

# AGLOMERAÇÃO DE PROTEÍNAS VEGETAIS EM LEITO FLUIDIZADO: USO DE POLPA DE AÇAÍ COMO LIGANTE E ANÁLISE DAS VARIÁVEIS DO PROCESSO

Luanna Carrera Porto<sup>1</sup>; Luciane Franquelin Gomes de Souza<sup>2</sup>; Tatiana Guinoza Matuda Masaoka<sup>2</sup>; Marcello Nitz<sup>2</sup>; Kaciane Andreola<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Aluna de Iniciação Científica da Escola de Engenharia Mauá (EEM/CEUN-IMT);

<sup>2</sup> Professor da Escola de Engenharia Mauá (EEM/CEUN-IMT).

**Resumo.** *O processo de aglomeração em leito fluidizado é utilizado para melhorar as propriedades físicas de pós. O objetivo desse trabalho foi estudar o processo de aglomeração de um blend de proteínas vegetais em leito fluidizado utilizando polpa de açaí como ligante e avaliar a influência das variáveis operacionais no rendimento do processo e na qualidade do pó aglomerado. Baixas vazões de ligante proporcionaram um regime de fluidização intenso, favorecendo a taxa de secagem, o que resultou em menor rendimento (< 35 %) e em um pó com menor umidade ( $\leq 10$  %). Já altas vazões proporcionaram maiores rendimentos, em torno de 60 %, e pós com maior umidade, uma vez que nessa condição o umedecimento das partículas prevalece sobre a secagem. Temperaturas altas e intermediárias favoreceram o aumento do tamanho das partículas. A polpa de açaí atuou de forma satisfatória como ligante, proporcionando o aumento do tamanho das partículas. A melhor condição de processo foi obtida no ponto central ( $T = 75$  °C e  $Q = 3,0$  mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>), visto que proporcionou os maiores valores de rendimento, cerca 60 %, e de tamanho das partículas, em torno de 200  $\mu$ m, bem como um pó com umidade aceitável ( $\leq 10$  %).*

## Introdução

Devido à falta de tempo e a facilidade em consumir alimentos industrializados, a maioria da população não apresenta uma dieta saudável e balanceada, acarretando casos de obesidade, sedentarismo, estresse, além de contribuir para a incidência de doenças crônicas não transmissíveis (DCNT). A incidência dessas doenças tem alertado as autoridades, sendo resultado do estilo de vida atual levado pela população. As DCNT são responsáveis por 72 % das mortes no mundo segundo a Organização Mundial de Saúde (WHO, 2018) e no Brasil, segundo o Ministério da Saúde, a proporção é ainda maior, sendo de 74 %.

Como alternativa ao estilo de vida mencionado, buscou-se estudar o processo de aglomeração de proteínas vegetais em pó, para o desenvolvimento de um pó proteico instantâneo, de modo a suprir a demanda do consumidor por produtos saudáveis, propriedades nutritivas e funcionais e de fácil preparo e consumo.

As proteínas de ervilha e de arroz são ricas em aminoácidos essenciais, possuindo propriedades nutritivas e funcionais e, portanto, inúmeros benefícios para saúde (Saunders, 1990; Pietrysiaka *et al.*, 2018). Essas proteínas vegetais são isentas de glúten e lactose o que as caracteriza como hipoalergênicas. Por isso, podem ser consumidas por pessoas com alergias ou intolerâncias alimentares, podendo também fazer parte da dieta vegetarianos e veganos, bem como de formulações infantis especiais (Helm e Burks, 1996). As proteínas de ervilha e de arroz possuem em sua composição os nove aminoácidos essenciais que o organismo humano não é capaz de sintetizar, mas são necessários para o seu funcionamento. A proteína de ervilha possui alta quantidade de lisina, mas baixa quantidade de metionina (Boye *et al.*, 2010). A proteína de arroz é rica em metionina, mas apresenta baixa quantidade de lisina. Desse modo, a combinação dessas proteínas em proporções adequadas, resulta em um balanço completo de aminoácidos, assegurando a quantidade adequada de todos os aminoácidos essenciais necessários à dieta humana (Fao, 2011; Pietrysiaka *et al.*, 2018).

A proteína isolada de ervilha e proteína concentrada de arroz são comumente comercializadas na forma de pós. Entretanto, grande parte desses pós disponíveis no mercado

atual apresentam partículas finas e coesivas, que possuem baixa dispersão em líquidos e difícil manipulação, o que torna a sua utilização em aplicações industriais e domésticas dispendiosa.

Visando viabilizar a aplicações destes pós, utiliza-se o processo de aglomeração em leito fluidizado, uma vez que a aglomeração possibilita a melhora das propriedades físicas de pós, tais como molhabilidade, dispersão, fluidez, resistência mecânica e aparência, o que ocorre devido ao aumento do tamanho das partículas e mudanças em suas propriedades físicas (Iveson *et al.*, 2001). Em leito fluidizado, a aglomeração é realizada pela atomização de um líquido ligante sobre partículas, que são movimentadas pela ação de um gás quente. A sucessão das etapas de umedecimento, colisão, consolidação, coalescência e secagem, resulta no crescimento progressivo das partículas e na formação dos grânulos (Tardos *et al.*, 1997; Turchiuli *et al.*, 2013). Ademais, vale-se do referido processo já que os pós aglomerados, ao serem adicionados em líquidos, são capazes de se reconstituir rapidamente (Schubert, 1987).

