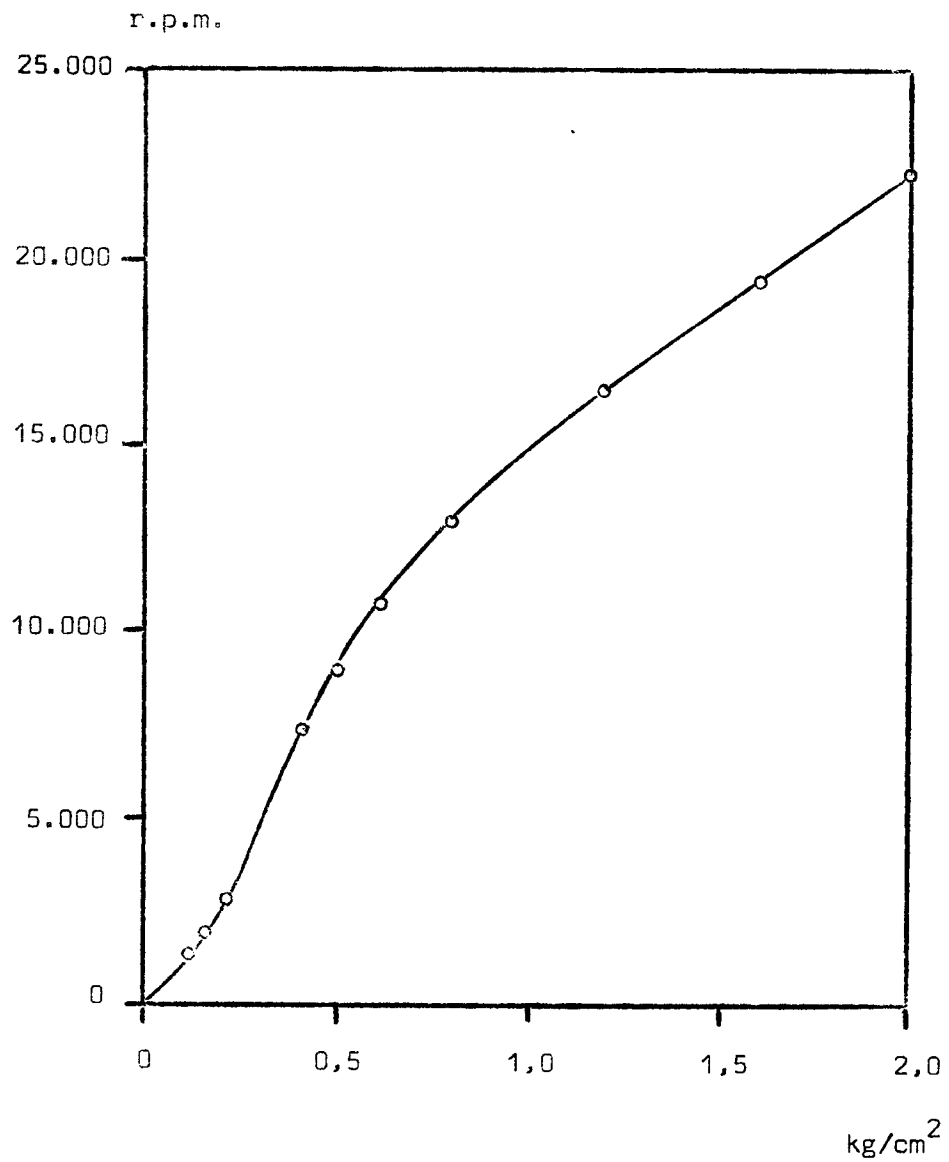
A determinação das curvas de higroscopicidade para os materiais obtidos em outras condições, pode ser de importância no caso de se fazer um estudo de embalagem e armazenamento do produto.

O teste microbiológico foi realizado só com o material que à nosso ver apresentou melhor aspecto para a comercialização e que foi exposto às condições menos críticas de secagem, podendo-se esperar neste caso, o menor desvio com relação ao meio fresco. O quadro poderia se completar então com a determinação de uma série de curvas de crescimento celular da levedura em cada um dos meios secos obtidos.

Ficam abertas as possibilidades mencionadas, e ficam os métodos dados por este trabalho como base experimental e dedutiva.

