



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



**USO DE METODOLOGIAS ALTERNATIVAS NA SECAGEM DE
DIFERENTES MATERIAIS VISANDO A PRESERVAÇÃO DE
COMPOSTOS BIOATIVOS**

Neiton Carlos da Silva

Uberlândia-MG

2019



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA



PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

**USO DE METODOLOGIAS ALTERNATIVAS NA SECAGEM DE
DIFERENTES MATERIAIS VISANDO A PRESERVAÇÃO DE
COMPOSTOS BIOATIVOS**

Neiton Carlos da Silva

Orientadores:

Prof. Dr. Marcos Antonio de Souza Barrozo

Prof. Dr. Cláudio Roberto Duarte

**Tese de Doutorado submetida ao Programa
de Pós-Graduação em Engenharia Química
da Universidade Federal de Uberlândia
como parte dos requisitos necessários à
obtenção do título de Doutor em Engenharia
Química, área de Concentração de
Desenvolvimento de Processos Químicos.**

Uberlândia - MG

2019

Ficha Catalográfica Online do Sistema de Bibliotecas da UFU
com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).

S586 Silva, Neiton Carlos da, 1985-
2019 Uso de metodologias alternativas na secagem de
diferentes materiais visando a preservação de compostos
bioativos [recurso eletrônico] / Neiton Carlos da Silva. - 2019.

Orientador: Marcos Antonio de Souza Barrozo.
Coorientador: Cláudio Roberto Duarte.
Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Uberlândia,
Pós-graduação em Engenharia Química.

Modo de acesso: Internet.
Disponível em: <http://dx.doi.org/10.14393/ufu.te.2019.2066>

Inclui bibliografia.
Inclui ilustrações.

1. Engenharia química. I. Barrozo, Marcos Antonio de
Souza, 1961-, (Orient.). II. Duarte, Cláudio Roberto, 1975-,
(Coorient.). III. Universidade Federal de Uberlândia. Pós-
graduação em Engenharia Química. IV. Título.

CDU: 66.0

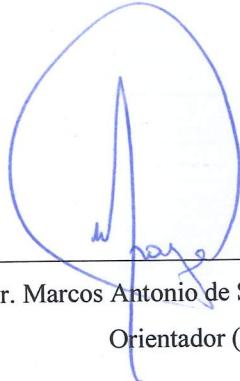
Bibliotecários responsáveis pela estrutura de acordo com o AACR2:

Gizele Cristine Nunes do Couto - CRB6/2091

Nelson Marcos Ferreira - CRB6/3074

TESE DE DOUTORADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
ENGENHARIA QUÍMICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA COMO
PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
DOUTOR EM ENGENHARIA QUÍMICA, EM 17 DE JUNHO DE 2019.

BANCA EXAMINADORA:



Prof. Dr. Marcos Antonio de Souza Barrozo
Orientador (PPGEQ/UFU)

Cláudio Roberto Duarte
Prof. Dr. Cláudio Roberto Duarte
Orientador (PPGEQ/UFU)

Carlos Henrique Ataíde
Prof. Dr. Carlos Henrique Ataíde
(PPGEQ/UFU)

Ricardo Corrêa de Santana
Prof. Dr. Ricardo Corrêa de Santana
(PPGEQ/UFU)

Beatriz Cristina Silvério
Prof. Dra. Beatriz Cristina Silvério
(ICTE/UFTM)

Thiago Taham
Prof. Dr. Thiago Taham
(IFTM/Campus Uberlândia)

Dedico este trabalho ao meu avô,
José Carlos da Silva – Zé Sanduíche
(*in memoriam*), cuja lembrança viverá para
sempre em nossos corações. Saudades eternas!

AGRADECIMENTOS

Muito feliz e realizado por estar completando mais essa etapa da minha vida acadêmica, venho aqui agradecer a todos que de alguma forma contribuíram para que eu atingisse essa conquista.

Agradeço primeiramente a DEUS, cuja presença em minha vida sempre foi fundamental em todos os momentos, me dando amparo, força, determinação e coragem para vencer todos os desafios. Agradeço ao Mestre Jesus, Nossa Senhora Aparecida e toda Espiritualidade Superior por me iluminarem em todos os meus caminhos desde sempre.

Agradeço aos meus pais Nilton e Irene, cujo amor incondicional e presença sempre constante me ajudaram a tomar as decisões corretas para chegar aqui. Vocês são meus maiores exemplos de caráter, honestidade, fé e humildade e gostaria que soubessem que essa vitória também é de vocês, que se sacrificaram tantas vezes para me dar o melhor.

À minha noiva Andreza pelo amor, carinho, compreensão e apoio que sempre teve por mim desde o momento que nos conhecemos. Você é meu porto seguro e eu tenho muita sorte de ter você em minha vida. Te amo 3000!

Agradeço aos meus grandes amigos Patrola, Rui, Daniel, Kaká, Rafaela, Vitão, Marcão e Ricardo pelos conselhos, orientações e companheirismo de sempre. #FamíliaAltamira.

Agradeço ao professor Marquinho, por sua orientação e auxílio em todos os momentos de meu Mestrado e Doutorado. Obrigado por toda confiança depositada e por acreditar sempre em meu potencial. Agradeço também ao professor Cláudio Duarte cujas contribuições e conselhos permitiram melhorar muito meu trabalho. Foi um privilégio poder trabalhar com vocês ao longo desses quase seis anos.

Aos professores Eloízio, Carlos Ataíde, Luís Gustavo, Lucienne, Érika, Ricardo Reis, Valéria, Humberto, Rubens e Ubirajara pelos ensinamentos e por compartilharem comigo suas experiências, as quais foram fundamentais para o bom desenvolvimento do meu Doutorado. Um agradecimento em especial à professora Marta Zotarelli, da UFU – Patos de Minas, cuja contribuição e ajuda foram determinantes para a realização do meu Doutorado, tanto durante os experimentos quanto na Qualificação.

Agradeço de coração à minha equipe de Iniciação Científica, cuja ajuda foi mais que fundamental para que esse trabalho acontecesse. Luís Victor, Cecília, Thaíse, Andressa, Isabelle, Thábata, Oscar e Ana Luísa, cada um de vocês contribuiu para que eu chegasse até aqui. Obrigado por confiarem na minha liderança e por me ensinarem tanto também, sendo os melhores amigos que eu pude ter nesse retorno à Uberlândia. Espero que o futuro de vocês seja repleto de bênçãos, sucesso e realizações.

À equipe do Laboratório de Separação de Particulados: Gláucia, Angélica, Priscila, Geraldo, Marcela, Lina, Isabela, João Paulo, Rodolfo, Rondinelli e Janaína pela ajuda, parceria e conselhos. Agradeço em especial à Gláucia, por estar sempre disposta a me ouvir e compartilhar seus aprendizados. Agradeço também à Marcela e Rodolfo pela ajuda nas simulações numéricas computacionais, que agregaram muito aos resultados obtidos. À “nova geração” do Laboratório: Larissa, Raphael, Ana Paula e Argileu desejo sucesso e muitas conquistas sempre.

Agradeço ao Humberto pela construção do secador rotatório e unidade de *refractance window* e pelos conselhos e auxílio sempre constantes para a boa operação e controle dos mesmos. Obrigado também à toda equipe da FEQUI/UFU: Cecília, Silvino, Ulisses, Roberta e Rafael pelo tempo desprendido e pelo auxílio em tantas atividades, análises, relatórios e experimentos.

Aos alunos de pós-graduação Flávia Fagundes, Davi Quintino e José Alair pela ajuda nas análises complementares de caracterização. Obrigado também à Professora Harumi e o técnico Roni, do Instituto de Química, pelo auxílio nas análises em DSC.

Agradeço à Brasil Vital e a microcervejaria Uberbrau pelo fornecimento da microalga *Spirulina platensis* e bagaço de malte. E aos meus pais, pelo camu-camu colhido em nosso sítio em Ibiá-MG.

Enfim, gostaria que todos vocês soubessem que essa conquista também é de vocês.

Muito obrigado por tudo!