Para a aglomeração de pós proteicos é interessante a utilização de ligantes que não alterem a composição proteica de tais pós e que contribuam para a qualidade nutricional e funcional do produto. Desse modo, polpas de frutas são potenciais ligantes para a aglomeração de pós proteicos, visto que apresentam compostos bioativos que, assim como as proteínas vegetais, tem seu consumo associado à redução do risco de algumas DCNTs (Duarte *et al.* 2001; Neuhouser, 2004). A polpa de açaí é um potencial ligante para a aglomeração de pós proteicos, pois é rica em compostos bioativos, com ênfase para as antocianinas, que são antioxidantes naturais benéficos à saúde (Schreckinger *et al.*, 2010), podendo agregar valor nutricional e funcional ao pó aglomerado, uma vez que os compostos bioativos da polpa podem ser incorporados no pó.

O objetivo desse trabalho foi estudar o processo de aglomeração de um *blend* de proteínas vegetais em leito fluidizado utilizando polpa de açaí como ligante e avaliar a influência das variáveis operacionais no rendimento do processo e na qualidade do pó aglomerado. Este trabalho é uma parte do Projeto de Pesquisa Fapesp 2018/10483-2.

## **Materiais e Métodos**

Um *blend* de proteínas vegetais em pó foi utilizado como matéria-prima do processo de aglomeração. Para a preparação do *blend* utilizou-se a proteína isolada de ervilha em pó (Pea Unique 86, Pevesa Biotech, Espanha) e a proteína concentrada de arroz em pó (Rice Standard 80, Wuxi Jinnong Biotechnology Co., Ltd, China), distribuídas pela C. A. Gramkow Comércio Exterior Ltda. (Joinville, SC). No que se refere os aminoácidos essenciais, a proteína concentrada de arroz utilizada contém 23,8 mg/g de lisina e 59,0 mg/g de leucina, quantidades inferiores às recomendadas pela Fao (2011), que são de 48 mg/g e 61 mg/g, respectivamente. Na proteína de ervilha, por sua vez, as quantidades de cisteína e metionina (17,9 mg/g) são abaixo da recomendação da Fao (2011), que é 23 mg/g. Portanto, para garantir as quantidades de cisteína e metionina, lisina e leucina recomendadas pela Fao (2011), foi preparado um *blend* de proteínas misturando a proteína isolada de ervilha e a proteína concentrada de arroz na proporção de 2:1, visto que essa proporção fornece a quantidade adequada de todos os aminoácidos essenciais atendendo as recomendações da Fao (2011). Pietrysiak *et al.* (2018) também utilizaram essa proporção de 2:1 para a proteína de ervilha e proteína de arroz em seu estudo. Polpa de açaí (Top Açaí Amazônia Popular) produzida e envasada pela empresa Açaí Indústrias e Comércio de polpas Eireli-ME (Santa Bárbara do Pará, PA) e distribuída pela empresa Demarchi (Jundiaí, SP) foi utilizada como ligante, a temperatura ambiente ( $\pm 25$  °C).

### Sistema experimental

O processo de aglomeração foi realizado em um leito fluidizado (Zelus, LF-50), cuja estrutura principal é formada por uma base cônica unida a uma coluna cilíndrica. As partículas elutriadas são coletadas por um ciclone situado na parte superior do leito. Um compressor (Termomecanica S/A, 15 hp) fornece o ar de fluidização, que é aquecido por resistência elétrica controlada por regulador PID (Novus, N1100). A temperatura do ar de entrada é monitorada

por um termopar. Uma bomba peristáltica (IPC/IPC-N ISMATEC) é utilizada para o transporte do ligante até um bico aspersor do tipo duplo fluido. A atomização do ligante foi realizada em modo contracorrente ao fluxo do ar de fluidização (*top-spray*). Ar comprimido foi inserido no bico para realização da atomização do ligante na forma de gotículas. Detalhes do sistema experimental são descritos em Albanez *et al.* (2012) e em Custodio *et al.* (2019).

### Ensaio de aglomeração

O procedimento experimental para a realização dos ensaios de aglomeração consistiu, primeiramente, da alimentação do leito com o *blend* de proteínas vegetais em pó. Em seguida, foram acionados o compressor de ar, a resistência elétrica e a bomba peristáltica, iniciando-se a atomização do ligante. Ensaio exploratório foram realizados para definir as faixas das variáveis a serem estudadas. Nesses ensaios foram testadas diferentes temperaturas do ar (65 °C, 75 °C e 85 °C) e vazões de atomização do ligante (2,5 mL·min<sup>-1</sup>, 3,0 mL·min<sup>-1</sup>, 3,5 mL·min<sup>-1</sup> e 3,705 mL·min<sup>-1</sup>). As variáveis operacionais massa de material (0,405 g), pressão de atomização (10 psi), quantidade de solução ligante atomizada (200 mL) e altura do bico aspersor em relação à base do leito (0,22 m) foram mantidas em valores fixos. A vazão do ar de fluidização iniciou em 5 N·m<sup>3</sup>/h e foi aumentada, a cada 10 minutos, em incremento de 5 N·m<sup>3</sup>/h até o final da atomização. As faixas das variáveis testadas nos ensaios exploratórios, assim como as variáveis fixadas foram definidas com base nos valores utilizados por Custodio *et al.* (2019), uma vez que o presente trabalho é uma continuação do trabalho mencionado.

Com base no conhecimento adquirido nos ensaios exploratórios foi proposto um planejamento composto central rotacional (PCCR), com triplicata no ponto central, totalizando 11 experimentos, para o estudo do processo de aglomeração. As variáveis de entrada estudadas foram a temperatura do ar de fluidização (T, X<sub>1</sub>) e vazão de atomização do ligante (Q, X<sub>2</sub>), as demais variáveis foram mantidas em valores fixos, como realizado nos ensaios exploratórios. Após a aglomeração, o pó foi seco no leito fluidizado até atingir umidade menor ou igual a 10 % (b.u.), quando necessário. A secagem foi realizada durante 5 minutos com vazão de ar de fluidização de 25 N·m<sup>3</sup>/h e temperatura do ar de 90 °C. Como respostas do planejamento foram analisadas a umidade final do pó aglomerado antes da secagem (U<sub>A</sub>), a mediana do tamanho das partículas (D<sub>50</sub>) e o rendimento do processo (η). As variáveis de entrada, com seus respectivos valores reais e codificados, são apresentadas na Tabela 1. O estudo do efeito das variáveis de entrada sobre as respostas foi realizado com auxílio do software Statistica® 8.0, considerando nível de confiança de 95 %.

