

ESTUDO DO PROCESSO DE AGLOMERAÇÃO DE UM PÓ A BASE DE AÇAÍ E PROTEÍNAS VEGETAIS OBTIDO POR SECAGEM EM *SPRAY DRYER*

Gabriella Haddad Guelfi ¹; Luciane Franquelin Gomes de Souza ²; Tatiana Guinoza Matuda Masaoka ²; Marcello Nitz ²; Kaciane Andreola ²

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

² Professora da Escola de Engenharia Mauá (EEM/CEUN-IMT).

Resumo. *O processo de aglomeração em leito fluidizado é utilizado para melhorar as características físicas de pós. O objetivo desse trabalho foi estudar o processo de aglomeração em leito fluidizado de um pó à base de açaí e proteínas vegetais obtido por secagem em spray dryer, a fim de melhorar suas propriedades físicas, bem como avaliar a influência das variáveis operacionais no desempenho do processo e na qualidade do pó aglomerado. Por meio de planejamento fatorial, foi estudada a influência da temperatura do ar e da vazão de ligante sobre a umidade do pó, o rendimento do processo e o tamanho das partículas. A temperatura do ar foi a variável com maior efeito na umidade, enquanto a vazão de ligante foi a variável com maior efeito no rendimento do processo. A melhor condição de processo foi obtida no ensaio 2 (65 °C e 3,5 ml·min⁻¹), visto que forneceu um pó com umidade aceitável (< 15 %) e um rendimento superior a 55 %. Para todas as condições estudadas foi obtido um pó com melhor fluidez e menor tempo de molhamento, indicando que o processo de aglomeração resultou na melhora das propriedades físicas do pó obtido por secagem em spray dryer.*

Introdução

O processo de *spray drying* consiste em uma secagem por atomização que se caracteriza pela transformação de um líquido em um pó. As gotículas de líquido atomizado entram em contato com um fluxo de ar quente, proporcionando uma rápida evaporação que permite manter a temperatura do produto baixa, sendo amplamente utilizado para substâncias termicamente sensíveis, com foco na área alimentícia e farmacêutica (Ferrari *et al.*, 2012, Ré, 1998). Como o produto obtido é um pó, esse processo propicia o aumento da vida útil e da estabilidade do produto. Contudo, alguns pós obtidos pela secagem por atomização apresentam propriedades físicas indesejáveis, como coesividade, higroscopicidade e baixa molhabilidade e solubilidade, causados principalmente pelo pequeno tamanho das partículas obtidas por esse processo e pelo baixo peso molecular dos carboidratos presentes no pó, levando a dificuldades na manipulação, transporte e armazenamento (Cano-Chauca *et al.*, 2005).

Leitos fluidizados podem ser associados a equipamentos de *spray dryer*, de modo a permitir a aglomeração das partículas obtidas na secagem (Fuchs *et al.*, 2006). O processo de aglomeração é utilizado em diversas aplicações industriais, como por exemplo, na produção de leite em pó, achocolatados em pó e sopas instantâneas. Esse processo proporciona pós com melhores propriedades físicas em comparação aos pós obtidos na secagem por atomização, uma vez que os pós aglomerados apresentam melhor fluidez, molhabilidade, dispersão em líquidos e estabilidade (Dhanalakshmi *et al.*, 2011; Haas *et al.*, 2020).

Para o processo de aglomeração, as indústrias alimentícia e farmacêutica comumente utilizam o leito fluidizado, uma vez que esse equipamento proporciona elevadas taxas de transferência de massa e de calor (Kunni e Levenspiel, 1991). O processo de aglomeração consiste na atomização de um líquido ligante sobre a superfície de partículas fluidizadas por um gás quente (Aviles *et al.*, 2015). A colisão entre as partículas umedecidas leva à formação de pontes líquidas e, conseqüentemente, à coalescência das partículas. Com a secagem, as pontes se solidificam, levando à formação de partículas maiores, denominadas de aglomerados ou grânulos (Iveson *et al.*, 2001; Tan *et al.*, 2006).

Pós alimentícios obtidos na secagem por atomização tais como leite em pó, chás, café solúvel, preparados à base de cacau e formulações infantis, são exemplos de produtos que são submetidos a

uma etapa de aglomeração durante o seu processamento, a fim de melhorar as suas propriedades físicas (Dacanal, 2005). Desse modo, é desejável o estudo do processo de aglomeração de outros tipos de pós finos, com foco em produtos procurados pelos consumidores atualmente.