V - FIGURAS E TABELAS

FIGURA 1

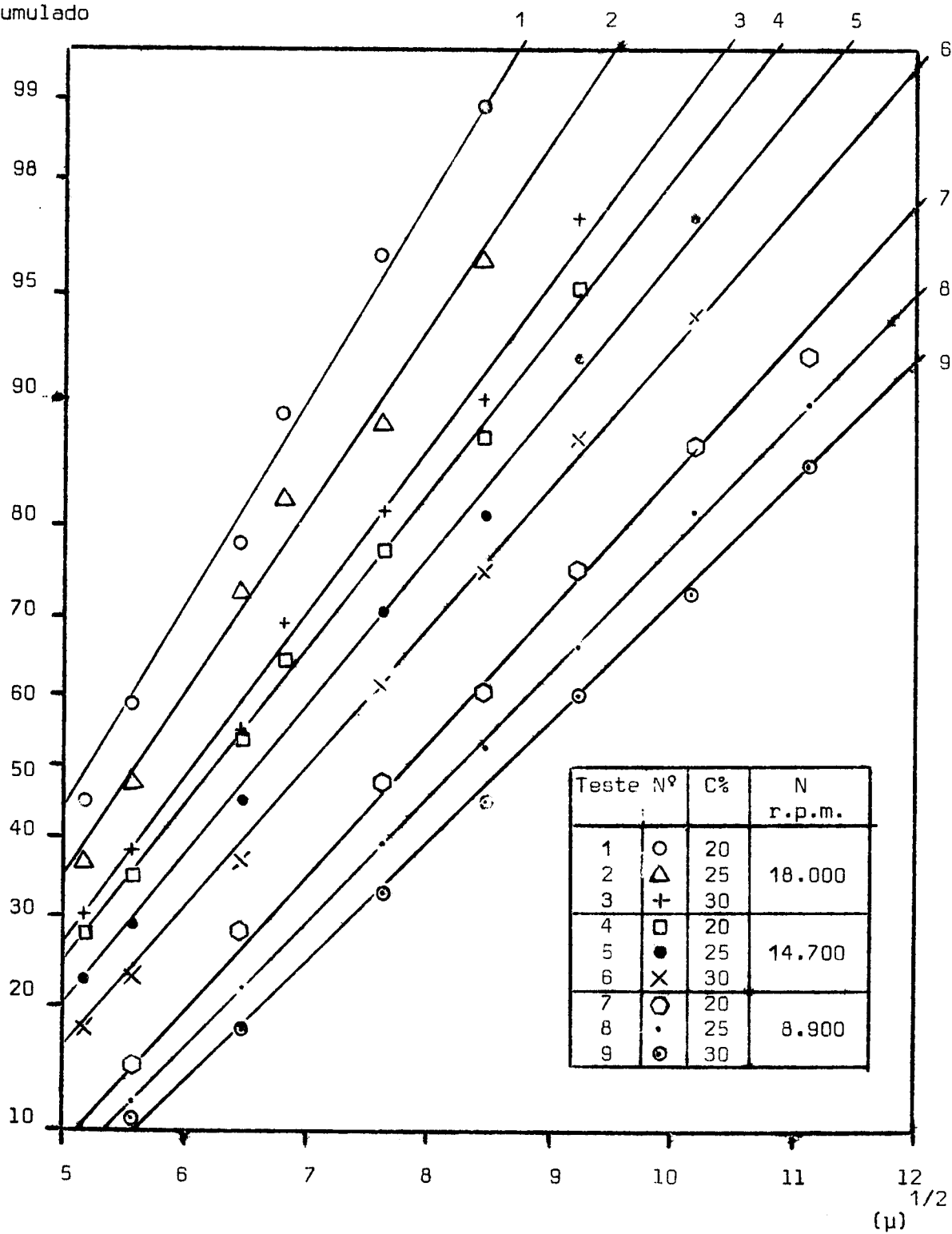


Velocidade do rotor para distintas pressões do ar na turbina



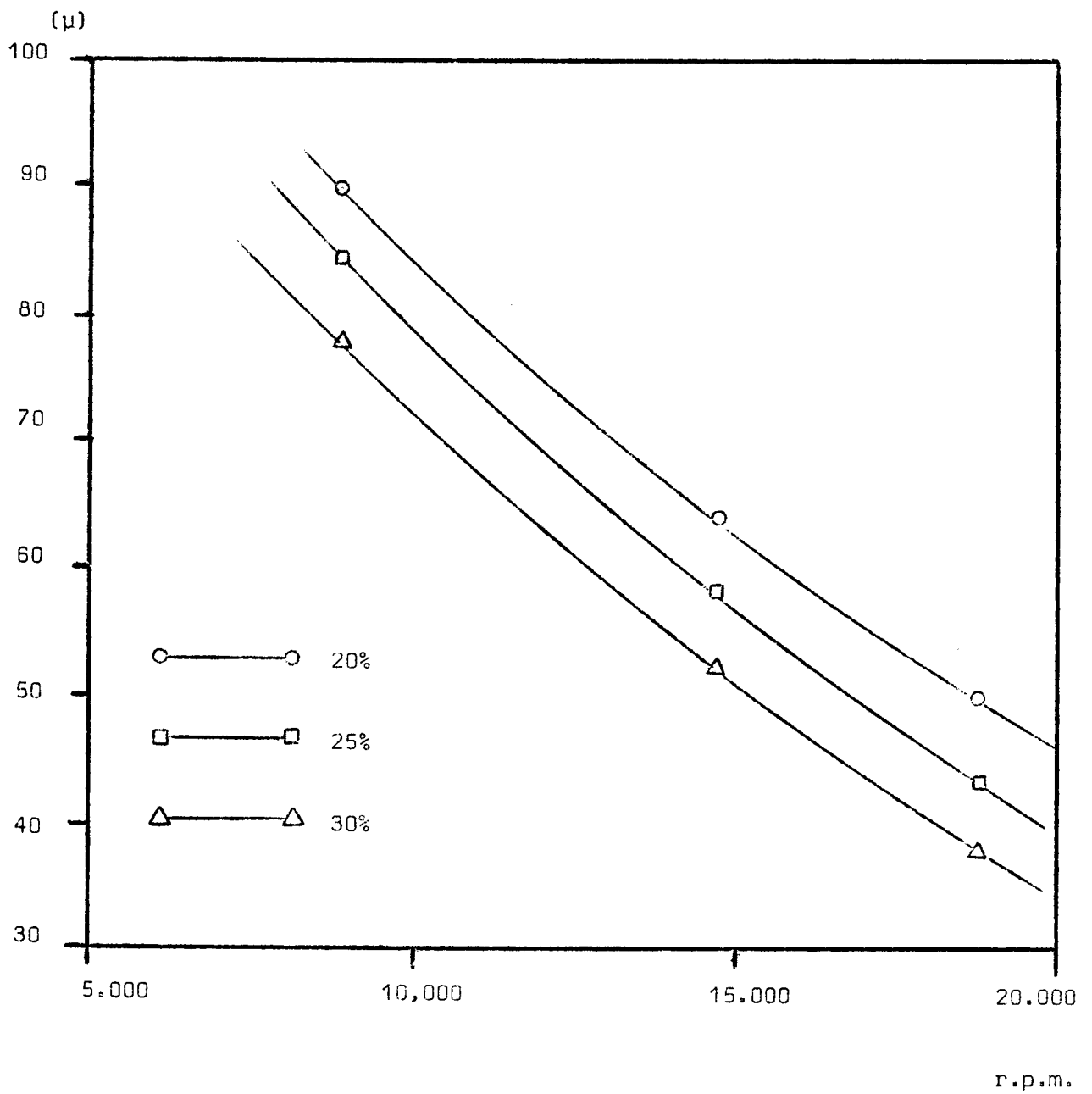
FIGURA 2

% de acumulado



% de material acumulado vs. Raiz quadrada da abertura da peneira

FIGURA 3