Tabela 1 – Variáveis operacionais e níveis do PCCR.

Variáveis Reais	Níveis				
	-1,41	-1	0	1	1,41
T (°C)	60,9	65	75	85	89,1
Q (mL·min <sup>-1</sup> )	2,295	2,5	3,0	3,5	3,705

Para cada variável de resposta estudada no PCCR foi obtido um modelo polinomial. Buscou-se o modelo mais adequado, ou seja, aquele em que o valor do R<sup>2</sup> ajustado atingiu seu valor máximo com a eliminação dos fatores não significativos. A significância estatística dos modelos e a qualidade do ajuste foram determinadas pela análise de variância (ANOVA), realizando-se o teste F de Fischer. De acordo com esse teste, para um modelo ser considerado significativo, o valor de F<sub>R,r</sub> calculado para verificar a significância da regressão deve ser maior do que o valor de F tabelado. Para o modelo ser considerado preditivo, o valor de F<sub>faj,ep</sub> calculado para verificar a falta de ajuste deve apresentar um valor menor que o valor de F tabelado. Também, foram avaliados os coeficientes de correlação (R<sup>2</sup>) de cada modelo, sendo que valores próximos a unidade são considerados satisfatórios.

### Rendimento do processo

O rendimento ( $\eta$ ) foi obtido por meio da Equação 1, sendo definido como a razão entre a massa de pó remanescente no leito ao final dos experimentos ( $m_f$ ) e a massa inicial adicionada no leito ( $m_i$ ).

$$\eta(\%) = \frac{m_f}{m_i} = \frac{m_i - (m_{elut} + m_{inc} + m_{tor})}{m_i} \times 100 \quad (1)$$

A massa de sólidos adicionada ao leito ( $m_i$ ) é composta pela massa do *blend* de proteínas e a massa de sólidos do ligante (polpa de açai). A massa de sólidos remanescente no leito ao final dos experimentos ( $m_f$ ) refere-se à massa inicial adicionada ao leito excluindo-se a massa de material elutriado ( $m_{elut}$ ), a massa de material incrustada nas paredes do leito ( $m_{inc}$ ) e a massa de torrões obtidos ao final do processo ( $m_{tor}$ ). Ao final de cada experimento, o pó obtido foi passado por uma peneira com abertura de 850  $\mu\text{m}$  e as partículas maiores que esse tamanho foram denominadas como torrões, o que foi definido com base nos resultados reportados por Andreola (2017).

### Caracterização do pó aglomerado e do ligante

A caracterização dos pós aglomerados foi realizada por meio de análises de umidade, tamanho e distribuição de tamanho de partículas. Além disso, em um trabalho paralelo a este realizou-se a caracterização do pó aglomerado quanto a fluidez, tempo de instantaneização, teor de antocianinas e cor. A caracterização da matéria-prima (*blend* de proteínas vegetais) foi realizada por Custodio *et al.* (2019).

A umidade (U, % b.u.) foi determinada com o auxílio de um analisador de umidade com aquecimento por lâmpada de halogênio (Shimadzu Corporation, MOC63u). A calibração deste analisador foi realizada com base no método de referência para determinação de umidade (AOAC, 1995), conforme descrito em Custodio *et al.* (2019). O analisador de umidade com aquecimento por lâmpada de halogênio realiza a secagem da amostra e mede a perda de massa sob aquecimento com o decorrer do tempo até uma variação mínima de massa entre os tempos de análise da balança. Para a determinação da umidade dos pós utilizou-se 5 g de amostra e o método denominado de manga seca (padrão do fabricante), que utiliza temperatura de 120 °C e porcentagem de perda de massa de 0,05 %. Para a polpa do açai a umidade foi determinada com 5 g de amostra empregando-se o método do suco de laranja (padrão do fabricante), com temperatura de 140 °C e perda de massa de 0,05 %. Ambas as análises foram realizadas em triplicata. Foi estipulado como aceitável um teor de umidade final do pó aglomerado igual ou inferior a 10 % (b.u.). Esse valor foi escolhido com base no limite máximo de umidade dos pós proteicos utilizados neste trabalho, segundo o laudo técnico do fabricante, a fim de assegurar o armazenamento seguro do produto.

A distribuição de tamanho de partículas e os tamanhos nos percentis 10 %, 50 % (mediana) e 90 %, foram obtidos por difração a laser no Mastersizer (Mastersizer 2000, Malvern Instruments, UK), localizado no Laboratório de Inovação em Alimentos (LINA/FEA/UNICAMP). Esta análise foi realizada por via úmida, utilizando etanol como meio líquido. Nessa análise, os percentis representam o diâmetro da esfera equivalente (do mesmo volume) abaixo do qual estão 90 %, 50 % e 10 % das partículas. O equipamento realiza seis medições consecutivas para cada amostra, sendo que a média dos valores foi utilizada.