*“Seja quem você for, seja qual for a posição que você tenha na vida,
tenha sempre como meta muita força, muita determinação
e sempre faça tudo com muito amor e com muita fé em Deus,
que um dia você chega lá. De alguma maneira você chega lá”.*

Ayrton Senna da Silva (1960-1994)

“Com DEUS todas as coisas são possíveis”
Mateus 19:26

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	i
LISTA DE TABELAS.....	v
RESUMO	vii
ABSTRACT	viii
1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	4
2.1 – Microalgas.....	4
2.1.1 – <i>Spirulina platensis</i>	6
2.1.1.1 – Morfologia.....	6
2.1.1.2 – Histórico	7
2.1.1.3 – Potencial.....	8
2.1.1.4 – Secagem de Spirulina	10
2.2 – Camu-camu	11
2.2.1 – Visão geral.....	11
2.2.2 – Potencial e Compostos Bioativos.....	12
2.2.3 – Secagem de Camu-camu	14
2.3 – Bagaço de Malte.....	14
2.3.1 – Visão geral.....	14
2.3.2 – Potencial e Compostos Bioativos.....	16
2.3.3 – Secagem de Bagaço de Malte.....	17
2.4 – Compostos Bioativos.....	18
2.4.1 – Compostos Fenólicos	19
2.4.2 – Flavonoides	20
2.4.3 – Ácido Cítrico	21
2.4.4 – Ácido Ascórbico.....	22
2.4.5 – Ficocianina	23
2.5 – Secagem	25
2.5.1 – Cinética de Secagem	26
2.5.2 – Atividade de Água.....	27
2.5.3 – Qualidade e Secagem	29
2.5.4 – Temperatura de transição vítreia	31
2.5.5 – Simulação Numérica	32
2.6 – Metodologias Alternativas de Secagem	33

2.6.1 – <i>Refractance Window</i> (RW)	34
2.6.1.1 – Visão geral.....	34
2.6.1.2 – Tipos de Equipamentos e Operação	36
2.6.1.3 – Processo de Transferência de Calor	37
2.6.1.4 – Trabalhos na Literatura	38
2.6.2 – Secador Rotatório com Recheio de Inertes (SRRI).....	39
2.6.2.1 – Secadores Rotatórios Convencionais	39
2.6.2.2 – Uso de Inertes.....	42
2.6.2.3 – O Secador Rotatório com Recheio de Inertes (SRRI)	44
2.6.3 – Infravermelho	46
2.6.4 – Micro-ondas	48
2.6.5 – Secagem Intermittente	50
2.6.5.1 – Definição	50
2.6.5.2 – Intermitência em micro-ondas e infravermelho	52
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	55
3.1 – Materiais Utilizados	55
3.1.1 – Microalga <i>Spirulina platensis</i>	55
3.1.2 – Camu-camu	56
3.1.3 – Bagaço de Malte.....	56
3.2 – Análises Realizadas.....	57
3.2.1 – Umidade e Atividade de Água (a_w)	57
3.2.2 – Densidade	58
3.2.3 – Cinzas.....	58
3.2.4 – pH.....	59
3.2.5 – Análises de Compostos Bioativos	59
3.2.5.1 – Teor de Fenólicos Totais (TPC)	59
3.2.5.2 – Teor de Flavonoides Totais (TFC)	60
3.2.5.3 – Acidez (ATT)	60
3.2.5.4 – Teor de Ácido Ascórbico (AA)	60
3.2.5.5 – Teor de Ficocianina (TF).....	61
3.3 – Metodologias de Secagem.....	61
3.3.1 – Cinética de Secagem	61
3.3.2 – Secagem por <i>Refractance Window</i> (RW).....	62
3.3.2.1 – Secagem da Spirulina em RW.....	63

3.3.2.2 – Secagem do Bagaço de Malte em RW	64
3.3.3 – Secador Rotatório com Recheio de Inertes (SRRI).....	65
3.3.3.1 – Unidade Experimental.....	65
3.3.3.2 – Condições Experimentais	68
3.3.3.3 – Variáveis Analisadas	68
3.3.3.4 – Secagem da Spirulina em SRRI	69
3.3.3.5 – Secagem do Camu-camu em SRRI	70
3.3.3.6 – Simulação Numérica	71
3.3.4 – Secagem por Infravermelho	71
3.3.5 – Secagem em Micro-ondas	72
3.3.6 – Secagem Intermitente.....	73
3.4 – Análises Complementares	74
3.4.1 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	74
3.4.2 – Temperatura de Transição Vítreia	74
3.4.3 – Otimização pelo Método de Evolução Diferencial	75
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	76
4.1 – <i>Spirulina platensis</i>	76
4.1.1 – Caracterização da <i>Spirulina platensis</i>	76
4.1.2 – Atividade de Água.....	79
4.1.3 – <i>Refractance Window</i> (RW)	80
4.1.3.1 – Considerações Gerais	80
4.1.3.2 – Experimentos Preliminares.....	81
4.1.3.3 – Planejamento Composto Central (PCC).....	85
4.1.4 – Secador Rotatório com Recheio de Inertes (SRRI).....	88
4.1.4.1 – Considerações Gerais	88
4.1.4.2 – Rendimento de Secagem	89
4.1.4.3 – Simulação Numérica Computacional.....	95
4.1.4.4 – Teor de Compostos Bioativos	100
4.1.4.5 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	104
4.1.5 – Infravermelho	106
4.1.5.1 – Considerações Gerais	106
4.1.5.2 – Cinética de Desidratação	108
4.1.5.3 – Teor de Compostos Bioativos	110
4.1.5.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	111

4.1.6 – Micro-ondas	112
4.1.6.1 – Considerações Gerais	112
4.1.6.2 – Cinética de Desidratação	113
4.1.6.3 – Teor de Compostos Bioativos	115
4.1.6.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	116
4.1.7 – Secagem Intermitente	117
4.1.7.1 – Considerações Gerais	117
4.1.7.2 – Secagem Intermitente por Infravermelho	118
4.1.7.3 – Secagem Intermitente por Micro-ondas	121
4.1.8 – Comparativo entre as Metodologias	123
4.2 – Camu-camu	126
4.2.1 – Caracterização da polpa do camu-camu	126
4.2.2 – Secagem do camu-camu em SRRI	128
4.2.2.1 – Considerações Gerais	128
4.2.2.2 – Rendimento de Secagem	129
4.2.2.3 – Teor de Compostos Bioativos	132
4.2.2.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	137
4.3 – Bagaço de Malte	140
4.3.1 – Caracterização do Bagaço de Malte	140
4.3.2 – Secagem do bagaço de malte por <i>Refractance Window</i> (RW)	142
4.3.2.1 – Considerações Gerais	142
4.3.2.2 – Experimentos Preliminares	143
4.3.2.3 – Planejamento Composto Central (PCC)	147
5. CONCLUSÕES	151
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	154
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	155
APÊNDICES	174
APÊNDICE A – Cálculo do Grau de Enchimento no SRRI	174
APÊNDICE B – Parâmetros de Simulação Computacional do SRRI em DEM	175
APÊNDICE C – Resultados obtidos para os Compostos Bioativos	177
A-C.1 - SECAGEM DA <i>SPIRULINA PLATENSIS</i>	177
A-C.2 - SECAGEM DO CAMU-CAMU	182
A-C.3 - SECAGEM DO BAGAÇO DE MALTE	183
APÊNDICE D – Reologia dos materiais secos em SRRI	184

A-D.1 – Microalga <i>Spirulina platensis</i>	184
A-D.2 – Camu-camu	186

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Cultivo de microalgas em tanques abertos (a) (https://www.cyanotech.com/spirulina-spirulina-process/) e fotobiorreatores (b) (GREENWELL et al., 2010)	5
Figura 2.2 – Microalga <i>Spirulina platensis</i> (http://www.herbslist.net/spirulina.html)	6
Figura 2.3 – <i>Dihé</i> (<i>Spirulina platensis</i>) coletado pelos <i>Kanembus</i> , na África (http://www.spirulinasource.com/spirulina/spirulina-farms/spirulina-ladies/)	7
Figura 2.4 – Camu-camu (<i>Myrciaria dubia</i>)	12
Figura 2.5 – Bagaço de malte (https://aterradacerveja.com.br/tag/bagaco-de-malte/) e sua origem no processo cervejeiro (MUSSATTO, 2007).....	15
Figura 2.6 – Estrutura química básica dos compostos fenólicos (SILVA, 2015)	19
Figura 2.7 – Estrutura química básica dos compostos flavonoides (SILVA, 2015)	20
Figura 2.8 – Estrutura química e aspecto visual do ácido cítrico (SILVA, 2015).....	21
Figura 2.9 – Estrutura química e aspecto visual do ácido ascórbico (SILVA, 2015)	22
Figura 2.10 – Estrutura química e aspecto visual da ficocianina (http://pt.binmeibio-es.com/info/phycocyanin-and-phycocyanobilin-from-spirulina-24439692.html)	24
Figura 2.11 – Atividade de água e reações envolvidas (Adaptado de CHEN & PATEL, 2008)	28
Figura 2.12 – Equipamentos de <i>refractance window</i> em escala industrial (<i>MCD Technologies</i>).....	35
Figura 2.13 – Aparatos experimentais de RW: a) Batelada (adaptado de ZOTARELLI et al. 2015) e b) Contínuo (adaptado de NINDO & TANG, 2007).....	36
Figura 2.14 – Exemplos de secadores rotatórios industriais (http://www.lippel.com.br/br/categorias/energia/queimadores-e-secadores-de-biomassa/secador-rotativo/secador-rotativo-para-secagem-de-biomassa-179.html).....	40
Figura 2.15 – Tipos comuns de suspensores em secadores rotatórios: (a) retos ou radiais, (b) ângulo reto, (c) angulares e (d) helicoidais (Adaptado de LISBOA, 2005).	41
Figura 2.16 – Mecanismo de secagem sobre partículas inertes (Adaptado de KUDRA & MUJUMDAR, 2009)	43
Figura 2.17 – Redistribuição de temperaturas observada por Kumar et al. (2014).....	53
Figura 3.1 – <i>Spirulina platensis</i> utilizada: (a) tanque de cultivo; (b) amostras disponibilizadas pela empresa; (c) amostras empacotadas; (d) aspecto visual do material.....	55
Figura 3.2 – Camu-camu (<i>Myrciaria dubia</i>) utilizado neste trabalho.....	56
Figura 3.3 – Bagaço de malte utilizado neste trabalho.....	57
Figura 3.4 – Estufa para análise de umidade (a) e analisador de a_w (b)	58
Figura 3.5 – Unidade de <i>refractance window</i> (RW): (a) Equipamento (b) Figura Esquemática	62
Figura 3.6 – Espalhamento das amostras de bagaço de malte no RW	64
Figura 3.7 – Secador Rotatório com Recheio de Inertes (SRRI)	65
Figura 3.8 – Figura Esquemática do Secador Rotatório com Recheio de Inertes (SRRI).....	66