Haas *et al.* (2020) estudaram o processo de aglomeração em leito fluidizado de um pó concentrado de cenoura obtido por secagem em *spray dryer*. O processo de aglomeração foi realizado com água como ligante durante 40 minutos, com um fluxo de entrada de ar de 130 a 200 m³·h⁻¹ e temperatura do ar de entrada de 52 °C. A aglomeração do pó obtido por *spray dryer* proporcionou o aumento da vida útil do pó e melhorou características como fluidez e tempo de molhamento. Gong *et al.* (2017) estudaram a secagem em *spray dryer* de um pó de *Myrica* e avaliaram a influência do processo de aglomeração sobre as propriedades de reconstituição do pó. A aglomeração foi realizada por 30 minutos, com temperatura do ar de entrada de 50 °C, sendo utilizada a água como ligante. Os autores reportaram um aumento no tamanho das partículas o que resultou em uma melhora no tempo de molhamento e na reconstituição do pó. Fuchs *et al.* (2006) estudaram a viabilidade da encapsulação de óleo vegetal em uma matriz composta por maltodextrina e goma arábica, a fim de obter um pó com boas propriedades. Os processos de *spray drying* e aglomeração em leito fluidizado foram estudados tanto isolados quanto combinados. O processo de aglomeração do pó obtido em *spray dryer* foi realizado utilizando água como ligante durante cerca de 87 minutos, com um fluxo de ligante variando entre 3,5 e 15 g·min⁻¹. A temperatura de entrada do ar que resultou na melhor condição operacional foi de 45 ± 2 °C. A aglomeração do pó proporcionou o aumento do tamanho das partículas e a redução do tempo de molhamento.

A demanda por produtos que ofereçam valor nutricional, benefícios à saúde e praticidade no preparo e consumo tem crescido, devido às preocupações do consumidor com saúde e qualidade de vida, aliado a não disponibilidade de tempo para a preparação de alimentos (Dresch e Andrade, 2010). Nesse contexto, os pós proteicos instantâneos são uma alternativa para suprir essa demanda.

As proteínas do arroz e da ervilha vêm ganhando destaque na formulação de novos produtos por serem hipoalergênicas e ricas em aminoácidos essenciais, possuindo propriedades nutritivas e funcionais e, portanto, benefícios à saúde (Saunders, 1990; Pietrysiaka *et al.*, 2018). A proteína de ervilha contém altas quantidades de lisina, mas baixas quantidades de metionina (Boye *et al.*, 2010), já a proteína de arroz é rica em metionina, mas apresenta baixa quantidade de lisina. Desse modo, a combinação dessas proteínas em proporções adequadas fornece a quantidade de aminoácidos essenciais recomendada à dieta (Fao, 2011; Pietrysiak *et al.*, 2018).

O açaí também tem apresentado uma procura elevada para a formulação de novos produtos, por ser um alimento altamente energético e apresentar propriedades nutracêuticas e benéficas a saúde humana. O açaí apresenta em sua composição quantidades significativas de compostos bioativos com propriedades antioxidantes, em especial, as antocianinas e outros compostos fenólicos (Tonon *et al.*, 2008; Schauss *et al.*, 2006). Estudos demonstraram que a polpa de açaí pode proteger as células humanas contra o estresse oxidativo, prevenindo diversas doenças crônicas, como diabetes e doenças cardiovasculares (Cedrim *et al.*, 2018).

O objetivo desse trabalho foi estudar o processo de aglomeração em leito fluidizado de um pó à base de açaí e proteínas vegetais obtido por secagem em *spray dryer*, a fim de melhorar suas propriedades físicas, bem como avaliar a influência das variáveis operacionais no desempenho do processo e na qualidade do pó aglomerado.

Material e Métodos

Matéria-prima

A matéria-prima utilizada no processo de aglomeração foi um pó à base de açaí e proteínas vegetais de arroz e de ervilha obtido por secagem em *spray dryer* piloto na melhor condição operacional reportada por Victorino *et al.* (2020). Para a produção do pó foi formulada uma pasta contendo polpa de açaí (Açaí Rio Negro, Açaí Popular, Castanhal, PA), proteína isolada de ervilha (Pea Unique 86, Pevesa Biotech, Espanha) e proteína concentrada de arroz (Rice Standard 80, Wuxi

Jinnong Biotechnology Co., Ltd, China), sendo as proteínas na proporção de 2:1. A concentração de proteínas na polpa de açaí foi de 12,5 %. As variáveis fixas do processo foram as temperaturas do ar de entrada em 180 °C e de saída em 115 °C, rotação do disco atomizador em 30000 rotações por minuto e abertura do ventilador adutor em 100 %. Detalhes do sistema experimental e do processo são descritos em Victorino *et al.* (2020).

Polpa de açaí (Açaí Rio Negro, Açaí Popular, Castanhal, PA) foi utilizada como ligante no processo de aglomeração em temperatura ambiente (± 25 °C). A polpa de açaí contém sólidos, o que ocasionava o entupimento do bico atomizador e a parada do processo. De modo a evitar essa ocorrência, a polpa de açaí foi passada em uma peneira de *mesh* 60 (abertura de 0,246 mm).

Sistema operacional

Os ensaios de aglomeração foram realizados em um leito fluidizado (Zelus, LF-50), formado por uma estrutura principal de base cônica unida a uma coluna cilíndrica. As partículas elutriadas foram coletadas por um ciclone. O ar de fluidização é fornecido por um compressor radial (IBRAM, modelo CR6) conectado a um inversor de frequência (WEG, modelo CFW300) e é aquecido por resistência elétrica controlada por regulador PID (Novus, N1100). A temperatura no interior do leito é monitorada por duas termorresistências do tipo Pt-100 (Novus, Miami, EUA). Uma bomba peristáltica (Masterflex L/S 07551-20) transporta o ligante até o bico aspersor do tipo duplo fluido, localizado na parte superior do leito (*top-spray*). Detalhes do sistema experimental são descritos em Custodio *et al.* (2020) e em Ferreira *et al.* (2019). Para esse trabalho foram realizadas algumas mudanças de modo a melhorar o sistema, tais como a alteração de material da parte cônica do leito fluidizado de aço inox para acrílico, a utilização de um compressor radial e a mudança do modelo da bomba peristáltica.