Diâmetro da gota vs. velocidade do rotor, para distintas concentrações.

FIGURA 4

Diâmetro da partícula sêca vs. diâmetro da gota inicial para distintas temperaturas de secagem.

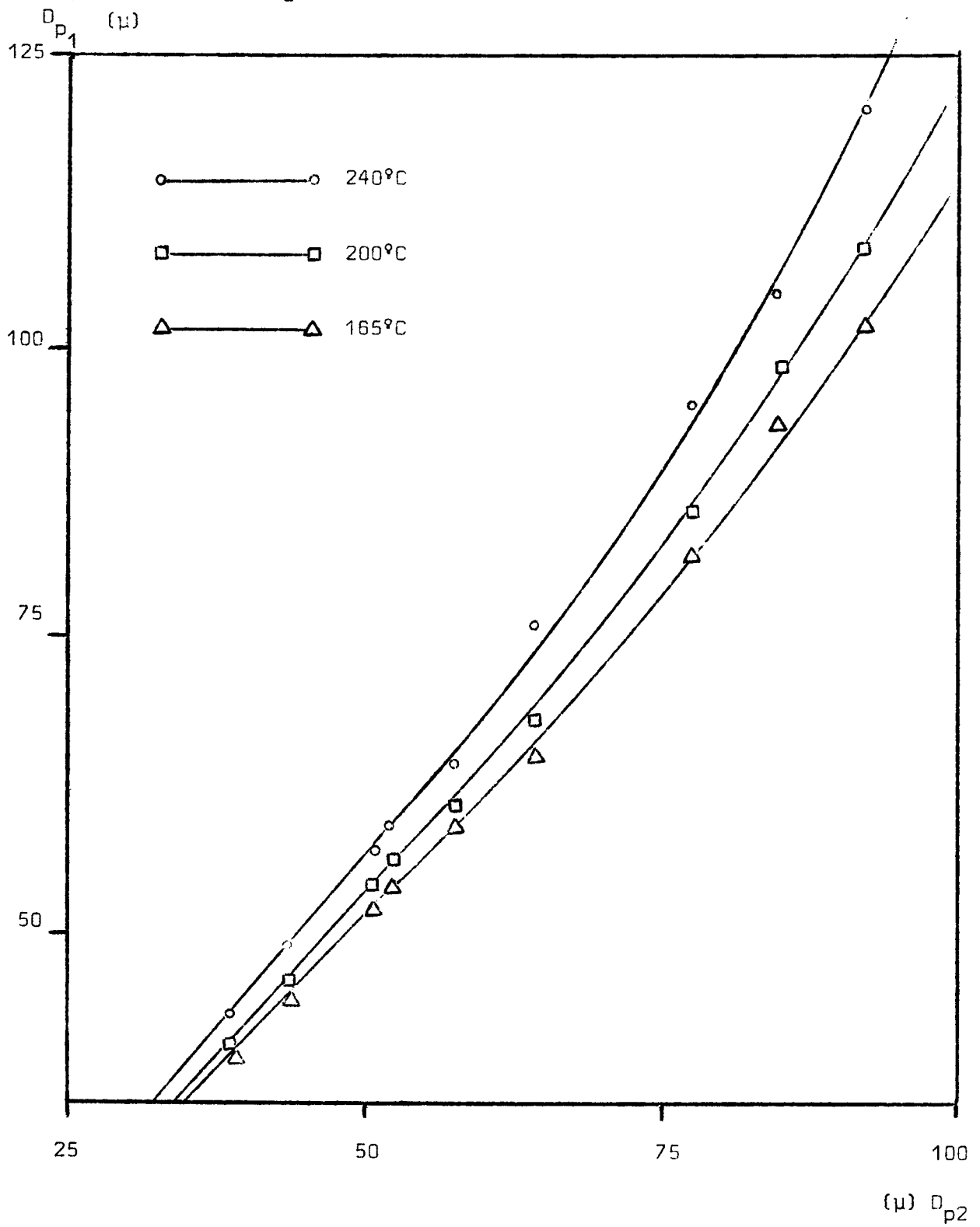


FIGURA 5

Densidade aparente do material sêco vs. concentração inicial, para distintas temperaturas de secagem e velocidades do rotor.