### **Resultados e Discussão**

Os resultados de umidade final do pó aglomerado e rendimento do processo para as condições estudadas nos ensaios exploratórios estão apresentados na Tabela 2. Pelos resultados observar-se que o aumento da vazão de ligante para baixa temperatura do ar (65 °C) resultou em maior rendimento e umidade dos pós. Também, o aumento da vazão na temperatura do ar de 75 °C resultou em pós com maior umidade, entretanto, nestas condições, houve um

decréscimo no rendimento. Tal decréscimo no rendimento com o aumento da vazão de ligante de  $3,0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$  para  $3,705 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$  pode ser atribuído a maior quantidade de torrões formada com o uso da maior vazão, resultando em uma massa de torrões de 74,90 g. Já, para o ensaio 4 executado com vazão de  $3,0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$  a massa de torrões foi de 9,17 g. Como os torrões não são considerados produtos desejáveis na aglomeração, este valor é descontado no cálculo do rendimento, conforme mostrado na Equação 1, levando a um decréscimo no rendimento, quanto maior a massa de torrões.

Ainda, pelos resultados da Tabela 2 verifica-se que o aumento da temperatura do ar de  $65 \text{ }^\circ\text{C}$  para  $85 \text{ }^\circ\text{C}$  para um mesmo valor de vazão de atomização ( $3,5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ) resultou em pós com umidades próximas. No entanto, o uso de maior temperatura do ar favoreceu o rendimento.

Tabela 2 – Ensaio exploratórios e resultados.

Ensaio	T ( $^\circ\text{C}$ )	Q ( $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ )	$U_A$ (%)	$\eta$ (%)
1	65	2,5	7,51	36,67
2	65	3,5	18,19	46,33
3	85	3,5	18,17	52,29
4	75	3,0	11,06	47,41
5	75	3,705	16,83	30,57

Os resultados dos ensaios exploratórios mostram a dificuldade de se alcançar, simultaneamente, baixa umidade final do pó aglomerado e alto rendimento de processo, dentro do domínio experimental estudado. Além disso, pôde-se notar que apenas uma das condições estudadas resultou em um pó com teor de umidade final estipulado como aceitável ( $\leq 10 \%$  b.u.). Desse modo, percebe-se a necessidade da secagem das partículas após a atomização do ligante, para que o pó atinja a umidade final requerida, o que é uma prática comumente empregada em processos de aglomeração de diferentes tipos de materiais (Andreola 2017; Burggraeve *et al.*, 2010).

Desse modo, para o ensaio 3, foi realizada a secagem do pó após a aglomeração. Após a secagem, o pó aglomerado apresentou umidade aceitável ( $U = 10,33 \% \pm 0,06 \%$ ) e o rendimento foi de  $45,25 \%$ , demonstrando que houve um leve decréscimo no rendimento após a secagem, possivelmente devido a elutriação de finos durante esta etapa do processo.

Os resultados dos ensaios exploratórios de aglomeração indicaram que é possível realizar o processo de aglomeração nas condições estudadas. Adicionalmente, pôde-se perceber que as variáveis operacionais (T e Q) nos níveis escolhidos apresentam uma tendência em influenciar as respostas estudadas. A partir desses ensaios foi possível definir uma condição operacional a ser utilizada como ponto central da matriz do planejamento experimental. Esta condição foi a realizada no ensaio 4 ( $T = 75 \text{ }^\circ\text{C}$   $Q = 3,0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ), uma vez que nesta condição foi possível alcançar um dos maiores valores de rendimento e um teor de umidade intermediário comparado aos valores obtidos nas demais condições. Também, foi verificada a necessidade de secagem do material após a aglomeração, conforme exposto anteriormente.

Segundo Custodio *et al.* (2019) a matéria-prima (*blend* de proteínas vegetais) apresenta umidade de  $6,70 \pm 0,08 \%$  (b.u.) e tamanhos característicos  $D_{10}$ ,  $D_{50}$  e  $D_{90}$  de  $21,448 \mu\text{m} \pm 0,115 \mu\text{m}$ ,  $71,949 \mu\text{m} \pm 0,244 \mu\text{m}$  e  $167,100 \mu\text{m} \pm 1,612 \mu\text{m}$ , respectivamente. Tais resultados de tamanho mostram que partículas muito finas estão presentes no material, sendo que considerando o volume total de material,  $90 \%$  das partículas apresentam diâmetro menor que  $167,100 \mu\text{m}$  ( $D_{90}$ ),  $50 \%$  possuem diâmetro menor que  $71,949 \mu\text{m}$  ( $D_{50}$ ) e  $10 \%$  das partículas têm diâmetro menor que  $21,448 \mu\text{m}$  ( $D_{10}$ ). A polpa de açaí apresentou umidade de  $90,6 \pm 0,6 \%$  (b.u.).

Os resultados de umidade do pó aglomerado antes da secagem ( $U_A$ ), umidade do pó após a secagem ( $U_s$ ) mediana do tamanho das partículas ( $D_{50}$ ) e rendimento do processo para as condições estudadas no planejamento experimental são apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 – Matriz de planejamento do PCCR e resultados das respostas.

Ensaio	T (°C)	Q (mL· min <sup>-1</sup> ) <sub>1)</sub>	U <sub>A</sub> (%)	U <sub>s</sub> (%)	D <sub>50</sub> (µm)	η (%)
1	65 (-1)	2,5 (-1)	6,91 ± 0,1	6,91 ± 0,1	160,10 ± 0,41	31,36
2	65 (-1)	3,5 (+1)	18,22 ± 0,1	8,74 ± 0,1	140,30 ± 0,25	57,32
3	85 (+1)	2,5 (-1)	4,82 ± 0,1	4,82 ± 0,1	167,93 ± 0,33	31,76
4	85 (+1)	3,5 (+1)	12,99 ± 0,1	7,64 ± 0,1	157,88 ± 0,57	61,10
5	60,9 (-1,41)	3,0 (0)	25,77 ± 0,4	17,41 ± 0,1	157,85 ± 1,38	53,11
6	89,1 (+1,41)	3,0 (0)	17,09 ± 0,3	5,15 ± 0,1	163,51 ± 1,73	31,03
7	75 (0)	2,295 (-1,41)	6,00 ± 0,3	6,00 ± 0,3	202,85 ± 1,35	47,12
8	75 (0)	3,705(+1,41)	21,34 ± 0,1	13,71 ± 0,1	185,68 ± 0,62	62,99
9	75 (0)	3,0 (0)	14,78 ± 0,2	10,30 ± 0,1	196,79 ± 0,97	63,04
10	75 (0)	3,0 (0)	13,13 ± 0,5	8,50 ± 0,2	199,91 ± 0,57	60,73
11	75 (0)	3,0 (0)	12,62 ± 0,3	8,29 ± 0,1	201,32 ± 0,54	59,00