Figura 3.9 – Tambor rotatório (a), suspensores (b) e sistema de conexão (c).....	67
Figura 3.10 – Inertes (a), ciclone <i>Stairmand</i> (b) e sistema de alimentação (c)	67
Figura 3.11 – Polpa de camu-camu utilizada na secagem em SRRI	70
Figura 3.12 – Secador por infravermelho.....	72
Figura 3.13 – Sistema de micro-ondas acoplado à balança.....	73
Figura 3.14 – Algoritmo do Método de Evolução Diferencial (Adaptado de SILVA, 2012).....	75
Figura 4.1 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da Spirulina <i>in natura</i> (a), com ampliações de 100 (b), 500 (c), 1500 (d), 4000 (e) e 10000 (f) vezes.	79
Figura 4.2 – Umidade <i>versus</i> atividade de água (a_w) da Spirulina	80
Figura 4.3 – Secagem da Spirulina em RW e aspecto final do produto obtido.....	80
Figura 4.4 – Fenômeno de <i>case hardening</i> observado na Spirulina durante a secagem por RW	81
Figura 4.5 – Cinética de Secagem em RW da Spirulina	82
Figura 4.6 – Teores de compostos bioativos para secagem da Spirulina em RW: (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT; (d) TF	83
Figura 4.7 – Compostos Bioativos para Secagem em RW (PCC): (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT; (d) TF	86
Figura 4.8 – Spirulina em pó produzida pelo SRRI	88
Figura 4.9 – Diferentes aspectos do tambor e inertes após a secagem em SRRI da Spirulina: Experimentos 1 (a), 23 (b), 19 (c) e 4 (d).....	91
Figura 4.10 – Efeito das varáveis de processo no Rendimento obtido no SRRI.....	93
Figura 4.11 – Velocidade das partículas inertes para um mesmo grau de Enchimento (E) e diferentes Rotações (R): 40 RPM (a) e 60 RPM (b)	96
Figura 4.12 – Número de colisões <i>versus</i> rendimento para a mesma condição de Enchimento (E = 15,0%) e Rotações distintas (R = 40 e 60 RPM).	97
Figura 4.13 – Velocidade das partículas inertes para uma mesma Rotação (R = 40 RPM) e diferentes graus de Enchimento (E): 15 % (a) e 27 % (b)	98
Figura 4.14 – Número de colisões <i>versus</i> rendimento para a mesma condição de Rotação (R = 40 RPM) e Enchimentos distintos (E = 15% e 27%).....	98
Figura 4.15 – Velocidade das partículas inertes para combinações de Enchimento e Rotações baixos (a) com a condição ótima (Experimento ED) (b)	99
Figura 4.16 – Número de colisões <i>versus</i> rendimento para combinações de Enchimento e Rotações baixos (E = 15% e R = 40 RPM) com a condição ótima (Experimento ED) (E = 27,9% e R= 66 RPM)	100
Figura 4.17 – Teor de Fenólicos Totais (TPC) na secagem em SRRI da Spirulina	101
Figura 4.18 – Teor de Flavonoides Totais (TPC) na secagem em SRRI da Spirulina	102
Figura 4.19 – Acidez Total Titulável (ATT) na secagem em SRRI da Spirulina	103
Figura 4.20 – Teor de Ficocianina (TF) na secagem em SRRI da Spirulina.....	103

Figura 4.21 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) para amostras de Spirulina <i>in natura</i> (imagem superior) e secas (imagem inferior) em SRRI (Exp. 25): ampliação de 500 (a); 1500 (b) e 4000 (c) vezes	105
Figura 4.22 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) para amostras secas em SRRI: condição central do PCC (0) <i>versus</i> condições extremas ($\pm \alpha$) 106	
Figura 4.23 – Spirulina seca por infravermelho em diferentes temperaturas: 65°C (a), 80°C (b) e 110°C (c). 107	
Figura 4.24 – Aspecto final do experimento em infravermelho à 50°C..... 108	
Figura 4.25 – Curvas de cinética da secagem por infravermelho da Spirulina 109	
Figura 4.26 – Teores de compostos bioativos na secagem por infravermelho da Spirulina: (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT e (d) TF 110	
Figura 4.27 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 4000 vezes para a Spirulina <i>in natura</i> (a) e seca em infravermelho à 65°C (b); 80°C (c); 95°C (d) e 110°C (e)..... 112	
Figura 4.28 – Spirulina seca em micro-ondas em diferentes potências: 280 W (a); 480 W (b); 600 W (c) e 800 W (d)..... 113	
Figura 4.29 – Curvas de cinética da secagem por micro-ondas da Spirulina..... 114	
Figura 4.30 – Teores de compostos bioativos na secagem por micro-ondas da Spirulina: (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT e (d) TF 115	
Figura 4.31 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 4000 vezes para a Spirulina <i>in natura</i> (a) e seca em micro-ondas à 200 W (b); 280 W (c); 480 W (d); 600 W (e) e 800 W (f).... 117	
Figura 4.32 – Teores de compostos bioativos na secagem intermitente da Spirulina por infravermelho: (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT e (d) TF..... 119	
Figura 4.33 – Teores de compostos bioativos na secagem intermitente da Spirulina por micro-ondas: (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT e (d) TF..... 122	
Figura 4.34 – Comparativo dos teores de compostos obtidas nas diferentes técnicas de secagem da Spirulina: (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT e (d) TF..... 125	
Figura 4.35 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) do camu-camu <i>in natura</i> (a), com ampliações de 100 (b), 250 (c), 500 (d), 1500 (e) e 4000 (f) vezes. 128	
Figura 4.36 – Camu-camu obtido inicialmente na secagem em SRRI e seu acúmulo nas estruturas internas do secador e nos inertes. 129	
Figura 4.37 – Camu-camu obtido no SRRI após a adição de maltodextrina 130	
Figura 4.38 – Teores de compostos bioativos na secagem de camu-camu em SRRI – Efeito da maltodextrina: (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT e (d) AA 133	
Figura 4.39 – Teores de compostos bioativos na secagem de camu-camu em SRRI – Efeito da Temperatura: (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT e (d) AA 135	
Figura 4.40 – Teores de compostos bioativos na secagem de camu-camu em SRRI – Efeito do Enchimento (E) e Rotação (R): (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT e (d) AA 136	

Figura 4.41 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 4000 vezes para a polpa de camu-camu <i>in natura</i> (a) e seca em SRRI à 70°C com 0% (a), 10% (c), 15% (d), 20% (e) e 30% (f) de maltodextrina.....	138
Figura 4.42 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 4000 vezes para a polpa de camu-camu <i>in natura</i> (a) e seca em diferentes Temperaturas: (b) 70°C; (c) 90°C e 110°C (d).....	139
Figura 4.43 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 1500 vezes para a polpa de camu-camu seca em diferentes Enchimentos (E): 21% (a); 28% (b); 35% (c) e Rotações (R): 55 RPM (d); 65 RPM (e); 75 RPM (f).	139
Figura 4.44 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) do bagaço de malte <i>in natura</i> (a), com ampliações de 50 (b), 100 (c), 500 (d) e 1000 (e) vezes.	142
Figura 4.45 – Secagem de bagaço de malte por RW e aspecto final do produto obtido	143
Figura 4.46 – Cinética de Secagem em RW do bagaço de malte.....	144
Figura 4.47 – Teores de compostos bioativos na secagem de bagaço de malte em RW: (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT; (d) AA	145
Figura 4.48 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 1000 vezes para o bagaço de malte <i>in natura</i> (a) e seco em RW à 60°C (b); 70°C (c) e 80°C (d).....	147
Figura 4.49 –Teores de compostos bioativos na secagem de bagaço de malte em RW (PCC): (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT; (d) AA	149
Figura A1 – Comportamento tensão vs deformação da microalga <i>Spirulina platensis</i>	184
Figura A2 – Viscosidade vs deformação da microalga <i>Spirulina platensis</i>	186
Figura A3 – Comportamento tensão vs deformação da polpa de camu-camu	186
Figura A4 – Viscosidade vs deformação da polpa de camu-camu	187
Figura A5 – Efeito de diferentes concentrações de maltodextrina na viscosidade da polpa de camu-camu	188