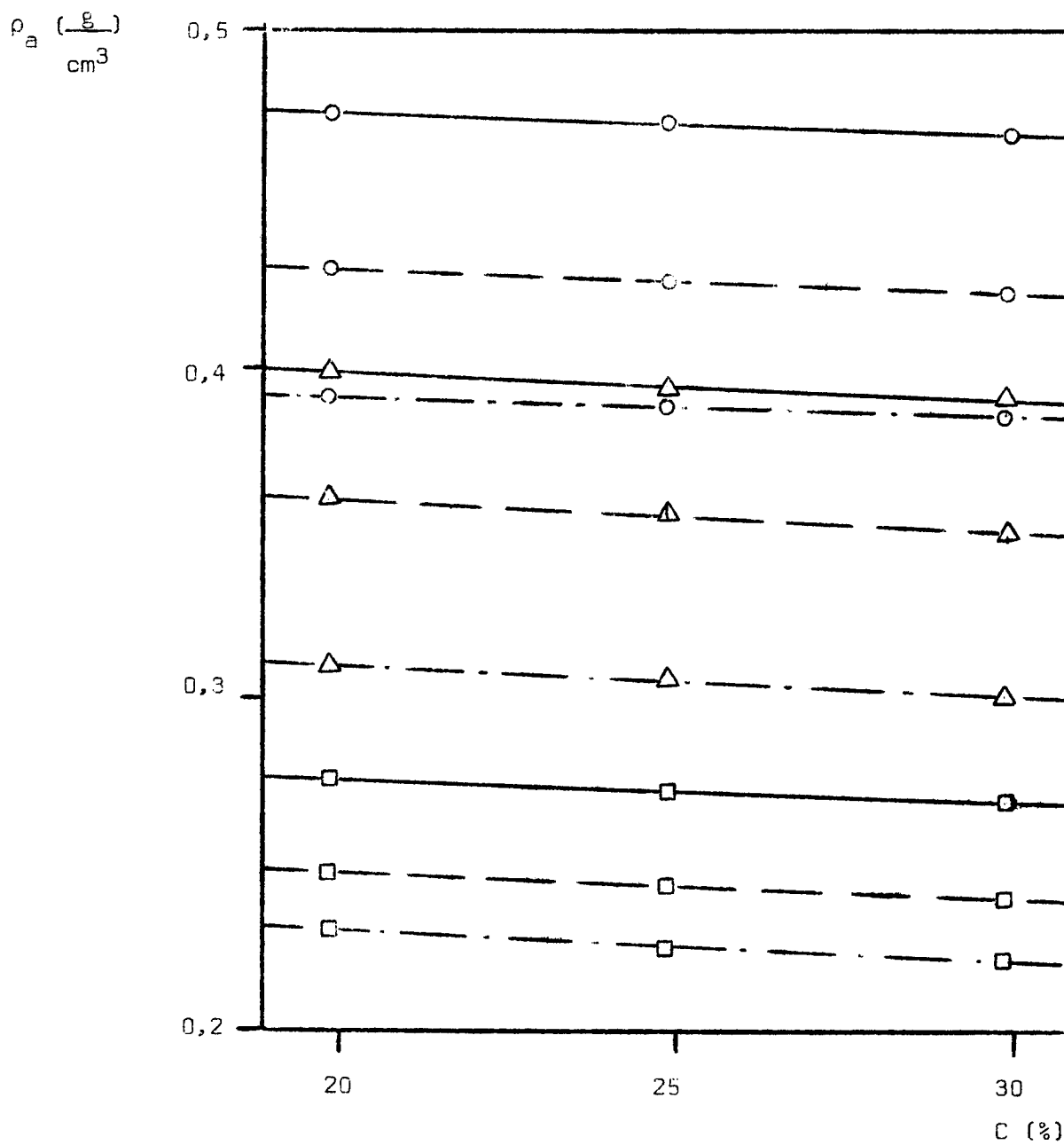


FIGURA 6

% de vazios vs. diâmetro das partículas secas