Pelos resultados da Tabela 3, observa-se que a umidade do pó aglomerado variou de 4,82 % a 25,77 % (b.u.), a mediana do tamanho das partículas variou entre 140,3 µm e 202,0 µm e o rendimento do processo variou entre 31,03 % e 63,04 %. Apenas as condições dos ensaios 1, 3 e 7 resultaram em pós com umidade inferior ao valor aceitável ( $\leq 10\%$ ) antes da secagem, demonstrando que baixas vazões de ligante (2,295 mL· min<sup>-1</sup> e 2,5 mL· min<sup>-1</sup>) resultaram em pós com menor umidade. No entanto, essas condições proporcionaram os menores valores de rendimento. Durante o processo, a maior perda de material ocorreu devido ao arraste de partículas para o ciclone, que foi a principal causa do decréscimo no rendimento. Baixas vazões de ligante proporcionam menor umidade no interior do leito e um regime de fluidização intenso, aumentando a taxa de secagem. Com isso, a superfície das partículas pode não estar suficientemente molhada, já que a secagem pode ter acontecido antes do material ligante entrar em contato com o pó. Tais condições, dificultam a formação de pontes líquidas e, portanto, a formação dos grânulos. Como resultado ocorre o arraste excessivo de finos para o ciclone, implicando em menores rendimentos e em pós mais secos. Tal constatação também foi observada por Custodio *et al.* (2019), que estudaram a aglomeração do mesmo *blend* de proteínas deste trabalho com o mesmo ligante. Os autores reportaram valores de rendimento entre 56 % e 82 %, que são maiores do que os valores obtidos no presente trabalho. Isso pode ser explicado pelo fato de que esses autores utilizaram uma menor quantidade de ligante (100 mL), o que resultou em menor tempo de processo e, conseqüentemente, em maiores rendimentos. Essas constatações mostram que, para o pó em estudo, maior tempo de processo acarreta em maior perda de material por arraste para o ciclone, devido a ampla faixa de distribuição de tamanho deste pó que possui partículas muito finas.

Contudo, verifica-se que a maioria dos valores de rendimento foi superior a 50 %, o que é satisfatório na aglomeração de pós finos. Vazões altas (3,705 mL· min<sup>-1</sup> e 3,5 mL· min<sup>-1</sup>) e intermediária (3,0 mL· min<sup>-1</sup>) aliadas a temperaturas intermediárias (75 °C e 85 °C) resultaram em maior rendimento, acima de 60 %. Altas vazões de ligante favorecem o umedecimento das partículas que prevalece sobre a secagem, levando a um regime de fluidização menos vigoroso quando comparado ao regime em baixas vazões, o qual foi observado visualmente. Esse tipo de regime evitou a perda de finos por arraste, resultando em maior rendimento.

Após a secagem, a umidade dos pós variou entre 4,82 % e 17,41 %. Nas condições em que se empregou o nível extremo superior de vazão (ensaio 8, Q = 3,705 mL· min<sup>-1</sup>) e o nível extremo inferior de temperatura (ensaio 5, T = 60,9 °C) a umidade do pó ficou acima do valor aceitável, mesmo após a secagem. No que se refere ao rendimento, este variou entre 84,6 % e 99,77 %, após a secagem. Esse resultado mostra que durante a secagem ocorre pouca elutriação de material para o ciclone, sendo que até 15 % do pó aglomerado pode ser perdido na etapa de secagem.

Ainda, pelos resultados da Tabela 3, observa-se que todas as condições estudadas proporcionaram o aumento no tamanho das partículas, sendo de no mínimo 2 vezes maior que o tamanho inicial da matéria-prima, mostrando que a polpa de açaí atuou de forma satisfatória como ligante. Os pós aglomerados obtidos por Custodio *et al.* (2019) apresentaram menores valores de  $D_{50}$ , entre 103,2  $\mu\text{m}$  e 166,3  $\mu\text{m}$ . Esse resultado mostra que o uso de maior quantidade de ligante favorece o crescimento das partículas. O pó obtido pelos autores apresentou  $D_{50}$  de 117,8  $\mu\text{m}$ , para um rendimento de 56 %. Já, no presente trabalho, quando o rendimento foi de 57 %, o  $D_{50}$  do pó aglomerado foi cerca de 1,2 vezes maior, sendo de 140,3  $\mu\text{m}$ . Também, constatou-se que o aumento da vazão de ligante proporcionou um decréscimo no tamanho das partículas ( $D_{50}$ ), o que pode ser atribuído a quebra das partículas durante a etapa de secagem, que foi necessária para as maiores vazões.

Pelos resultados dos ensaios 9, 10 e 11 verifica-se que houve boa reprodutibilidade nos ensaios do ponto central, uma vez que as respostas estudadas apresentaram valores próximos.

### Análise estatística

Pela análise estatística dos resultados foi possível determinar a significância dos efeitos das variáveis sobre as respostas, conforme mostrado na Tabela 4. Os efeitos padronizados estão ilustrados nos gráficos de Pareto mostrados na Figura 1, nos quais os efeitos estatisticamente significativos se localizam à direita do limiar de significância ( $p < 0,05$ ).