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 – Equações de cinética de secagem da Literatura.....	62
Tabela 3.2 – Planejamento composto central para a secagem da Spirulina por RW ($\alpha=1,414$)	64
Tabela 3.3 – Planejamento composto central para a secagem de bagaço de malte por RW ($\alpha=1,414$)	65
Tabela 3.4 – Planejamento composto central para secagem da Spirulina em SRRI ($\alpha=1,483$)	69
Tabela 3.5 – Secagem intermitente de Spirulina por infravermelho e micro-ondas: Experimentos realizados.....	73
Tabela 4.1 – Resultados de caracterização da microalga <i>Spirulina platensis</i>	76
Tabela 4.2 – Resultados dos testes preliminares da secagem da Spirulina em RW	81
Tabela 4.3 – Parâmetros obtidos pelo modelo de Midilli et al. (2002) na secagem da Spirulina por RW	83
Tabela 4.4 – Resultados da secagem da Spirulina por RW: PCC	85
Tabela 4.5 – Rendimento, umidade e a_w obtidos nos experimentos em SRRI da Spirulina.....	90
Tabela 4.6 – Experimentos de maiores e menores Rendimentos de Secagem no SRRI	91
Tabela 4.7 – Experimentos extras na secagem em SRRI da Spirulina.....	94
Tabela 4.8 – Secagem em infravermelho da Spirulina: umidade, a_w e tempo de secagem	108
Tabela 4.9 – Parâmetros obtidos pelo modelo de Midilli et al. (2002) na secagem por infravermelho da Spirulina	109
Tabela 4.10 – Secagem em micro-ondas da Spirulina: umidade, a_w e tempo de secagem.....	113
Tabela 4.11 – Parâmetros obtidos pelo modelo de Midilli et al. (2002) na secagem em micro-ondas da Spirulina	115
Tabela 4.12 – Secagem intermitente por infravermelho: umidade, a_w e tempo de secagem.....	118
Tabela 4.13 – Secagem intermitente por micro-ondas: umidade, a_w e tempo de secagem	121
Tabela 4.14 – Resultados da caracterização da polpa de camu-camu	126
Tabela 4.15 – Efeito da concentração de maltodextrina na secagem de camu-camu em SRRI.....	130
Tabela 4.16 – Efeitos da Temperatura (T) na secagem de camu-camu em SRRI.....	131
Tabela 4.17 – Efeitos do Enchimento (E) na secagem de camu-camu em SRRI.....	132
Tabela 4.18 – Efeitos da Rotação (R) na secagem de camu-camu em SRRI.....	132
Tabela 4.19 – Resultados de caracterização do bagaço de malte	140
Tabela 4.20 – Resultados dos testes preliminares da secagem de bagaço de malte por RW	143
Tabela 4.21 – Parâmetros obtidos pelo modelo de Midilli et al. (2002) na secagem do bagaço de malte em RW	145
Tabela 4.22 – Resultados da secagem de bagaço de malte por RW: PCC	148
Tabela A1 – Parâmetros de entrada do DEM.....	176

Tabela A2 – Condições de Simulação.....	176
Tabela A3 – Parâmetros do modelo reológico de Ostwald de Waele para a <i>Spirulina platensis</i>	185
Tabela A4 – Parâmetros do modelo reológico de Ostwald de Waele para o camu-camu.....	187

RESUMO

O uso de metodologias alternativas de secagem tem aumentado consideravelmente nos últimos anos, uma vez que as mesmas tendem a ser energeticamente eficientes, de impacto ambiental reduzido e geram produtos de qualidade superior quando comparadas às técnicas convencionais. Neste trabalho avaliou-se o uso de técnicas alternativas na secagem de três materiais que têm despertado recente atenção devido ao seu potencial de aproveitamento: a microalga *Spirulina platensis*, o camu-camu (*Myrciaria dubia*) e o bagaço de malte. Esses materiais foram submetidos à secagem por *refractance window* (RW), secador rotatório com recheio de inertes (SRRI), infravermelho e micro-ondas (de forma contínua e intermitente). Os efeitos das variáveis operacionais de cada método foram avaliados sobre o processo de remoção de umidade e nos teores de compostos bioativos (fenólicos totais, flavonoides totais, ácido cítrico, ácido ascórbico e ficocianina) presentes após a secagem. Analisando-se a secagem da Spirulina, o SRRI foi a metodologia que apresentou os melhores resultados, produzindo um produto em pó de bom aspecto visual, com elevados Rendimentos de Secagem e teores de compostos bioativos próximos aos encontrados no material *in natura*, desde que a secagem ocorra em condições adequadas de Temperatura, Intermitência, grau de Enchimento e Rotação. O uso do *refractance window* também apresentou bons resultados, obtendo-se elevados teores de bioativos na microalga em condições de temperaturas intermediárias e tempos de secagem por volta de seis horas. Entretanto, a Spirulina se mostrou altamente aderente ao filme utilizado, dificultando sua remoção ao término do processo. A secagem da microalga por infravermelho e micro-ondas, não foi eficiente, uma vez que reduziu consideravelmente os compostos presentes na mesma, mesmo com o uso da intermitência. O uso do SRRI na secagem do camu-camu se mostrou eficiente, desde que seja adicionada maltodextrina em concentrações específicas ao material, uma vez que o produto desidratado apresentou pegajosidade. Em condições adequadas de Temperatura, Enchimento e Rotação foi possível obter Rendimentos de Secagem e teores de bioativos satisfatórios. A secagem do bagaço de malte por RW também apresentou bons resultados, apesar da redução observada nos compostos bioativos, tornando-se uma alternativa interessante para o aproveitamento desse material.

Palavras-chave: Secagem, *Spirulina platensis*, camu-camu, bagaço de malte, compostos bioativos.

ABSTRACT

The use of alternative drying methodologies has increased considerably in recent years, since these techniques are energetically efficient, produce reduced environmental impact and materials with superior final quality when compared to conventional drying methods. In this work, we studied the use of alternative techniques in the drying of three materials that have attracted recently attention due their potential: the microalga *Spirulina platensis*, camu-camu (*Myrciaria dubia*), and brewer's spent grain. These materials were subjected to *refractance window* (RW) drying, rotary drying with inert bed (SRRI), infrared and microwave (continuous and intermittent) drying. The effects of the process variables of each method were evaluated on the moisture removal process and in the content of bioactive compounds (total phenolics, total flavonoids, citric and ascorbic acid, and phycocyanin) in the products after drying. Analyzing the drying of Spirulina, the SRRI was the best methodology, once we obtained a powder product with good appearance, high Drying Yields and content of bioactive compounds near those found in fresh microalga, since the process occurs under adequate conditions of Temperature, Intermittence, Filling Degree and Rotation. The microalga drying in RW also showed good results, obtaining high bioactive compounds content in conditions of intermediate temperatures and high drying times, as six hours. However, the Spirulina showed stickiness on the film surface, became difficult its removal after the drying. The use of infrared and microwave in drying of microalga reduced considerably the bioactive compounds present in the samples, even with the use of the intermittency method. The use of SRRI in the drying of camu-camu has proved to be efficient, if added in the process the maltodextrin on specific concentrations, since the dried product showed stickiness. Under suitable conditions of Temperature, Filling Degree and Rotation it was possible to obtain satisfactory Drying Yields and elevated bioactive compounds content. The brewer's spent grain drying in RW also showed good results, despite the reduction in bioactive compounds levels after drying, showing this method as an interesting alternative for the use of this material.

Keywords: Drying, *Spirulina platensis*, camu-camu, brewer's spent grain. bioactive compounds

Capítulo 1

INTRODUÇÃO

A demanda do mercado consumidor por produtos de qualidade, obtidos em processos energeticamente eficientes e que não coloquem em risco o meio ambiente, tem aumentado consideravelmente nos últimos anos. Dentro deste novo paradigma, diferentes processos de secagem têm sido estudados visando o desenvolvimento de metodologias alternativas para melhorar a eficiência dos processos, redução de custos e até mesmo o desenvolvimento de novos produtos (MOSES et al., 2014; SABLANI & RAHMAN, 2008).