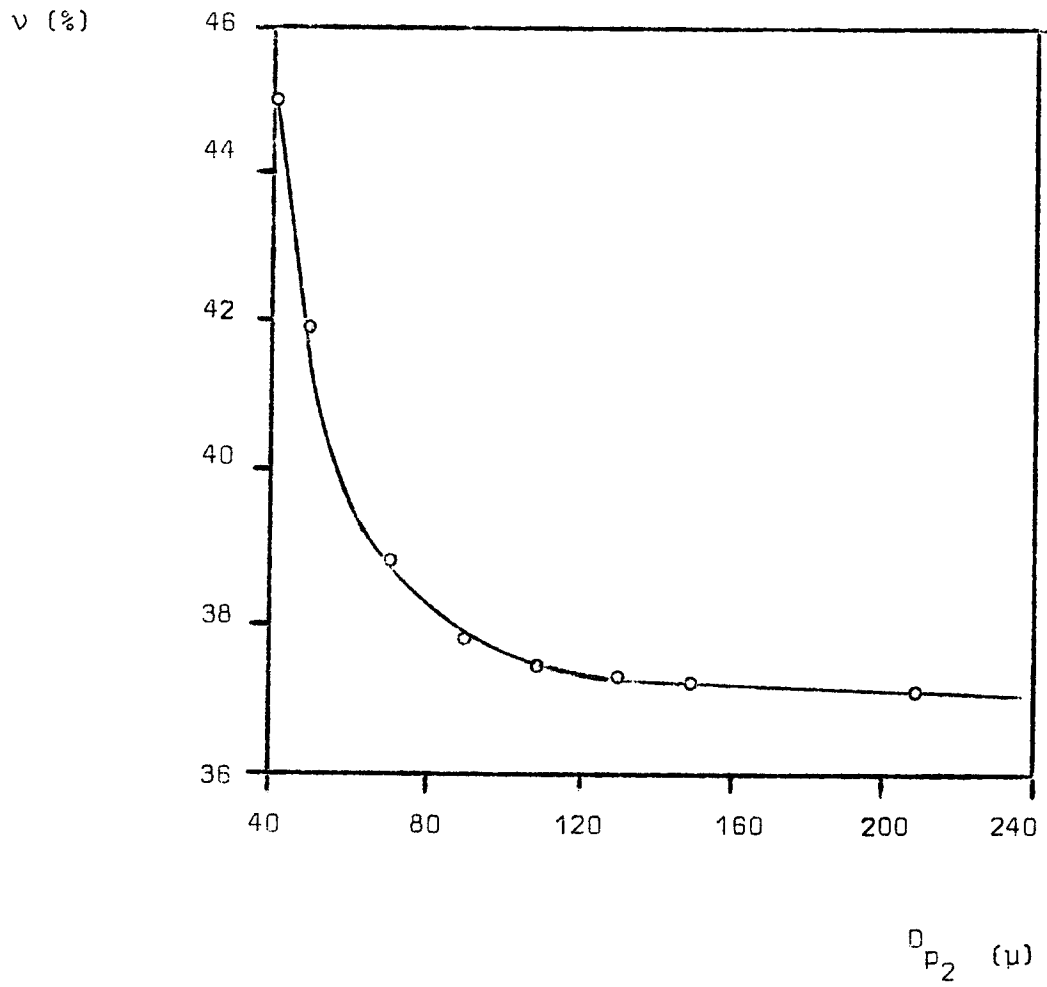
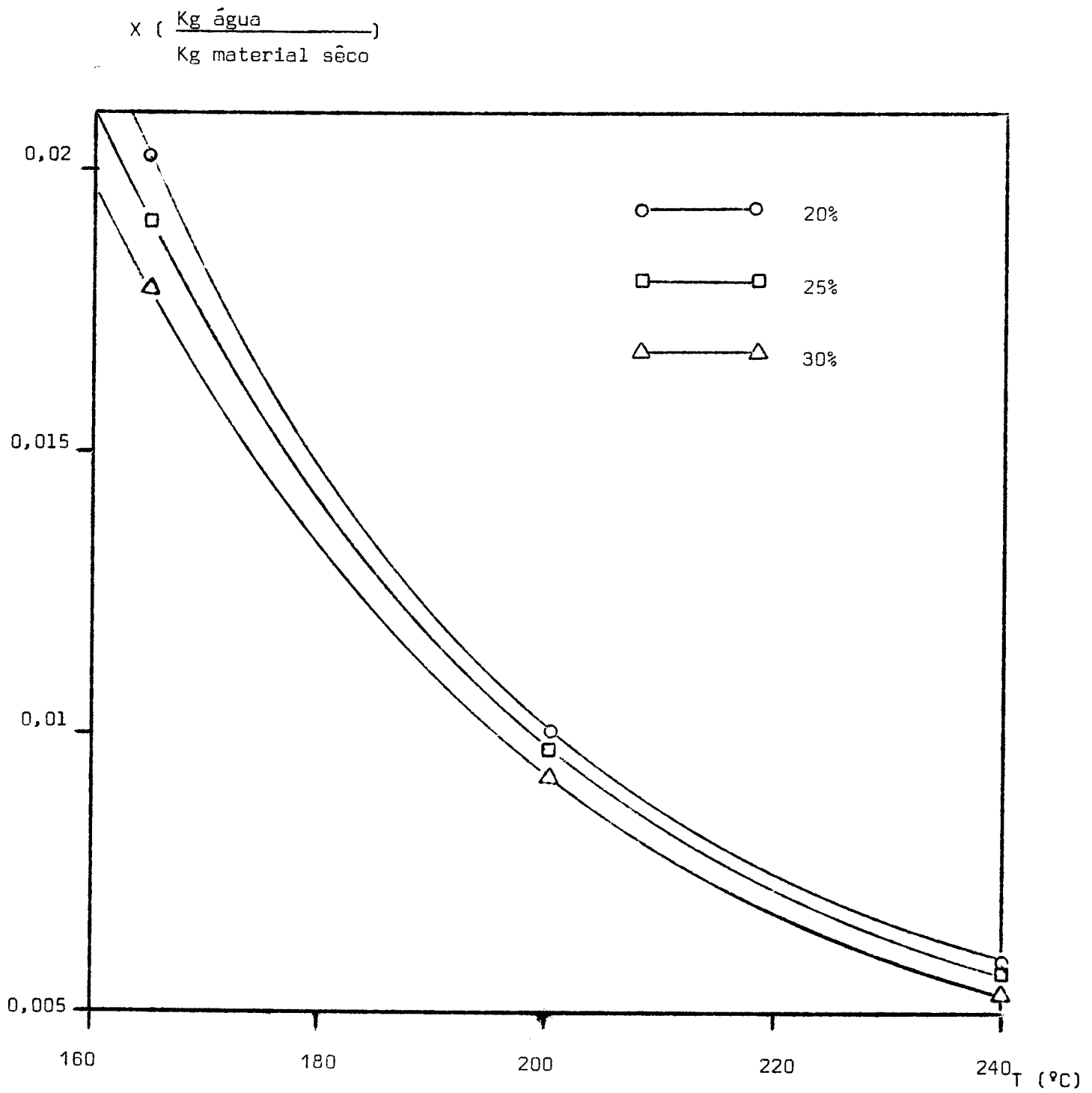