Tabela 4 – Estimativa dos efeitos para as variáveis de resposta estudadas no PCCR.

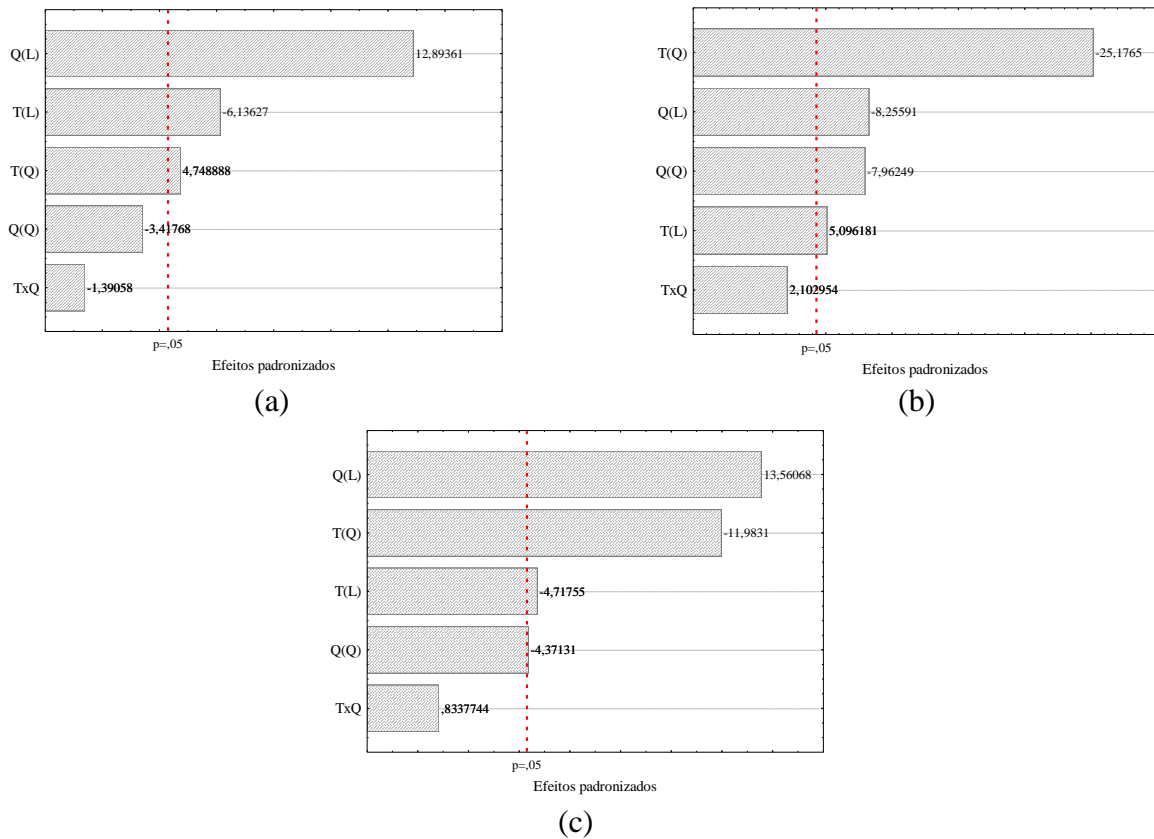
Fatores	U (%)		$D_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )		$\eta$ (%)	
	Efeito $\pm$ s	p	Efeito $\pm$ s	p	Efeito $\pm$ s	p
Média	<b>13,51 <math>\pm</math> 0,65</b>	<b>0,002</b>	<b>199,34 <math>\pm</math> 1,34</b>	<b>&lt; 0,001</b>	<b>60,92 <math>\pm</math> 1,17</b>	<b>&lt; 0,001</b>
T (L)	<b>-4,89 <math>\pm</math> 0,79</b>	<b>0,025</b>	<b>8,35 <math>\pm</math> 1,64</b>	<b>0,036</b>	<b>-6,76 <math>\pm</math> 1,43</b>	<b>0,042</b>
T (Q)	<b>4,51 <math>\pm</math> 0,95</b>	<b>0,041</b>	<b>-49,12 <math>\pm</math> 1,95</b>	<b>0,001</b>	<b>-20,44 <math>\pm</math> 1,70</b>	<b>0,007</b>
Q (L)	<b>10,29 <math>\pm</math> 0,79</b>	<b>0,006</b>	<b>-13,53 <math>\pm</math> 1,64</b>	<b>0,001</b>	<b>19,43 <math>\pm</math> 1,43</b>	<b>0,005</b>
Q (Q)	-3,24 $\pm$ 0,95	0,076	<b>-15,53 <math>\pm</math> 1,95</b>	<b>0,015</b>	<b>-7,45 <math>\pm</math> 1,70</b>	<b>0,048</b>
T $\times$ Q	-1,57 $\pm$ 1,13	0,299	4,87 $\pm$ 2,31	0,170	1,69 $\pm$ 2,03	0,492

Os valores estatisticamente significativos estão em negrito; p: probabilidade de significância; s: desvio padrão.

Pelos resultados da Tabela 4 e Figura 1 pode ser observado que ambas as variáveis estudadas (T e Q) influenciaram significativamente nas respostas. Verifica-se ainda que os efeitos linear e quadrático da temperatura do ar e da vazão de ligante foram estatisticamente significativos para o tamanho das partículas ( $D_{50}$ ) e para o rendimento. Esse resultado indica que variações na temperatura e na vazão podem alterar consideravelmente essas respostas. Já, os efeitos linear e quadrático da temperatura do ar e o efeito linear da vazão de ligante apresentaram efeitos estatisticamente significativos para a umidade do pó.