Ensaio preliminares

Em ensaios preliminares verificou-se que não foi possível realizar a fluidização do pó obtido em *spray dryer*, ou seja, esse pó não apresentou movimentação no leito, independente da vazão do ar de fluidização. Desse modo, optou-se por realizar operações prévias à aglomeração em leito fluidizado, que foram a malaxagem seguida da secagem em estufa, com o intuito de alterar as propriedades físicas do pó e, conseqüentemente, seu comportamento fluidodinâmico. A malaxagem foi realizada por meio da aspersão de um líquido ligante, a polpa de açaí (Açaí Rio Negro, Açaí Popular, Castanhal, PA), sobre o pó. Para isso, o pó foi inserido em um recipiente cilíndrico de aço inox e, com o auxílio de uma haste de silicone, foi realizada a sua agitação manual, enquanto a aspersão do ligante era realizada. A malaxagem foi realizada em 3 etapas iguais e consecutivas. Realizou-se a aspersão de 24 g do ligante, seguida da secagem em estufa (Nova Ética, 420.4D, Brasil) durante 15 minutos. A secagem em estufa foi realizada com temperatura de 50 °C, conforme proposto por Guelfi *et al.* (2021). Após a malaxagem, o pó foi peneirado com uma peneira de *mesh* 9 (abertura de 2 mm) antes de ser inserido no leito fluidizado, de forma a retirar as partículas maiores, denominadas de torrões e evitar que esses ficassem no fundo da coluna durante o processo. Esse pó foi submetido ao processo de aglomeração em leito fluidizado.

Ensaio de aglomeração

Os ensaios de aglomeração foram realizados com base no trabalho de Almeida *et al.* (2020). Os ensaios foram realizados de acordo com um planejamento fatorial completo, com triplicata no ponto central, totalizando 7 experimentos. As variáveis massa de material (0,300 kg), pressão de atomização (10 psi), quantidade de ligante (200 mL) e altura do bico aspersor em relação à base do leito (0,22 m) foram mantidas em valores fixos. As variáveis de entrada estudadas foram a temperatura do ar de fluidização (T , X_1) e a vazão de atomização do ligante (Q , X_2). A vazão do ar de fluidização iniciou em $45,3 \text{ N}\cdot\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$, foi aumentada para $63,5 \text{ N}\cdot\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$ após 10 minutos e foi novamente aumentada para $78 \text{ N}\cdot\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$ após 10 minutos, sendo mantida constante até o final do processo. Como respostas do planejamento foram analisadas a umidade do pó aglomerado (U), o

rendimento do processo (η) e a mediana do tamanho das partículas (D_{50}). As variáveis de entrada, com seus respectivos valores reais e codificados, são apresentadas na Tabela 1. O estudo do efeito das variáveis sobre as respostas foi realizado com auxílio do *software* Statistica 12.0. considerando nível de confiança de 90 %.

Tabela 1 - Variáveis operacionais e níveis do planejamento fatorial

Variáveis Reais	Níveis		
	-1	0	1
T (°C)	65	75	85
Q (mL·min ⁻¹)	2,5	3,0	3,5

Foi proposto um modelo matemático para cada variável de resposta, sendo considerado como modelo mais adequado aquele em que o valor do R^2 ajustado atingiu seu valor máximo com a eliminação dos fatores não significativos. Pelo teste F de Fischer, foi possível determinar a significância estatística dos modelos e a qualidade do ajuste. De acordo com esse teste, para um modelo ser considerado significativo, o valor de $F_{R,r}$ calculado para verificar a significância da regressão deve ser maior que o valor de F tabelado. Para o modelo ser considerado preditivo, o valor de $F_{faj,ep}$ calculado para verificar a falta de ajuste deve apresentar um valor menor que o valor de F tabelado. Os coeficientes de correlação (R^2) de cada modelo também foram avaliados, sendo que valores próximos a unidade são considerados satisfatórios.

Rendimento

O rendimento do processo (η) foi obtido pela 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), ambas em base seca.

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

A massa de sólidos adicionada ao leito (m_i) é composta pela massa do pó e pela massa de sólidos do ligante (polpa de açaí). A massa de sólido 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 de *mesh* 9 (abertura de 2 mm) para a retirada dos torrões.