FIGURA 7

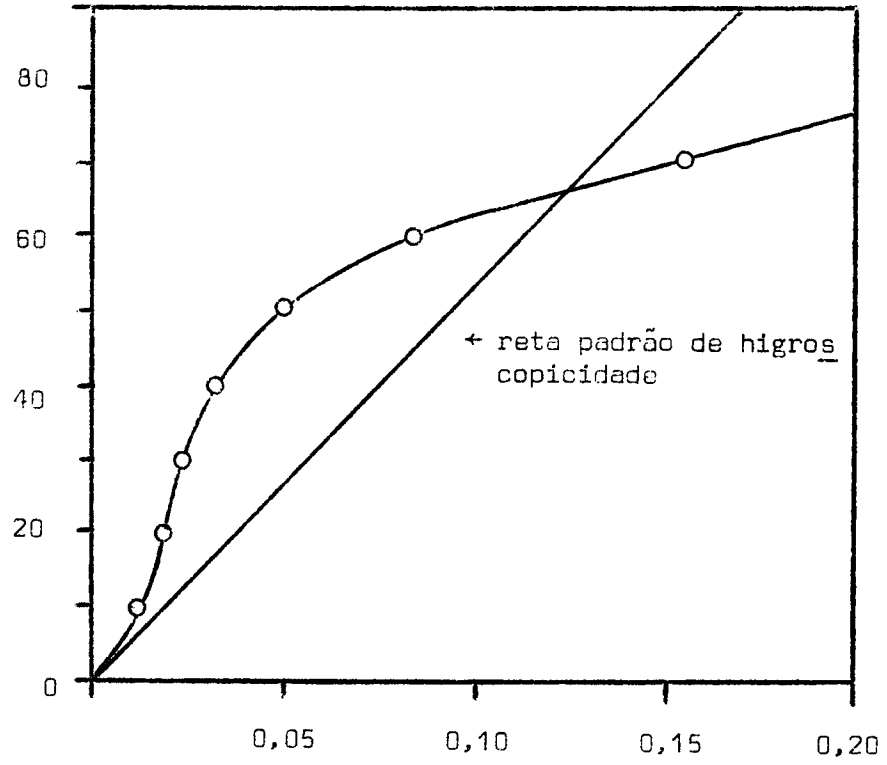


Umidade do produto vs. temperatura de secagem, para velocidade do rotor de 18.750 r.p.m., e distintas concentra\u00e7\u00f5es da alimenta\u00e7\u00e3o.

FIGURA 8

Curva de equilíbrio do produto

umidade relativa (%)



$X$  (  $\frac{\text{Kg água}}{\text{Kg material seco}}$  )

FIGURA 9

Efeito da secagem do meio no crescimento celular da levedura.

Crescimento celular  
(D.O.610 mμ)

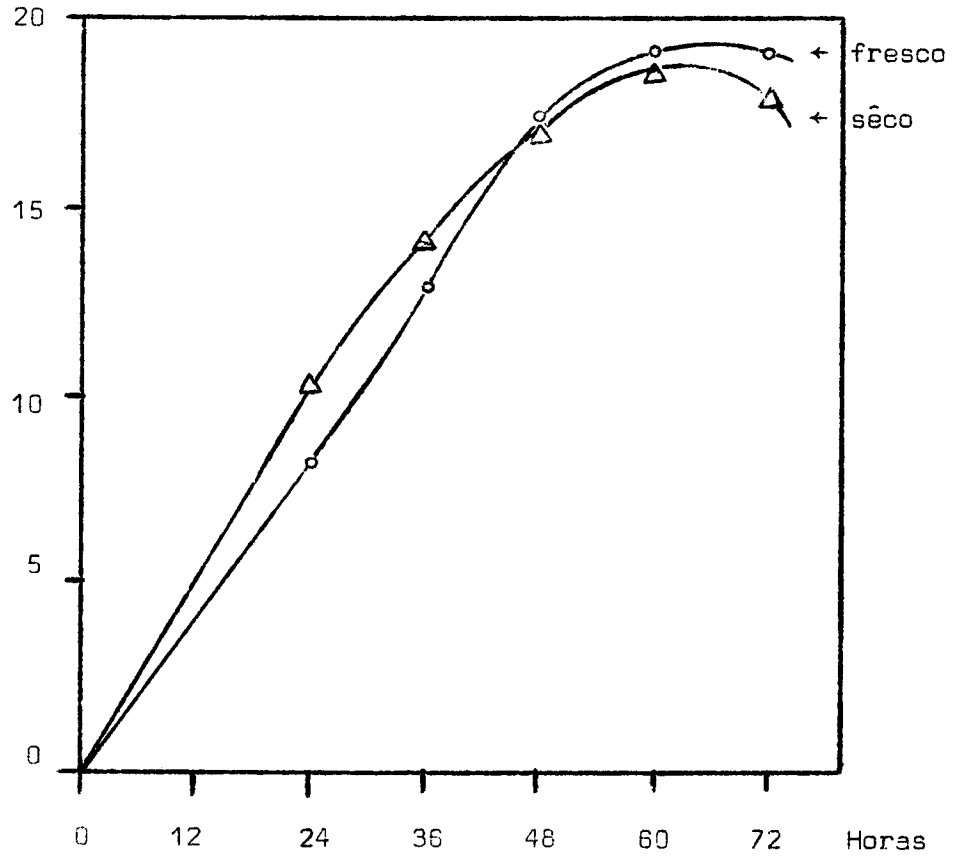




TABELA I

Peso acumulado das gotas congeladas para distintas velocidades do rotor e concentração da alimentação.

Peneira Nº (Tayler)	Abertura ( $\mu$ )	Raiz quadrada abertura ( $\mu$ ) <sup>1/2</sup>	% de Acumulado									Vel. rotor (r.p.m.)  conc.alim (%)
			18.750			14.700			8.900			
			30	25	20	30	25	20	30	25	20	
400	38	6,16	30	37	45	18	23	27	-	-	-	
325	43	6,56	38	48	58	23	29	35	11	12	15	
270	53	7,48	54	72	78	37	45	53	18	22	28	
250	61	7,81	69	82	89	-	-	64	-	-	-	
200	74	8,60	81	88	96	61	70	77	33	39	47	
170	89	9,44	90	96	99	75	81	87	45	52	60	
150	104	10,20	97	-	-	87	92	95	60	66	75	
115	124	11,15	-	-	-	94	97	-	73	81	86	
100	147	12,10	-	-	-	-	-	-	85	90	94	

TABELA II

Diâmetro médio das gotas do jato, para distintas concentrações da alimentação e velocidade do rotor.