Tais metodologias alternativas consistem em combinações inteligentes das tecnologias e conceitos já existentes, ou da aplicação de fenômenos ainda não devidamente explorados para secagem dos mais diversos materiais. Uma vez que seu desenvolvimento está atrelado à obtenção de materiais desidratados de alta qualidade e pouco impactados pelo processo de remoção de umidade, tais técnicas permitem um melhor aproveitamento de alimentos e resíduos de grande potencial, mas ainda pouco explorados industrialmente ou até mesmo desconhecidos pela população (CHEN, 2008; KUDRA & MUJUMDAR, 2007).

Dentre esses materiais de elevado potencial, tem-se a *Spirulina platensis*, uma espécie de microalga verde-azulada da família das cianofíceas, encontrada em regiões de altas temperaturas e incidência solar, a qual tem recebido recente atenção industrial devido às suas propriedades nutritivas e elevados teores de compostos benéficos à saúde (HABIB et al., 2008). A Spirulina tem em sua composição uma elevada quantidade de proteínas (de 55 a 70% em massa seca), além da presença de antioxidantes, vitaminas, minerais e pigmentos como a ficocianina, os quais podem ser utilizados no tratamento e prevenção das mais variadas doenças (DISSA et al., 2010; OLIVEIRA et al., 2010).

O camu-camu (*Myrciaria dubia*) é um fruto nativo da bacia amazônica, o qual tem despertado interesse de indústrias farmacêuticas internacionais devido aos seus elevados teores de antioxidantes, em especial a vitamina C, a qual pode ser encontrada em concentrações muito superiores às presentes em frutos como o limão, laranja e acerola. Apesar de seu grande potencial, o camu-camu ainda é conhecido apenas localmente, o que torna a busca de processos de aproveitamento do mesmo extremamente importante, seja na forma de polpa, sucos ou pó desidratado (NASCIMENTO & CARVALHO, 2012; RODRIGUES et al., 2001).

O bagaço de malte é um dos resíduos produzidos em maior quantidade pela indústria cervejeira, tendo como principal destinação o uso como alimentação animal ou o simples descarte, o que pode causar impactos ambientais consideráveis. Tal resíduo, apresenta em sua composição cascas e restos de sementes de malte de cevada, os quais apresentam elevados teores de fibras e proteínas, além da presença de compostos antioxidantes e vitaminas, que tornam a busca por um melhor aproveitamento desse material, seja na alimentação humana ou extração de compostos bioativos, mais que necessária (KUNZE, 2010; MUSSATTO et al., 2006).

Um ponto em comum desses três materiais apresentados é que os mesmos apresentam alta perecibilidade devido seus elevados teores de umidade, o que dificulta seu manuseio, transporte e armazenamento (SABLANI & RAHMAN, 2008). Ao mesmo tempo, as metodologias convencionais de secagem não têm conseguido processar esses materiais de forma eficiente, degradando seus compostos bioativos (como observado na secagem convectiva) ou originando produtos de alto custo final (como no caso da liofilização). Assim, o uso de metodologias alternativas na secagem dos mesmos torna-se mais que necessário, uma vez que esses materiais apresentam um grande potencial que não tem sido aproveitado adequadamente.

Dentre as técnicas alternativas que tem se popularizado recentemente, estudos de secagem por janela de refratância ou *refractance window* (RW) tem obtido resultados interessantes na desidratação dos mais diversos materiais, permitindo tempos e custos reduzidos e produtos de qualidade sensorial e nutritiva próximos aos obtidos na liofilização (CLARKE, 2004; NINDO & TANG, 2007). Outro secador alternativo é o secador rotatório com recheio de inertes (SRRI), o qual se utiliza de uma configuração não-convencional do secador rotatório para a secagem das mais variadas pastas e suspensões, mas cujos princípios de funcionamento e operação ainda tem informações bastante escassas na literatura ou no meio industrial (BURJAILI, 1996; HONORATO, 2006).

O uso de radiações eletromagnéticas como o infravermelho e micro-ondas tem se popularizado para secagem de diferentes produtos, aproveitando-se da eficiência energética e tempo reduzidos de processo que tais técnicas apresentam em relação aos métodos convencionais (GINZBURG, 1969; MASKAN, 2000). Entretanto, a secagem por tais metodologias, se não realizada em condições específicas, pode levar a degradação do material, reduzindo a qualidade do produto obtido (RATTI & MUJUMDAR, 2007; VADIVAMBAL &

JAYAS, 2010). Realizar a secagem por infravermelho e micro-ondas de forma intermitente, alterando-se as condições de processo periodicamente, pode ser uma alternativa para minimizar tal problema (CHUA & CHOU, 2005).

Assim, dentro do que foi exposto, esse trabalho tem como objetivo principal realizar a secagem da *Spirulina platensis*, camu-camu e bagaço de malte por *refractance window* (RW), secador rotatório com recheio de inertes (SRRI), infravermelho e micro-ondas (de forma contínua e intermitente) e avaliar os impactos dessas metodologias alternativas nos produtos finais obtidos. Como objetivos específicos do mesmo, podem-se citar:

- ✓ Avaliar o impacto das variáveis operacionais de cada metodologia de secagem no processo de remoção de umidade dos diferentes materiais estudados;
- ✓ Verificar os efeitos de cada metodologia nos teores de compostos bioativos (fenólicos totais, flavonoides totais, ácido cítrico, ácido ascórbico e ficocianina) presentes nos produtos obtidos e em comparação com os teores originalmente presentes nos materiais *in natura* (antes da secagem);
- ✓ Definir a melhor técnica alternativa para secagem da microalga Spirulina e a viabilidade do uso do SRRI e RW na secagem do camu-camu e bagaço de malte, respectivamente.

Capítulo 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo consta todo o levantamento bibliográfico realizado sobre os temas debatidos neste estudo. Dessa forma, serão apresentados inicialmente os materiais utilizados e o estado da arte de secagem dos mesmos (Seções 2.1, 2.2 e 2.3), além da importância dos compostos bioativos (Seção 2.4). Após isso, tem-se uma visão geral do processo de secagem e seus conceitos importantes (Seção 2.5) e então, serão detalhadas as metodologias alternativas de secagem usadas neste trabalho (Seção 2.6).

2.1 – Microalgas

As algas têm atraído recente interesse de pesquisadores devido sua composição física e química, seja para uso como suplemento alimentar ou matéria-prima de biocombustíveis. Existem mais de 127 mil espécies em todo o planeta, das quais cerca de 93% correspondem às microalgas (BENNAMOUN et al., 2015). Tais organismos constituem uma imensa população de indivíduos de estrutura celular simples, encontradas em todo mundo, não só em ambientes aquáticos, mas também na superfície de todos os tipos de solos. Suas espécies são reunidas em quatro grandes grupos: as algas verde-azuladas ou cianofíceas (*Chyanophyceae*); algas verdes ou clorófitas (*Chlorophyceae*); as algas pardas ou feófitas (*Phaephyceae*) e as algas vermelhas ou rodófitas (*Rhodophyceae*) (COSTA, 2014).

As microalgas são microrganismos heterogêneos, usualmente microscópicos, unicelulares ou multicelulares, coloniais ou filamentosos, coloridos e fotoautotróficos, podendo ser tanto procariôntes quanto eucariôntes. As algas verde-azuladas ou cianofíceas também são conhecidas como cianobactérias, apesar de sua organização celular procariótica ser mais complexa que a maioria das bactérias (OLAIZOLA, 2003). Tais organismos podem fixar o dióxido de carbono da atmosfera através de seus metabolismos fototróficos em uma eficiência muito maior que a das plantas terrestres, o que faz com que desempenhem um papel fundamental no ciclo de carbono do planeta, removendo o excesso de CO₂ do ambiente (CHEN et al., 2015; SHOW et al., 2013).

As microalgas também apresentam uma série de vantagens sobre as plantas terrestres, as quais pode-se citar: podem crescer em águas salinas ou contaminadas, necessitando menos

de água fresca; podem ser cultivadas no mar, em lagoas ou em regiões áridas, e assim não competir com culturas de alimentos nas terras férteis e mais facilmente acessíveis; crescem mais rapidamente que as plantas terrestres e algumas espécies podem acumular muito mais óleo que as plantas oleaginosas; podem produzir importantes subprodutos como proteínas, pigmentos, ácidos graxos insaturados, carotenoides e vitaminas, os quais podem ser usados como matéria-prima nas indústrias de alimentação animal e humana, cosméticos, combustíveis e farmacêuticos; convertem o CO₂ em biomassa com uma alta eficiência de utilização (em geral 1 g de biomassa seca é produzida absorvendo-se cerca de 1,83 g de CO₂ da atmosfera) (CHEN et al., 2015).