Caracterização dos pós

A caracterização dos pós foi realizada por meio de análises de umidade, tamanho de partícula, fluidez e tempo de molhamento. Todas as análises foram realizadas em triplicata. As diferenças entre as médias dos resultados dos índices de Hausner e de Carr e do tempo de molhamento foram avaliadas estatisticamente por Análise de Variância (ANOVA), aplicando-se o teste de *Tukey* considerando nível de confiança de 95 %, com o auxílio do Minitab® 16.0 (Minitab Inc, USA). A umidade (U % b.u) foi determinada com o auxílio de um analisador de umidade com aquecimento por lâmpada de halogênio (Shimadzu Corporation, MOC63u). Detalhes da metodologia foram descritos por Porto *et al.* (2019). Foi estipulado como aceitável um teor de umidade final do pó aglomerado igual ou inferior a 15 % (b.u.), valor recomendado para farinhas (Anvisa, 2005). A mediana do tamanho das partículas (D_{50}) foi obtida por difração a laser (Bettersizer S3 Plus, Bettersizer Instruments, China) via úmida, utilizando álcool isopropílico como meio líquido. O nível de fluidez foi determinado pelo índice de Hausner (HR) e pelo índice de compressibilidade de Carr (IC) (Turchiuli *et al.*, 2005), definidos a partir das densidades aparente e compactada. O equipamento utilizado para a compactação do pó foi o Tap-2SP *Tap Density Tester* (Logan Instruments CORP., New Jersey, USA), utilizando o método

USP-I (1250 batidas, com 14 ± 2 mm de altura e 300 batidas/min), realizado em triplicata (European Pharmacopeia, 2010). As partículas foram classificadas em diferentes categorias em relação ao escoamento segundo a Farmacopeia Americana (USP 37, 2014). O tempo de molhamento foi definido como o tempo necessário para o completo molhamento e imersão de 3,0 g de amostra em 70 ml de água destilada a temperatura ambiente ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$), como descrito por Hoge Kamp e Schubert (2003). O teste foi gravado e avaliado para uma medição mais precisa do valor do tempo de molhamento.

Resultados e Discussão

Ensaio preliminares

Os resultados de umidade (U), mediana do tamanho das partículas (D_{50}), índice de Hausner (I_{HR}) e Carr (I_C), caracterização da fluidez e tempo de molhamento (T_m) do pó obtido por secagem em *spray dryer* (PSD) e do pó obtido na malaxagem (PM) constam na Tabela 2.

Tabela 2 - Resultados de caracterização dos pós PSD e PM

Pós	U (b.u %)	D_{50} (μm)	I_{HR} (-)	I_C (%)	Fluidez (-)	T_m (s)
PSD	$4,11 \pm 0,04$	48,33	$1,34 \pm 0,01$	$25,41 \pm 0,8$	Ruim	$25,03 \pm 0,25$
PM	$12,41 \pm 0,4$	62,63	$1,24 \pm 0,02$	$19,36 \pm 1,4$	Razoável	$15,57 \pm 1,07$

Pelos resultados da Tabela 2, verifica-se que o pó obtido por secagem em *spray dryer* (PSD) apresentou umidade de 4,11 %, D_{50} de 48,33 μm , fluidez caracterizada como ruim e tempo de molhamento de 25 segundos. O pó obtido por Victorino *et al.* (2020) nas mesmas condições operacionais apresentou valores semelhantes dessas características, sendo a umidade de 2,14 %, o D_{50} de 43,31 μm , a fluidez caracterizada como muito ruim e tempo de molhamento de 39 segundos.

Também, observa-se que a operação de malaxagem proporcionou a alteração nas características físicas do pó, resultando no aumento do tamanho das partículas, o que levou a uma melhora na fluidez e a diminuição do tempo de molhamento. O nível de fluidez foi alterado de ruim para razoável e a redução no tempo de molhamento foi de 38 %. Portanto, apesar do pó da malaxagem apresentar maior umidade em relação ao pó obtido em *spray dryer*, foi observada uma melhora considerável nas suas características físicas, o que modificou o comportamento fluidodinâmico do pó, possibilitando a sua fluidização.

Ensaio de aglomeração

Os resultados de umidade (U), mediana do tamanho das partículas (D_{50}) e rendimento do processo (η) constam na Tabela 3.

Tabela 3 - Matriz de planejamento do PCCR e resultados das respostas estudadas

Ensaio	T ($^{\circ}\text{C}$)	Q ($\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}$)	U (% b.u.)	D_{50} (μm)	η (%)
1	65	2,5	$6,06 \pm 0,06$	82,44	44,11
2	65	3,5	$9,53 \pm 0,05$	76,81	55,74
3	85	2,5	$4,39 \pm 0,2$	84,66	35,09
4	85	3,5	$4,93 \pm 0,2$	77,24	47,00
5	75	3,0	$5,75 \pm 0,1$	80,05	49,67
6	75	3,0	$5,71 \pm 0,1$	84,34	45,64
7	75	3,0	$5,75 \pm 0,1$	87,99	46,16

Pelos resultados da Tabela 3, observa-se que a umidade dos pós variou entre 4,39 % e 9,53 %, a mediana do tamanho das partículas variou entre 76,81 μm e 87,99 μm e o rendimento variou entre

35,09 % e 55,74 %. Todas as condições operacionais estudadas resultaram em pós com umidade inferior ao valor estipulado como aceitável (≤ 15 %) e proporcionaram o aumento no tamanho das partículas em relação ao tamanho do pó da malaxagem ($D_{50PM} = 62,63 \mu\text{m}$). Pelos resultados dos ensaios 5, 6 e 7 verifica-se que houve boa reprodutibilidade nos ensaios do ponto central, uma vez que as respostas estudadas apresentaram valores próximos.