Veloc. rotor (r.p.m.)	Concentração alimentação ( % )	Diâmetro médio ( $\mu$ )
18.750	30	50,0
	25	43,5
	20	38,5
14.700	30	64,0
	25	57,5
	20	52,0
8.900	30	92,0
	25	84,5
	20	77,5

TABELA III

Efeito da temperatura de secagem, velocidade do atomizador e concentração da alimentação no diâmetro médio das partículas secas.

Temp.ar (°C)	Veloc. rotor (r.p.m.)	Concentração alim. (%)	Diâmetro médio de partículas secas ( $\mu$ )
240	18.750	30	56,6
		25	49,5
		20	43,0
	14.700	30	76,5
		25	69,5
		20	59,0
	8.900	30	121,5
		25	104,5
		20	95,0
200	18.750	30	54,0
		25	46,0
		20	40,5
	14.700	30	68,0
		25	60,5
		20	56,0
	8.900	30	109,0
		25	98,5
		20	86,0
165	18.750	30	52,5
		25	44,5
		20	39,5
	14.700	30	65,5
		25	59,0
		20	54,0
	8.900	30	102,0
		25	93,5
		20	82,5

TABELA IV

Efeito da temperatura de secagem, velocidade do atomizador e concentração da alimentação, na densidade aparente do produto sêco.

Temp.ar (°C)	Veloc. rotor (r.p.m.)	Concentração alim. (%)	Densidade aparente (gr./cm <sup>3</sup> )
240	18.750	30	0,270
		25	0,272
		20	0,275
	14.700	30	0,240
		25	0,243
		20	0,247
	8.900	30	0,222
		25	0,225
		20	0,227
200	18.750	30	0,390
		25	0,394
		20	0,399
	14.700	30	0,350
		25	0,354
		20	0,360
	8.900	30	0,300
		25	0,307
		20	0,306
165	18,750	30	0,471
		25	0,471
		20	0,476
	14.700	30	0,422
		25	0,425
		20	0,429
	8.900	30	0,386
		25	0,388
		20	0,391

TABELA V

Efeito da temperatura de secagem, velocidade do atomizador e concentração da alimentação, na densidade das partículas secas.

Temp.ar (°C)	Veloc.rotor (r.p.m.)	Concentração alim. (%)	% vazios	Densidade partículas (gr/cm <sup>3</sup> )
240	18.750	30	40,5	0,454
		25	42,0	0,469
		20	43,8	0,490
	14.700	30	38,3	0,389
		25	38,8	0,397
		20	40,0	0,412
	8.900	30	37,4	0,354
		25	37,6	0,361
		20	37,75	0,365
200	18.750	30	41,0	0,661
		25	42,9	0,690
		20	44,8	0,723
	14.700	30	38,85	0,572
		25	39,8	0,588
		20	40,65	0,607
	8.900	30	37,5	0,480
		25	37,7	0,493
		20	37,95	0,493
165	18.750	30	41,35	0,802
		25	43,3	0,830
		20	45,0	0,865
	14.700	30	39,1	0,693
		25	40,0	0,708
		20	41,0	0,726
	8.900	30	37,6	0,602
		25	37,8	0,608
		20	38,05	0,630

TABELA VI

Efeito da temperatura de secagem, velocidade do atomizador e concentração da alimentação, na umidade do produto final.

Temp.ar (°C)	Veloc.rotor (r.p.m.)	Concentração alim. (%)	Umidade do produto (gr.água/gr.sólido sêco)
240	18.750	30	0,0054
		25	0,0057
		20	0,0059
	14.700	30	0,0061
		25	0,0063
		20	0,0064
	8.900	30	0,0066
		25	0,0068
		20	0,0070
200	18.750	30	0,0091
		25	0,0097
		20	0,0101
	14.700	30	0,0104
		25	0,0108
		20	0,0111
	8.900	30	0,0118
		25	0,0119
		20	0,0122
165	18.750	30	0,0178
		25	0,0190
		20	0,0202
	14.700	30	0,0211
		25	0,0223
		20	0,0234
	8.900	30	0,0239
		25	0,0246
		20	0,0252

TABELA VII

Umidade relativa do ambiente para distintas densidades de  $H_2SO_4$

Umidade relativa (%)	Densidade $H_2SO_4$ a 20°C ( gr/ cm <sup>3</sup> )
10	1,577
20	1,491
30	1,435
40	1,389
50	1,339
60	1,293
70	1,252
80	1,203
90	1,139
100	1,000

TABELA VIII

Eficiência térmica global de secagem e eficiência de evaporação para distintas temperaturas do ar de secagem.