As microalgas podem ser produzidas em diversos sistemas de cultivo, com volume variando desde poucos até bilhões de litros. A maioria dos processos de produção ocorre em tanques abertos, com baixo ou nenhum controle ambiental (Figura 2.1a), os quais permitem uma boa produção de biomassa em larga escala. Recentemente, algumas microalgas têm sido cultivadas em equipamentos específicos chamados fotobiorreatores (Figura 2.1b), nos quais é possível controlar todos os parâmetros de cultivo e crescimento (como pH, temperatura e agitação), elevando a produtividade e a produção de certos compostos, além de auxiliar nas pesquisas científicas para aprimoramento das espécies para fins específicos (RICHMOND, 2004).

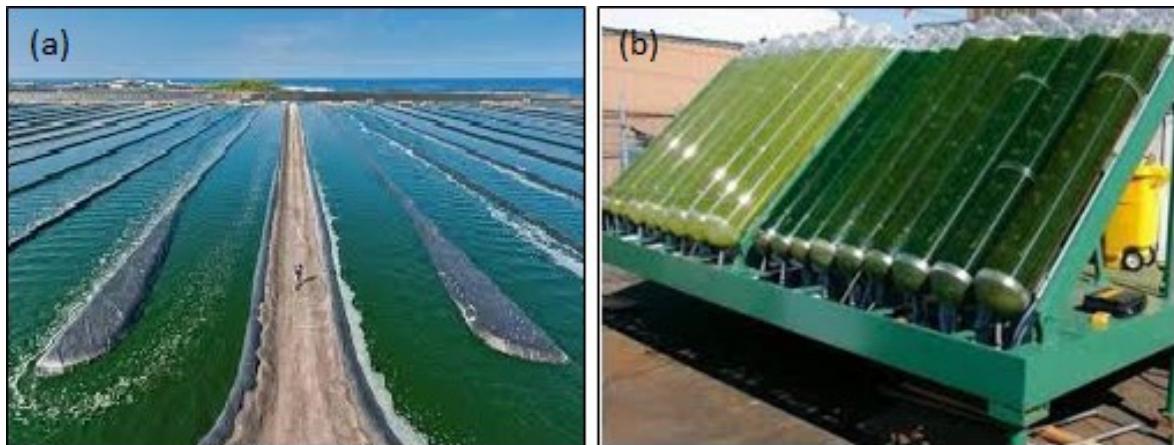


Figura 2.1 – Cultivo de microalgas em tanques abertos (a) (<https://www.cyanotech.com/spirulina/spirulina-process/>) e fotobiorreatores (b) (GREENWELL et al., 2010)

Apesar de todo potencial de uso, o aproveitamento da biomassa das microalgas passa por desafios devido a elevada presença de água, que dificulta a extração e conversão de produtos

de interesse em escala comercial. Em geral, a concentração de biomassa nos meios de cultivo de microalgas é de 0,1 a 1%, tornando a remoção dessa fração líquida extremamente necessária e um desafio ao processo. Mesmo que o uso de tecnologias de concentração como filtração, sedimentação, centrifugação, flotação e floculação sejam hábeis para facilitar o manuseio desse material, sua umidade ainda é alta suficiente para causar sua deterioração em poucas horas à temperatura ambiente. Assim, a secagem a um nível apropriado de umidade se faz necessária para converter esse material em uma forma estável e armazenável (CHEN et al., 2015).

2.1.1 – *Spirulina platensis*

2.1.1.1 – Morfologia

A *Spirulina platensis* é uma microalga fotossintetizante, multicelular e filamentosa do grupo das cianobactérias (ou algas azuis), que contém pigmentos como clorofila e carotenoides, assim como compostos fenólicos e flavonoides que podem atuar como antioxidantes naturais. Pode ser encontrada em água doce, salobra, pântanos, mares, lagoas e fontes termais. Águas salinas (concentração maior que 30 g/L) com alto pH (entre 8,5 – 11,0) favorecem o crescimento dessa microalga, principalmente onde há um bom índice de incidência solar (AGUSTINI et al., 2015; CIFERRI, 1983; HABIB et al., 2008).

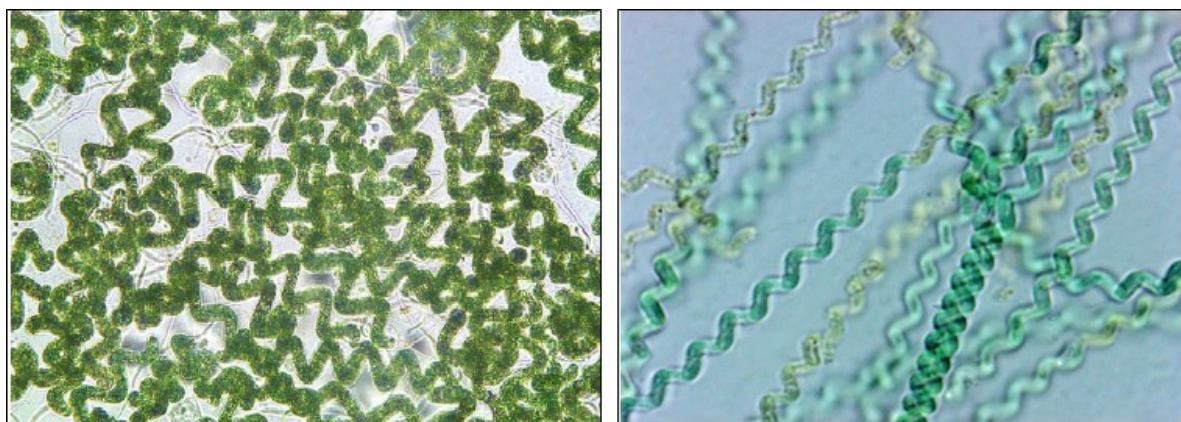


Figura 2.2 – Microalga *Spirulina platensis* (<http://www.herbslist.net/spirulina.html>)

Sob o microscópio, a Spirulina aparece com uma série de filamentos verde-azulados (chamados tricomas), compostos de células cilíndricas dispostas em forma de espiral alongada, característica essa responsável pela nomenclatura de seu gênero (Figura 2.2). Os tricomas apresentam comprimento que varia de 50 a 500 µm e diâmetros entre 1 e 12 µm. A parede

celular da Spirulina é flexível e macia, composta por açúcares, proteínas e polissacarídeos ao invés de celulose, o que facilita sua digestão e absorção, a qual pode ficar na faixa de 85 a 95% em seres humanos (CIFERRI, 1983; ESTRADA et al., 2001; HABIB et al., 2008).

A *Spirulina platensis* tem um curto ciclo de vida e uma alta taxa de crescimento específico. A forma como são arranjados seus filamentos facilita sua colheita e filtração, tornando viável sua produção e comercialização. Dentre os fatores que afetam o crescimento da sua biomassa têm-se: nutrientes, pH, temperatura, intensidade e distribuição luminosa e agitação. Tais fatores, se bem controlados, permitem uma boa produção dessa microalga, inclusive em escala comercial. É uma das microalgas mais utilizadas na alimentação humana, devido ao seu alto potencial nutritivo, seja como aditivo, ingrediente de formulações e/ou consumida diretamente (MELO, 2016).

2.1.1.2 – Histórico

A origem histórica do uso da Spirulina como alimento remonta ao século XVI, onde relatos feitos pelos conquistadores espanhóis afirmavam que os Astecas que viviam no Vale do México, na cidade de Tenochtitlán, coletavam um “novo tipo de alimento” diretamente das águas do lago Texcoco, denominado *tecuitlatl*, que nada mais era que Spirulina de ocorrência natural presente naquele lago salgado, localizado há mais de dois mil metros de altitude (CIFERRI, 1983; HABIB et al., 2008).



Figura 2.3 – *Dihé* (*Spirulina platensis*) coletado pelos *Kanembus*, na África (<http://www.spirulinasource.com/spirulina/spirulina-farms/spirulina-ladies/>)

A tribo dos *Kanembu* que vive nas margens do Lago Chade na África, consome há séculos o *dihé*, que nada mais é que Spirulina coletada diretamente das águas do Lago Chade

(Figura 2.3). Essa biomassa é coletada, filtrada em sacos de pano e deixada para secar no sol até formar pequenas tortas, as quais então são transportadas para a aldeia. Nessas tortas são misturados molhos de tomate e pimentão, os quais são derramados sobre painço, feijão, peixe ou carne e chegam a ser utilizadas em 70% das refeições (HABIB et al., 2008).

Entretanto, somente em meados dos anos de 1960, a partir dos estudos de pesquisadores europeus, que a Spirulina se popularizou pelo mundo, sendo cultivada artificialmente em larga escala em vários países e comercializada como alimento seguro para o consumo humano, sendo aprovada por vários órgãos governamentais, agências de saúde e outras associações em mais de 80 países (DESMORIEUX & DECAEN, 2005; HABIB et al., 2008). Atualmente, mais de 70% da Spirulina comercializada se destina ao consumo humano, principalmente para fins nutracêuticos (VONSHAK, 1997). No Brasil é aprovada como complemento nutricional pela Portaria nº 19 de 15/03/1995 da ANVISA, sendo assim um produto elaborado para complementar a dieta cotidiana (ANVISA, 1995).