Os valores de rendimento estão dentro da faixa reportada na literatura para aglomeração de pós finos. Almeida *et al.* (2020) estudaram o processo de aglomeração em leito fluidizado de um *blend* de proteínas vegetais de ervilha e arroz e obtiveram valores de rendimento variando entre 26,52 % e 56,79 %. Já Porto *et al.* (2019) estudaram a aglomeração do mesmo *blend* de proteínas e obtiveram rendimentos entre 31,03 % e 63,04 %. Durante os ensaios, o arraste de partículas para o ciclone foi a principal causa do decréscimo do rendimento. Por se tratar de um pó de difícil fluidização, foi utilizada uma alta vazão do ar de fluidização, o que levou a um regime intenso de fluidização, favorecendo o arraste de partículas.

A condição do ensaio 2 ($65 \text{ }^\circ\text{C}$ e $3,5 \text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$) resultou nos maiores valores de rendimento e umidade e no menor valor de mediana do tamanho das partículas. A alta vazão de ligante associada a baixa temperatura do ar favorece o umedecimento das partículas, 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. Entretanto, nessas condições o valor de D_{50} foi o menor, visto que o umedecimento prevalece sobre a secagem, o que retarda a formação de pontes sólidas e, conseqüentemente, a formação dos grânulos.

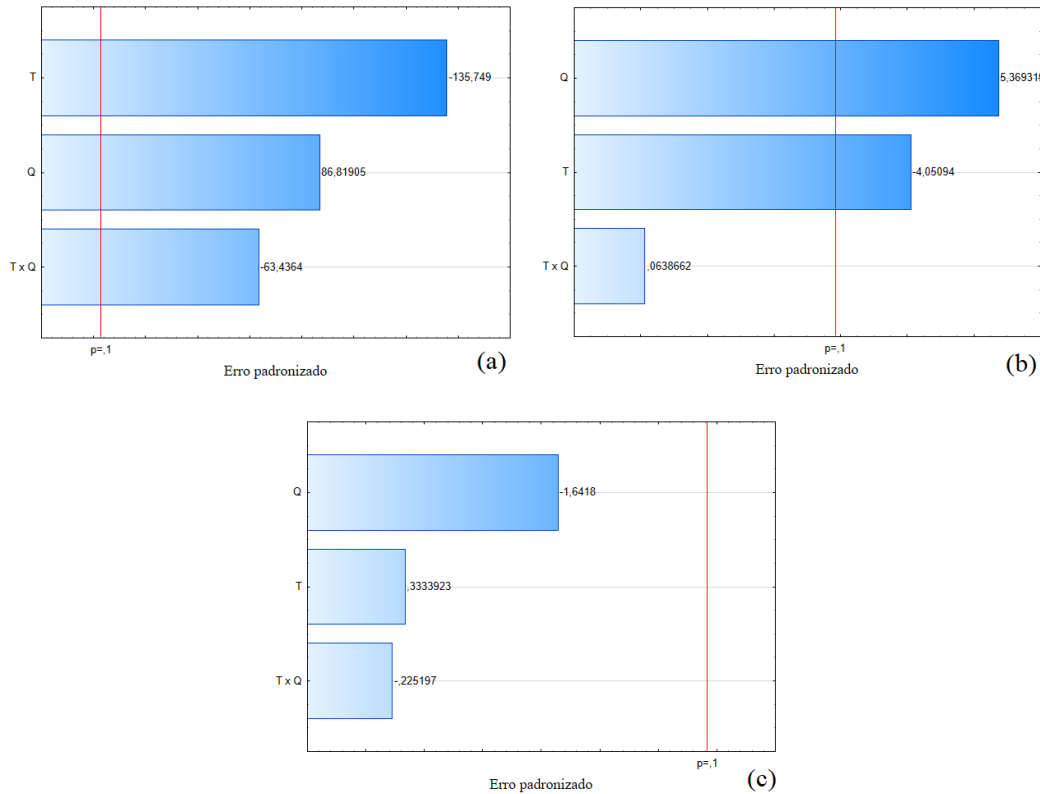
Já na condição do ensaio 3 ($85 \text{ }^\circ\text{C}$ e $2,5 \text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$) foram obtidos os menores valores de rendimento e umidade. A combinação de alta temperatura do ar e baixa vazão de ligante resulta em uma menor umidade no interior do leito e em um regime de fluidização intenso, o que favorece a secagem. Com isso, a secagem das gotículas do ligante pode ter ocorrido antes de entrar em contato com o pó, dificultando a formação de pontes líquidas e, portanto, a formação dos grânulos. Como resultado, ocorre o arraste excessivo de partículas para o ciclone, implicando em menores rendimentos e em pós mais secos.