$T_1$ (°C)	$T_2$ (°C)	$T_s$ (°C)	$T_a$ (°C)	$\eta_o$ (%)	$\eta_e$ (%)
240	95	49	25	67,4	76,0
200	85	46	25	65,7	74,5
165	75	42	25	64,2	73,0



## VI - BIBLIOGRAFIA

1. The Oxoid Manual, Third edition. London (1969).
2. Baltimore Biological Laboratory. "Products for the Microbiological Laboratory" Baltimore, (1967).
3. Difco Manual, Difco Lab. Detroit (1968)
4. Pilegaard Hansen, "Food Industry and Spray Drying" U.N. Seminar on The Food canning and preserving industry, Denmark. (1964).
5. Marshall, W.R.; "Atomization and Spray Drying" Chem. Eng. Progr. , Monograph Series. Vol. 50. n° 2 (1954).
6. Tate, R.W.; Marshall, W.J.; Chem. Eng. Progr, 49, 161, 226, (1953).
7. Nelson, P.A.; Stevens, W.F.; A.I.Ch. E. Journal, 7,80 ( 1961).
8. Lapple, C.E. Shepherd, C.B.; Ind. And Eng. Chem., 32 605 (1940).
9. Taylor, E.H.; Harmon Jr. D.B.; Ind. and Eng. Chem. 46, 1455 (1954).
10. Blakebrough,, N.Editor, "Biochemical and Biological Engineering Science" vol. n° 2 Academic Press, London (1968).
11. Ranz, W.E.; Marshall Jr: W.R.; Chem. Eng. Progr., 48, 141, 173 (1952)
22. Malczewski, J. Dyduszynski, J. Chemia Sotsowana V, 43, 391 (1968).
13. Malczewski, J. Dyduszynski, J, Chemia Sotsowana VI, 2 B, 191 (1969).
14. Duffie, J.A.; Marshall Jr. W.R.; Chem. Eng. Progress, 49, 417, 480 - (1953)

15. Sadr, R.; "Produção de Proteína por fermentação do querosene" Tese Livre Docencia. Faculdade de Tecnologia de Alimentos U.E.C.(1972)
16. Crosby, E.J.; Marshall Jr. W.R.; Chem. Eng. Progress 54,56 (1958).
17. Perry, J.H.; Editor; "Chemical Engineers Handbook" Mc Graw-Hill Book Co. - Kogakusha Co. LTD, Tokyo (1963).
18. Norris, J.R.; Ribbons, D.W.; Editors. "Methods in microbiology", vol. 3 A. Academic Press. London (1970).
19. Charlesworth, D.H.; Marshall W.R., A.I.Ch. E.J., 6,9 (1960).
20. Loncin, M.; "Técnica de la Ingeniería Alimentaria" Dossat S:A., Madrid (1965).

## VII - NOMENCLATURA

C	Concentração do líquido - (%)
D	Difusividade da fase gasosa ( $\frac{m^2}{h}$ )
$D_{p_1}$	Diâmetro médio da gota (cm) ou (m)
$D_{p_2}$	Diâmetro médio da partícula seca (cm) ou (m)
hc	Coeficiente de transferência de calor por convecção  ( $\frac{Kcal}{hr\ m^2\ ^\circ C}$ )
k	Condutividade térmica da fase gasosa ( $\frac{Kcal}{hr\ m\ ^\circ C}$ )
kg	Coeficiente para a transferência de massa na fase gasosa  ( $\frac{kg\ mol}{hr\ m^2\ at.}$ )
$k_y$	Coeficiente de transferência de massa para a fase gasosa  ( $\frac{kg\ de\ \acute{a}gua}{hr.\ m^2\ (\Delta Y)}$ )
$\bar{M}$	Peso molecular médio da fase gasosa
N	Velocidade do rotor (r.p.m)
Nc	Velocidade de secagem durante o período de velocidade constante  ( $\frac{kg\ \acute{a}gua}{hr.\ m^2}$ )
P	Pressão do gás (at.)
T	Temperatura do gás ( $^\circ C$ )
$T_1$	Temperatura do ar na entrada do secador ( $^\circ C$ )
$T_2$	Temperatura do ar na saída do secador ( $^\circ C$ )
$T_a$	Temperatura ambiente ( $^\circ C$ )
$T_s$	Temperatura de saturação adiabática do ar correspondente a T. ( $^\circ C$ )

- v velocidade relativa ar-gota ( $\frac{\text{cm}}{\text{seg}}$ )
- X umidade do produto ( $\frac{\text{Kg \u00e1gua}}{\text{Kg material seco}}$ )
- Y umidade absoluta do ar ( $\frac{\text{Kg \u00e1gua}}{\text{Kg ar seco}}$ )
- $Y_s$  umidade absoluta do ar saturado adiab\u00e1ticamente  
( $\frac{\text{Kg \u00e1gua}}{\text{Kg ar seco}}$ )
- $\rho$  Densidade do ar ( $\frac{\text{Kg}}{\text{m}^3}$ ) ou ( $\frac{\text{gr}}{\text{cm}^3}$ )
- $\rho_p$  Densidade real da part\u00edcula s\u00e9ca ( $\frac{\text{gr}}{\text{cm}^3}$ )
- $\rho_a$  Densidade aparente do produto ( $\frac{\text{gr}}{\text{cm}^3}$ )
- $\mu$  Viscosidade do ar (poise)
- $\lambda_s$  Calor latente de vaporiza\u00e7\u00e3o a  $T_s$  ( $\frac{\text{Kcal}}{\text{Kg \u00e1gua}}$ )
- v V\u00e1zios (%)
- $\eta_0$  Efici\u00eancia global
- $\eta_e$  Efici\u00eancia de evapora\u00e7\u00e3o

## AGRADECIMENTOS

Aos professores, Dr. M.A. Rao pela orientação deste trabalho e ao Engenheiro Theo Kieckbusch por sua valiosa e constante ajuda.

À Organização dos Estados Americanos, na pessoa do Dr. André Tosello, Diretor da Faculdade de Tecnologia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas, pela oportunidade e ajuda econômica proporcionada para que este trabalho fosse realizado.

A todos, que direta ou indiretamente colaboraram para a realização deste trabalho.