A produção em nível comercial da Spirulina ocorre em tanques abertos ou na forma de estufa, que necessitam de um baixo investimento inicial. São mais produtivas sob temperaturas por volta de 30°C, valores alcalinos de pH, variando de 8 a 11, prevalecendo o uso de meio aquoso com concentrações salinas variando de 30 a 270 g/L, cujas principais fontes de carbono são os carbonatos e bicarbonatos, além da presença de fósforo e nitrogênio (nitratos) (CIFERRI, 1983). À nível de pesquisa ou visando maximizar algum composto de interesse, podem ser utilizados os fotobiorreatores, onde todas as condições de cultivo são controladas, maximizando um produto específico de interesse, por exemplo (HABIB et al., 2008).

2.1.1.3 – Potencial

A Spirulina apresenta um grande potencial devido as suas qualidades nutricionais e propriedades nutracêuticas. Essa microalga contém uma quantidade elevadíssima de proteínas, que pode chegar de 55 a 70% do seu peso em massa seca, incluindo todos os aminoácidos essenciais e pequenas quantidades de metionina, cistina e lisina (DISSA et al., 2010; HABIB et al., 2008). Sua biomassa possui elevado conteúdo de ácidos graxos polinsaturados, dentre os quais, é particularmente rica em ácido gama-linoleico, o que tem recebido recente atenção dos pesquisadores, já que o mesmo é componente do ômega-6, que é usado no tratamento e prevenção de uma série de doenças (DISSA et al., 2010; OLIVEIRA et al., 2010).

A ocorrência de compostos fenólicos em plantas está bem documentada, porém só recentemente tem sido investigado o papel dos mesmos em algas e microalgas. Estudos têm indicado que na Spirulina podem ser encontrados uma série desses compostos, dentre os quais podem ser citados os ácidos cafeico, clorogênico, salicílico, sináptico e trans-cinâmico, os quais agem individualmente ou sinergicamente com outros compostos antifúngicos e antioxidantes (COSTA, 2014; ESTRADA et al., 2001)

A Spirulina ainda possui cerca de 10 tipos de vitaminas (como A, E, K, B1, B2, B6 e especialmente a B12, sendo a fonte natural mais rica nessa vitamina) e minerais (potássio, ferro, cálcio, fosforo, manganês, cobre, zinco e magnésio). De seus pigmentos pode-se citar o betacaroteno, clorofila e a ficocianina que é um composto antioxidante e anti-inflamatório usado na indústria de cosméticos, farmacêutica e de pigmentos (DESMORIEUX & DECAEN, 2005; DISSA et al., 2010; ESTRADA, et al., 2001)

Segundo a *Food and Drug Administration* (FDA), a Spirulina é considerada um alimento GRAS (*Generally Accepted as Safe*) por não apresentar toxicidade ao ser consumida, desde que respeitado limite de ingestão diária de até 1,6 g/dia, conforme estabelecido pela ANVISA (ANVISA, 1999), sendo assim permitida também como suplemento alimentar e no desenvolvimento de alimentos funcionais (SILVA, 2017). Dessa forma, essa microalga vem sendo usada no combate à desnutrição infantil em países em desenvolvimento, como Chade e Burkina Faso. Na Europa, é usada para tratamentos terapêuticos, efeitos dietéticos e na alimentação de astronautas, sendo adotada pela Agência Espacial Europeia devido ao seu alto teor de proteína (DESMORIEUX & DECAEN, 2005; DISSA et al., 2010). Entretanto, a popularização do uso da Spirulina como alimento ainda apresenta algumas restrições, uma vez que seu consumo em muitos locais ainda é totalmente focado na forma de cápsulas ou pó e sua cor verde acaba se realçando nos alimentos, dificultando sua aceitação (DESMORIEUX & DECAEN, 2005).

Além do uso como alimento, a cultura da Spirulina é interessante para os mais variados fins comerciais, tais como sua utilização como material adsorvente de metais pesados, no tratamento de águas residuais e como fonte de metabólitos ativos na indústria farmacêutica e cosmética. Estudos demonstraram sua eficiência no tratamento de alergias, anemia, câncer, hepatotoxicidade, doenças virais e cardiovasculares, hiperglicemia e processos inflamatórios (KEPEKÇİ & SAYGİDEGER, 2012).

2.1.1.4 – Secagem de Spirulina

Assim como as outras espécies de microalga, a Spirulina em sua forma *in natura*, apresenta uma alta tendência à degradação, justificada pelos seus elevados teores de água. Ao ser mantida por um certo tempo à temperatura ambiente, a biomassa úmida acaba sendo utilizada por bactérias e inicia sua degradação devido a composição química da microalga (DOKE JR, 2005). Dessa forma, um método de preservação se torna necessário para um melhor aproveitamento desse material, destacando-se a secagem (COSTA et al., 2016; DESMORIEUX & DECAEN, 2005; DISSA et al., 2010; OLIVEIRA et al., 2008; SILVA, 2017).

A secagem da Spirulina pode constituir aproximadamente 30% do custo total de produção da mesma. Os métodos tradicionais para processar a biomassa úmida da Spirulina são secagem convectiva, *spray-drying*, liofilização e secagem solar (DESMORIEUX & DECAEN, 2005; DISSA et al., 2010; OLIVEIRA et al., 2009). Dentre os trabalhos mais recentes encontrados na literatura, a maioria tem se focado em uma dessas metodologias, abrindo a oportunidade para explorar metodologias alternativas visando melhorar o processo de secagem dessa microalga e seu consequente aproveitamento, como foi realizado neste trabalho.

Desmorieux e Hernandez (2004) secaram a Spirulina por diferentes metodologias, visando identificar o método mais adequado para tal. Foram avaliadas a secagem convectiva, por infravermelho, *spray-drying* e liofilização e seus efeitos nas proteínas e açúcares presentes na microalga, dentre os quais a liofilização se mostrou o método de maior retenção desses compostos. Desmorieux e Decaen (2005) estudaram a cinética da secagem convectiva de Spirulina em camada fina, variando a temperatura e velocidade do ar, além de avaliar as isotermas de sorção em diferentes temperaturas (de 25 a 40°C).

Desmorieux et al. (2010) analisaram os efeitos da secagem convectiva da Spirulina, verificando a evolução nas dimensões, encolhimento, enrugamento e porosidade ao longo do processo, para o material em forma de cilindros de diferentes diâmetros e camadas de espessura variável. Estudo semelhante foi realizado por Dissa et al. (2010), que avaliaram o mesmo efeito em cilindros de Spirulina de diferentes diâmetros.

Oliveira e colaboradores realizaram uma série de trabalhos avaliando o efeito de diferentes metodologias de desidratação na cinética de secagem e no teor de compostos bioativos da Spirulina. Oliveira et al. (2008) avaliaram o conteúdo de ficocianina e a solubilidade da microalga desidratada em secador de bandejas e jorro. Oliveira et al. (2009) analisaram os efeitos da temperatura do ar e da carga de material na solubilidade das amostras

em secagem em bandejas. Oliveira et al. (2010) estudaram a otimização da secagem em bandeja da Spirulina em função das concentrações de ácido tiobarbitúrico (TBA) e ficocianina.

Agustini et al. (2015) e Nakagawa et al. (2016) verificaram os efeitos da secagem convectiva nos teores de compostos bioativos presentes na Spirulina, tais como flavonoides, fenólicos e ficocianina. Em ambos os trabalhos, foi observado que seria possível obter uma boa retenção desses compostos se os processos fossem conduzidos às temperaturas inferiores a 50°C. Já Costa et al. (2015 e 2016) realizaram a secagem de Spirulina usando bomba de calor, um método alternativo que realiza a remoção de umidade em temperaturas inferiores às tradicionalmente usadas, devido a desumidificação do ar. Os autores observaram uma boa retenção de bioativos e uma redução de tempos de processo, desde que o mesmo seja realizado também à baixas temperaturas, na ordem de 50°C.

Melo (2016) avaliou a cinética da secagem convectiva da Spirulina em bandejas, avaliando o efeito da temperatura e a difusão no processo. Já Silva (2017) desenvolveu um secador solar de exposição indireta para a secagem da *Spirulina platensis*, o qual podia operar tanto com convecção natural ou forçada. O autor verificou os efeitos das variáveis de processo (tipo de convecção, vazão de ar e carga de material) na cinética de secagem e nos teores de compostos bioativos, além de determinar a eficiência energética e térmica do secador.