Análise Estatística

Pela análise estatística dos resultados foi possível determinar a significância dos efeitos das variáveis sobre as respostas estudadas. Os efeitos padronizados em valor absoluto estão ilustrados nos gráficos de Pareto apresentados na Figura 1. Os efeitos estatisticamente significativos se localizam à direita do limiar de significância ($p < 0,10$). Verifica-se que as variáveis estudadas (T e Q) influenciaram significativamente sobre as respostas umidade do pó aglomerado e rendimento do processo. A temperatura do ar foi a variável com maior influência sobre a umidade, enquanto o rendimento foi mais influenciado pela vazão do ligante, o que é representado pelo maior valor absoluto do efeito dessas variáveis.

Ainda, observa-se que o efeito significativo e negativo da temperatura do ar sobre a umidade e rendimento, indica que o aumento dessa variável proporciona uma diminuição da umidade do pó e do rendimento do processo. O aumento da temperatura favorece a etapa de secagem, resultando em pós com menor umidade, além de favorecer o arraste das partículas para o ciclone, prejudicando o rendimento do processo. Já o efeito significativo e positivo da vazão de ligante sobre as respostas, mostra que o aumento da variável promove um aumento na umidade e no rendimento. O aumento da vazão de ligante, favorece o umedecimento do pó e evita o arraste de partículas para o ciclone, o que resulta em pós com maior umidade e em maior rendimento. Nenhuma das variáveis operacionais estudadas apresentou influência significativa na mediana de tamanho das partículas (D_{50}). Andreola (2017) também reportou a influência positiva do efeito da vazão de ligante sobre o rendimento do processo e a influência negativa do efeito da temperatura sobre a umidade do pó ao estudar a aglomeração de proteína concentrada de arroz em leito fluidizado.

Figura 1 - Gráficos de Pareto para as respostas: (a) umidade, (b) rendimento e (c) D₅₀



Na Tabela 4 são apresentados os valores calculados e tabelados do parâmetro F de Fisher e os valores dos coeficientes de correlação (R^2). Os coeficientes de correlação (R^2), que representam o ajuste do modelo aos dados experimentais, foram de 97 % e 94 % para a umidade e rendimento, respectivamente. Para os modelos de umidade e rendimento, constata-se que para a regressão, $F_{\text{calculado}} > F_{\text{tabelado}}$, o que atesta que os modelos são significativos. Analisando a falta de ajuste, verifica-se que apenas para o rendimento $F_{\text{calculado}} < F_{\text{tabelado}}$, satisfazendo a condição para o modelo ser preditivo. Portanto, as equações desses modelos podem ser consideradas significativas a 90 % de confiança, porém apenas a equação do rendimento pode ser utilizada para fins preditivos. Para a mediana do tamanho de partículas, o modelo apresentou R^2 nulo e a falta de ajuste foi significativa.

Tabela 4 - Teste F de Fischer

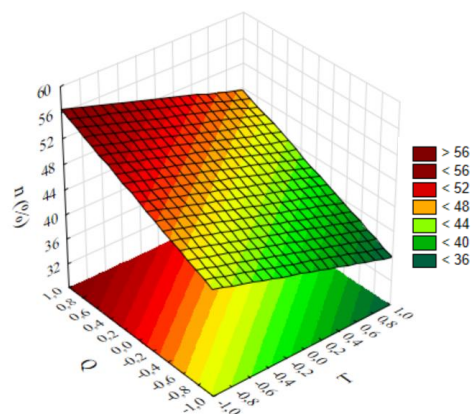
Variável Resposta	$F_{R,r}$		$F_{aj,ep}$		R^2
	Calculado	Tabelado	Calculado	Tabelado	
Umidade	38,63	5,39	774,86	8,53	0,97
Rendimento	30,15	4,32	0,50	9,00	0,94
D ₅₀	0,8	5,39	1,6	8,53	0

A Equação 2 representa o modelo para o rendimento.

$$\eta = 46,20 - 4,44X_1 + 5,88X_2 \quad (2)$$

Para o modelo estatisticamente significativo e preditivo é possível plotar a superfície de resposta. Na Figura 2 é ilustrada a superfície de resposta para o rendimento. Observa-se que maiores vazões de ligante favorecem o rendimento do processo, principalmente se aliadas a temperaturas do ar entre 65 °C e 75 °C.

Figura 2 - Superfície de resposta para o rendimento



Caracterização dos pós

Os resultados do nível de fluidez, determinado pelo índice de Hausner (I_{HR}) e pelo índice de Carr (I_C) e do tempo de molhamento (T_m) estão apresentados na Tabela 5.

Tabela 5 – Caracterização dos pós

Ensaio	T (°C)	Q (ml·min ⁻¹)	I_{HR} (-)	I_C (%)	Fluidez (-)	T_m (s)
1	65	2,5	1,12 ± 0,03 ^a	10,92 ± 2,1 ^a	Boa	3,43 ± 0,15 ^b
2	65	3,5	1,14 ± 0,01 ^a	12,17 ± 0,61 ^a	Boa	5,47 ± 0,25 ^a
3	85	2,5	1,11 ± 0,01 ^a	10,05 ± 1,2 ^a	Boa	1,57 ± 0,15 ^d
4	85	3,5	1,14 ± 0,01 ^a	12,48 ± 1,0 ^a	Boa	1,60 ± 0,20 ^d
5	75	3,0	1,12 ± 0,02 ^a	11,03 ± 1,6 ^a	Boa	2,27 ± 0,15 ^c
6	75	3,0	1,12 ± 0,03 ^a	10,96 ± 2,9 ^a	Boa	2,20 ± 0,10 ^c
7	75	3,0	1,12 ± 0,01 ^a	10,57 ± 0,99 ^a	Boa	2,10 ± 0,10 ^c

Letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa ($p < 0,05$).