Nota-se ainda que a vazão de ligante foi a variável com maior influência tanto sobre a umidade do pó quanto sobre o rendimento do processo, o que é representado pelo maior valor absoluto do seu efeito. O efeito linear positivo dessa variável sobre essas respostas, indica que o aumento da vazão resulta em maiores rendimentos e em pós mais úmidos. Para o tamanho das partículas a temperatura do ar foi a variável com maior efeito. Andreola (2017) também reportou a influência negativa do efeito de baixas vazões de ligante no rendimento do processo ao estudar a aglomeração de proteína concentrada de arroz em leite fluidizado.

Figura 1– Gráficos de Pareto para as respostas: (a) umidade, (b) mediana do tamanho das partículas e (c) rendimento do processo.



Na Tabela 5 são apresentados os valores calculados e tabelados do parâmetro F de Fisher. Para todas as respostas, verifica-se que para a regressão,  $F_{\text{calculado}} > F_{\text{tabelado}}$  o que atesta que os modelos são significativos. Analisando a falta de ajuste, constata-se que para a umidade e rendimento,  $F_{\text{calculado}} < F_{\text{tabelado}}$  o que satisfaz a condição para esses modelos serem preditivos. Portanto, as equações desses modelos podem ser consideradas significativas e usadas para fins preditivos. Os coeficientes de correlação ( $R^2$ ), que representam o ajuste do modelo aos dados experimentais, foram de 72,4 % e 81,7 % para a umidade e rendimento, respectivamente. Para o tamanho das partículas, o coeficiente de correlação foi de 80,4 %, mas o modelo não pode ser usado para fins preditivos.

Tabela 5 – Valores de F de Fisher para regressão, resíduos, falta de ajuste e erro puro.

Variável Resposta	$F_{R,r}$		$F_{aj,ep}$		$R^2$
	Calculado	Tabelado	Calculado	Tabelado	
Umidade	6,13	4,34	17,87	19,25	0,724
Tamanho ( $D_{50}$ )	6,17	4,53	43,77	19,25	0,804
Rendimento	6,69	4,53	19,15	19,25	0,817

As Equações 2, 3 e 4 representam os modelos estatísticos para a umidade, mediana do tamanho das partículas e rendimento, respectivamente.

$$U = 11,98 - 2,45 X_1 + 5,15 X_2 + 2,74 X_1^2 \quad (2)$$

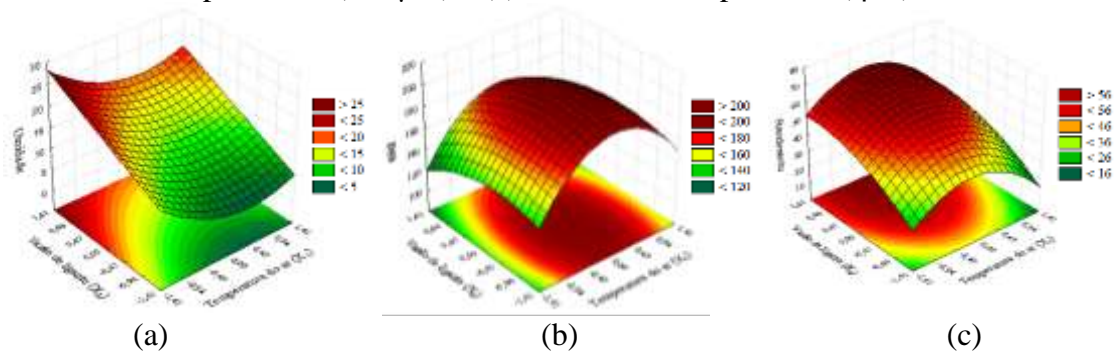
$$D50 = 199,34 + 4,18 X_1 - 6,77 X_2 - 24,56 X_1^2 - 7,77 X_2^2 \quad (3)$$



$$\eta = 60,92 - 3,38X_1 + 9,72X_2 - 10,22X_1^2 - 3,73X_2^2 \quad (4)$$

Na Figura 2 são apresentadas as superfícies obtidas para cada resposta. Observa-se pela Figura 2 (c) que que maiores vazões de ligante favorecem o rendimento do processo, principalmente quando aliadas a temperaturas entre 75 °e 85 °C. Maior vazão de ligante aumenta a quantidade de ligante disponível no interior do leito, para um mesmo tempo de processo. Contudo, vazões de ligante elevadas, para qualquer temperatura do ar, resultam em altos valores de umidade (acima do requerido), conforme pode ser visto na Figura 2 (a). Vazões abaixo da região do ponto central proporcionam pós com umidade aceitável ( $\leq 10\%$ ), antes da etapa de secagem. Contudo, essas condições resultam nos menores valores de rendimento. Em relação ao tamanho das partículas, Figura 2 (b), verifica-se que temperaturas próximas à região do ponto central ou acima desta resultam em maiores valores de  $D_{50}$ . Baixas temperaturas para qualquer nível de vazão, principalmente para altas vazões, resultaram em partículas menores.

Figura 2 – Superfícies de resposta para: (a) umidade (%), (b) mediana do tamanho das partículas ( $D_{50}$   $\mu\text{m}$ ) e (c) rendimento do processo ( $\eta\%$ ).