Pelos resultados da Tabela 5, verifica-se que o processo de aglomeração em leito fluidizado promoveu a melhora na fluidez e a diminuição do tempo de molhamento do pó. Para todos os pós, a fluidez foi alterada de ruim (pó obtido em *spray dryer* PSD, Tabela 1) para boa. Os valores dos índices de Hausner e de Carr não apresentaram diferença significativa entre os ensaios. Para todos os ensaios, houve uma melhora considerável no tempo de molhamento, com redução de 78,15 % a 93,76 % em relação ao tempo de molhamento do pó obtido em *spray dryer* (PSD). Haas *et al* (2020) também reportaram que o processo de aglomeração em leito fluidizado de um pó concentrado de cenoura obtido em *spray dryer* proporcionou uma redução no tempo de molhamento do pó de 93,7 % e alteração na fluidez de ruim para razoável.

Conclusões

O processo de aglomeração 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, resultando na melhora das propriedades físicas do pó, viabilizando sua utilização em aplicações industriais e domésticas.

A análise estatística dos resultados mostrou que a temperatura do ar foi a variável com maior influência na umidade do pó, enquanto a vazão do ligante foi a variável com maior efeito sobre o rendimento do processo. Para a mediana do tamanho das partículas, nenhuma das variáveis foi considerada significativa. Dentro do domínio experimental estudado, a melhor condição no que se

refere ao processo foi obtida no ensaio 2 (65 °C e 3,5 ml·min⁻¹), visto que proporcionou o maior valor de rendimento, bem como um pó com umidade aceitável (< 15 %). Essa condição resultou em um pó com D₅₀ 1,59 vezes maior que o tamanho das partículas do pó obtido em *spray dryer*, além de apresentar melhora na fluidez do pó e uma redução de 78,15 % do tempo de molhamento. Já as condições dos ensaios 3 (85 °C e 2,5 ml·ml⁻¹) e 4 (85 °C e 3,5 ml·ml⁻¹) foram consideradas as melhores em relação as características físicas do pó, pois resultaram nos menores tempos de molhamento, com redução de 93,73 % e 93,61 %, respectivamente. No entanto, a condição do ensaio 4 resultou em um maior rendimento ($\eta = 47,00\%$) em relação a condição do ensaio 3 ($\eta = 35,09\%$), sendo, portanto, considerada mais adequada. Nessa condição, assim como na condição do ensaio 2, o pó aglomerado apresentou D₅₀ 1,59 vezes maior que o tamanho das partículas do pó obtido em *spray dryer*. Os pós aglomerados obtidos aliam praticidade no preparo com qualidade nutricional e benefícios para a saúde, apresentando potencial para serem utilizados no desenvolvimento de produtos funcionais e formulações hipoalergênicas.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPESP (2018/10483-2) pelo auxílio financeiro e ao Instituto Mauá de Tecnologia pelo suporte durante a realização dessa pesquisa.

Referências Bibliográficas

- Almeida, L. C. C. de; Souza, L.F.G.; Masaoka, T.G.M.; Nitz, M.; Andreola, K. (2020) Monitoramento do processo de aglomeração de proteínas vegetais em leite fluidizado. Anais do 12.º Seminário Mauá de Iniciação Científica. São Caetano do Sul, SP.
- Andreola, K. (2017) Aglomeração 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.
- Anvisa (2005). Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução da diretoria colegiada. RDC nº 263. *Regulamento técnico para produtos de cereais, amidos, farinhas e farelos* [S.l.].
- Aviles, C.; Dumoulin, E.; Turchiuli, C. (2015) Fluidised bed agglomeration of particles with different glass transition temperatures. *Powder Technology*, **270**, 445-452.
- Boye, J.; Zare, F.; Platch, A. (2010) Pulse proteins: Processing, characterization, functional properties and applications in food and feed. *Food Research International*, **43**, 414-431.
- Cano-Chauca, M.; Stringheta, P. C.; Ramos, A. M.; Cal-Vidal, J. (2005) Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, **6**, 420-428.
- Cedrim, P. C. A. S.; Barros, E. M. A.; Nascimento, T. G. do (2018) Propriedades antioxidantes do açaí (*Euterpe oleracea*) na síndrome metabólica. *Brazilian Journal of Food Technology*, **21**, e2017092.
- Custodio, G. R.; Souza, L. F. G. de; Nitz, M.; Andreola, K. (2020) A protein powder agglomeration process using açaí pulp as the binder: An analysis of the process parameters. *Advanced Powder Technology*, **31**, 3551 – 3561.
- Dacanal, G. C. (2005) Estudo da granulação de suco de acerola desidratado em leite fluidizado. 112f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005.
- Dhanalakshmi, K.; Ghosal, S.; Bhattacharya, S. (2011) Agglomeration of food powder and applications. *Critical reviews in food science and nutrition*, **51**, 432-441.
- Dresch, L. O.; Andrade, E. S. (2010) Evolução dos hábitos alimentares e a busca por alimentos saudáveis em Campo Grande, MS. Identificação de tendências e potencialidades. 48º Congresso da Sociedade Brasileira de Economia, Administração e Sociologia Rural.

- European Pharmacopoeia 7.0. (2010) Methods of analysis. 2.9.3.4 Bulk density and tapped density of powders, 305-308.
- Fao (2011), Dietary protein quality evaluation in human nutrition. *FAO Food and Nutrition Paper*. Auckland, New Zealand, **92**, 1-79.
- Ferrari, C.C.; Ribeiro, C.P.; Aquirre, J.M. de (2012) Secagem por atomização de polpa de amora-preta usando maltodextrina como agente carreador. *Brazilian Journal of Food Technology*, **15**, 157-165.
- Ferreira, A.C.; Lee, C.H.; Testa, V.A.G.; Neto, V.J.C. (2019) Estudo do processo de aglomeração de proteínas vegetais em leite fluidizado: uso de polpa de açaí como ligante e monitoramento das variáveis de processo. Instituto Mauá de Tecnologia. Trabalho de Conclusão de Curso. Engenharia Química. São Caetano do Sul, SP.
- Fuchs, M.; Turchiuli, C.; Bohin M.; Cuvelier M.E.; Ordonnaud C.; Peyrat-Maillard M.N; Dumoulin E. (2006) Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidised bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, **75**, 27-35.
- Gong, Z.; Zhang, M.; Mujumdar A. S.; Sun J. (2007) Spray Drying and Agglomeration of Instant Bayberry Powder. *Drying Technology*, **26**, 116-121.
- Guelfi, G. H.; Souza, L.F.G.; Masaoka, T.G.M.; Nitz, M.; Andreola, K. (2021) Estudo do processo de aglomeração de um pó a base de açaí e proteínas vegetais obtido por secagem em *spray dryer*. Anais do 13.º Seminário Mauá de Iniciação Científica. São Caetano do Sul, SP.
- Haas, K.; Dohnal, T.; Andreu P.; Zehetner, E.; Kiesslich, A.; Volkert, M.; Fryer, P.; Jaeger, H. (2020) Particle engineering for improved stability and handling properties of carrot concentrate powders using fluidized bed granulation and agglomeration. *Powder Technology*, **370**, 104-115.
- Hogekamp, S.; Schubert, H. (2003) Rehydration of Food Powders. *Food Science and Technology International*, **9**, 223-235.
- 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.
- Kunni, D., Levenspiel, O. (1991) Fluidization engineering. 2nd edition. New York, John Wiley.
- Porto, L.C.; Souza, L.F.G.; Masaoka, T.G.M.; Nitz, M.; Andreola, K. (2019) Aglomeração de proteínas vegetais em leite fluidizado: uso da polpa de açaí como ligante e análise das variáveis do processo. Anais do 11.º Seminário Mauá de Iniciação Científica. São Caetano do Sul, SP.
- Pietrysiak, 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
- Ré, M.I. (1998) Microencapsulation by Spray Drying, *Drying Technology: An International Journal*, **16**, 1195-1236.
- Saunders R.M. (1990) The properties of rice bran as a food stuff. *Cereal Food World*, **35**, 632- 636
- Schauss, A. G.; Wu, X.; Prior, R. L.; Ou, B.; Huang, D.; Owens, J.; Agarwal, A.; Jensen, G. S.; Hart, A. N.; Shanbrom, E. (2006). Antioxidant capacity and other bioactivities of the freeze-dried Amazonian palm berry, *Euterpe oleraceae* mart. (acai). *Journal of agricultural and food chemistry*, **54**, 8604–8610.
- Tan, H.S.; Salman, A.D.; Hounslow, M.J. (2006) Kinetics of fluidised bed melt granulation I: The effect of process variables. *Chemical Engineering Science*, **61**, 1585-1601.
- Tonon, R.; Brabet, C.; Hubinger, M. (2008) Influence of process conditions on the physicochemical properties of açaí (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced by spray drying. *Journal of Food Engineering*, **88**, 411-418.
- Turchiuli, C.; Eloualia, Z.; Mansouri, N. E.; Dumoulin, E. (2005) Agglomeration: Agglomerates shape and end-use properties. *Powder Technology*, **157**, 168 – 175.
- USP 37 (2014) Powder flow. United States Pharmacopeia. 37. ed. Rockville, MD, EUA.
- Victorino, B.R.; Castelli, G.G.; Manastarla, L.F.; Maki, V.N. (2020) Secagem da polpa de açaí em *Spray Dryer* utilizando diferentes carreadores. Instituto Mauá de Tecnologia. Trabalho de Conclusão de Curso. Engenharia Química. São Caetano do Sul, SP.