Após a etapa de secagem, os pós apresentaram valores aceitáveis de umidade, exceto aqueles obtidos nas condições dos ensaios 8 e 5, conforme já mencionado. Deste modo, a melhor condição de processo foi escolhida com base nas superfícies de respostas obtidas para o tamanho das partículas e rendimento do processo, de modo a obter-se maiores valores destas respostas. Portanto, dentro do domínio experimental estudado, os melhores resultados foram obtidos na condição do ponto central ( $T = 75\text{ °C}$  e  $Q = 3,0\text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ), visto que essa condição proporcionou maiores valores de rendimento (cerca de 60 %) e de tamanho das partículas (cerca de 200  $\mu\text{m}$ ), bem como um pó aglomerado com umidade aceitável ( $\leq 10\%$ )

## Conclusões

A aglomeração do *blend* de proteínas vegetais em leito fluidizado utilizando polpa de açaí como ligante se mostrou viável do ponto de vista operacional, uma vez que proporcionou o aumento do tamanho das partículas, o que resultou na melhora das propriedades físicas do pó, viabilizando sua utilização em aplicações industriais e domésticas. Tal resultado indica que a polpa de açaí demonstrou ser um potencial ligante para a aglomeração de proteínas vegetais.

A análise estatística dos resultados mostrou que a vazão de ligante foi a variável operacional com maior efeito sobre a umidade do pó aglomerado e o rendimento do processo, enquanto a temperatura do ar foi a variável com maior influência no tamanho das partículas. Dentro do domínio experimental estudado, a melhor condição foi obtida no ensaio do ponto central, visto que proporcionou os maiores valores de rendimento, cerca 60 %, e de tamanho das partículas, em torno de 200  $\mu\text{m}$ , bem como um pó com umidade aceitável ( $\leq 10\%$ ). Esta condição resultou em um pó aglomerado com tamanho de partículas ( $D_{50}$ ) 2,8 vezes maior que o tamanho do pó inicial. O pó proteico obtido alia praticidade no preparo e consumo com qualidade nutricional e benefícios à saúde, com elevado potencial para a aplicação no desenvolvimento de produtos funcionais e formulações hipoalergênicas.

## Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPESP (2018/10483-2) pelo auxílio financeiro.

## Referências Bibliográficas

- Albarez, R. (2012) *Recobrimento gastrorresistente de pellets de diclofenaco de sódio em leite fluidizado tipo Wurster*. Universidade Estadual de Campinas. Campinas. Tese de Doutorado em Engenharia Química.
- Andreola, K. (2017) *Aglomerção de proteína concentrada de arroz em leite fluidizado: monitoramento in-line do tamanho das partículas*. Universidade Estadual de Campinas. Campinas. Tese de Doutorado em Engenharia Química.
- Boye, J.; Zare, F.; Pletch, A. (2010) Pulse proteins: Processing, characterization, functional properties and applications in food and feed. *Food Research International*, **43**, 414-431.
- Burggraeve, A.; Van Den Kerkhof, T.; Hellings, M.; Remon, J. P.; Vervaet, C.; De Beer, T. (2010) Evaluation of in-line spatial filter velocimetry as PAT monitoring tool for particle growth during fluid bed granulation. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, **76**, 138-146.
- Custodio, G.; Souza, L.F.G; Andreola, K. (2019) Aglomeração de proteínas vegetais em leite fluidizado utilizando polpa de açaí como ligante: análise dos parâmetros de processo. Anais do XXXIX Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados ENEMP 2019. Campinas, *Galoá Anais e Proceedings*, **2**.
- Dacanal, G.C.; Menegalli, F. C. (2010) Selection of operational parameters for th production of instant soy protein isolate by pulsed fluid bed agglomeration. *Powder Technology*, **203**, 565-573.
- Duarte, J.; Pérez-Vizcaíno, F.; Jiménez, J.; Tamargo, J.; Zarzuelo, A. (2001) Flavonoids and cardiovascular diseases. *Studies in Natural Products Chemistry*, **25**, 565-605.
- Fao (2011) Dietary protein quality evaluation in human nutrition. Report of an FAO Expert Consultation. *FAO Food and Nutrition Paper*, **92**, 1-66.
- Helm, R. M.; Burks, A. W. (1996) Hypoallergenicity of rice protein. *Cereal Foods World*, Vol. 41, p. 839-842.
- Iveson, S. M.; Litster, J. D.; Hapgood, K.; Ennis, B. J. (2001) Nucleation, growth and breakage phenomena in agitated wet granulation processes: a review. *Powder Technology*, **117**, 3-39.
- Neuhouser, M. L. (2004) Review: Dietary flavonoids and cancer risk: evidence from human population studies, *Nutrition and Cancer*, **50**, 1-7.
- Pietrysiaka, E.; Smith, D. M.; Smith, B. M.; Ganjyal, G. M. (2018) Enhanced functionality of pea-rice protein isolate blends through direct steam injection processing. *Food Chemistry*, **243**, 338-344.
- Saunders, R. M. (1990) The properties of rice bran as a food stuff. *Cereal Foods World*, **35**, 632-636.
- Schreckinger, M.E.; Lotton, J.; Lila, M.A.; De Mejia, E.G. (2010) Berries from South America: A comprehensive review on chemistry, health potential, and commercialization. *Journal of Medicinal Food*, **2**, 233-246.
- Schubert, H. (1987) Food Particle Technology. Part I: Properties of Particles and Particulate Food Systems. *Journal of Food Engineering*, **6**, 1-32.
- Tardos, G. I.; Irfan Khan, M.; Mort, P. R. (1997) Critical parameters and limiting conditions in binder granulation of fine powder. *Powder Technology*, **94**, 245-258.
- Turchiuli, C.; Samil, R.; Dumoulin, E. (2013) Fluidized bed agglomeration of skim milk powder: Analysis of sampling for the follow-up of agglomerate growth. *Powder Technology*, **238**, 161-168.

Who (2018) *Saving lives, spending less: a strategic response to noncommunicable diseases*. Geneva, Switzerland. World Health Organization 2018 (WHO/NMH/NVI/18.8). Licence: CC BY-NC-SA 3.0 IGO.