2.2 – Camu-camu

2.2.1 – Visão geral

O camu-camu (*Myrciaria dubia*), também conhecido como camocamo, caçari ou araçá d’água, é uma fruta nativa amazônica, ocorrendo naturalmente em áreas alagadas nas margens de rios e lagos na Amazônia Peruana, Brasileira, Colombiana, Venezuelana e da Guiana Inglesa. Seu cultivo ainda é bastante incipiente, sendo considerada ainda não domesticada. Entretanto, apresenta grande potencial de exploração comercial devido à presença de elevados teores de compostos bioativos, em especial a vitamina C, o que fez com que nos últimos anos pesquisadores peruanos e brasileiros tenham buscado seu melhoramento genético para cultivo em terra firme e em larga escala (NASCIMENTO & CARVALHO, 2012; RODRIGUES et al., 2001).

O camucamuzeiro é do tipo arbustivo, podendo atingir de 3 a 6 metros de altura, sendo que a espécie ocorre nas margens dos rios e lagos, ao longo de cursos d’água, portanto em solos

que ficam inundados de 3 a 9 meses no ano, ricos em matéria orgânica (Figura 2.4). A floração ocorre de dezembro a fevereiro e a produção de frutos de março a maio. Os frutos são arredondados do tipo baga globosa, de cor vermelho-escura até púrpura ao amadurecer, com tamanho variados entre 2 e 4 cm de diâmetro e massa média variando de 8 a 10 g, contendo em média de uma a três sementes por fruto (NASCIMENTO & CARVALHO, 2012; RODRIGUES et al., 2001).



Figura 2.4 – Camu-camu (*Myrciaria dubia*)

O maior produtor desse fruto é o Peru, sendo que o maior volume de camu-camu comercializado é proveniente de áreas de população nativas, onde os frutos são colhidos manualmente nas suas áreas de ocorrência natural, nas épocas das cheias dos rios, usando-se canoas. No mercado externo, as propriedades do camu-camu despertam interesse econômico e científico das indústrias farmacêuticas, colocando-o em um patamar de grande potencial econômico. Os Estados Unidos já importam camu-camu da América do Sul visando a produção de tabletas de vitamina C natural, com o nome comercial de *camu-plus* (NASCIMENTO & CARVALHO, 2012; RODRIGUES et al., 2001).

2.2.2 – Potencial e Compostos Bioativos

O camu-camu apresenta uma concentração de vitamina C cerca de 20 vezes maior que a encontrada em acerola e 100 vezes maior que a presente no limão, podendo atingir 5 g de vitamina para cada 100 g de polpa. Dessa forma o fruto é considerado poderoso antioxidante, atuando na eliminação de radicais livres e retardando o envelhecimento (AZEVEDO et al., 2014; CHIRINOS et al., 2010; RODRIGUES et al., 2001). Entretanto, o seu sabor fortemente

ácido e o fato de não ser tão adocicada como outras frutas populares acaba por desencorajar seu consumo *in natura* (FUJITA et al., 2013; SILVA et al., 2005). Vidigal et al. (2011) verificaram uma baixa aceitação do suco de camu-camu em uma avaliação sensorial com cerca de 100 pessoas, mesmo os avaliados tendo sido previamente informados dos benefícios à saúde da ingestão do fruto.

Assim, apesar de localmente ser comercializado na forma de frutos frescos, a maior parte do camu-camu produzido é processado para produção de polpa, extrato e sucos ou para ser adicionado em outros alimentos, sendo exportado principalmente para Japão, Estados Unidos e União Europeia. A polpa é utilizada na produção de sucos, sorvetes, vinho, néctares, concentrados, licor, geleia e doces, assim como em fixadores de sabor em tortas e sobremesas (AKTER et al., 2011; AZEVÉDO et al., 2014; CHIRINOS et al., 2010; RODRIGUES et al., 2001).

No Brasil, o camu-camu é consumido localmente, mas mantém perspectivas promissoras para aproveitamento agroindustrial. A produção de derivados do camu-camu ainda é pequena (cerca de 20 ton/ano ao preço de 4 a 10 dólares por quilo – dados de 2014) e a principal destinação é o mercado externo. O fruto ainda é desconhecido e pouco explorado no mercado interno brasileiro (CHIRINOS et al., 2010; FUJITA et al., 2013).

Além do elevado teor de vitamina C, o camu-camu é uma fonte promissora de vários outros compostos bioativos, os quais podem ser usados para retardar ou prevenir várias doenças cardiovasculares e até mesmo câncer. Diferentes tipos de compostos fenólicos e flavonoides, como flavanois, flavonóis, flavanonas e antocianinas são encontrados nesse fruto, além da presença de betacaroteno. O pó do camu-camu, na forma em que é comercializado, apresenta altas propriedades antioxidativas e anti-inflamatórias, superiores até mesmo aos comprimidos de vitamina C pura, podendo ser adicionado aos alimentos para aumentar seus teores de compostos bioativos (AKTER et al., 2011; ZANATTA et al., 2005).

A polpa do camu-camu é de baixo valor energético, contendo pouca quantidade de proteínas e lipídeos, além de ser ácida com pH de 2,3 a 3,5. É também uma boa fonte de minerais com elevadas concentrações de potássio, cálcio, zinco, ferro, magnésio, manganês e cobre. Glicose e frutose são seus principais açúcares. Apresenta variados tipos de aminoácidos como a serina, valina, leucina, prolina, fenilalanina e alanina. Ácido cítrico, isocítrico e málico também foram identificados em seus frutos. Dentre os ácidos graxos pode-se citar o esteárico, oleico e gama- e alfa-linoleico. (AKTER et al., 2011; SILVA et al., 2006).

2.2.3 – Secagem de Camu-camu

O camu-camu é altamente perecível o que torna seu transporte e aproveitamento mais complexo e caro. Entretanto, a maioria dos estudos presentes na literatura buscam mais avaliar a presença e extração dos bioativos (CHIRINOS et al., 2010; ZANATTA et al., 2005) do que especificamente o processo de secagem e o efeito das condições da mesma no material obtido, o que torna o estudo desse processo bastante interessante e ainda pouco explorado.

Dentre os trabalhos com secagem de camu-camu, pode-se citar o de Silva et al. (2005) que avaliaram a cinética de degradação térmica do ácido ascórbico em fatias de camu-camu desidratadas em secador de bandeja à diferentes temperaturas. Fujita e colaboradores avaliaram a desidratação de polpa de camu-camu em leito de jorro (FUJITA et al., 2013) e *spray-dryer* (FUJITA et al., 2017), verificando os efeitos das condições de secagem nos teores de compostos bioativos em comparação com a polpa *in natura* e liofilizada. Em ambos os trabalhos, as técnicas utilizadas levaram à uma degradação dos compostos bioativos maior que a liofilização, apesar dos mesmos ainda possuírem um teor considerável para seu aproveitamento.

Azevêdo et al. (2014) investigaram as características físico-químicas, os teores de bioativos e o potencial antidiabético e antimicrobiano de resíduos de despolpamento de camu-camu *in natura* e secos por ar quente (secador de bandejas) e liofilização. Assim como Fujita al. (2013 e 2017), o uso do ar quente degradou os bioativos das amostras em relação a liofilização, reforçando a necessidade da busca por uma metodologia alternativa que possibilite aproveitar da melhor maneira o camu-camu em larga escala.

2.3 – Bagaço de Malte

2.3.1 – Visão geral

O bagaço de malte é o principal subproduto da indústria cervejeira, representando cerca de 85% do total de subprodutos gerados por esse processo produtivo. Geram-se cerca de 20 kg de bagaço de malte para cada 100 litros de cerveja produzidos, o que é uma quantidade extremamente elevada de um material que comumente é descartado, mas apresenta um potencial elevado de aproveitamento, principalmente devido à presença de fibras, proteínas e compostos bioativos (KUNZE, 2010; LYNCH et al., 2016; MUSSATTO et al., 2006).

O bagaço de malte é produzido na etapa de brassagem do processo cervejeiro, mais especificamente na mosturação (Figura 2.5). O mosto, nada mais é que a mistura de malte moído e água que é aquecida de forma controlada (temperatura aumentada lentamente e em rampas de repouso, geralmente de 37 a 78°C) com o intuito de promover a hidrólise enzimática dos constituintes do malte, principalmente o amido, em açúcares fermentescíveis. Após a mosturação, o mosto é filtrado, sendo que a fração líquida é usada como meio de fermentação para produção da cerveja e a fração residual sólida, denominada bagaço de malte, é então descartada do processo (KUNZE, 2010; MUSSATTO et al., 2006). Esse processo acaba sendo bastante seletivo, uma vez que remove apenas os nutrientes do malte necessários para produção de mosto, deixando proteínas insolúveis, resíduos de parede celular, cascas e pericarpo de malte na forma de bagaço (MUSSATTO et al., 2006).

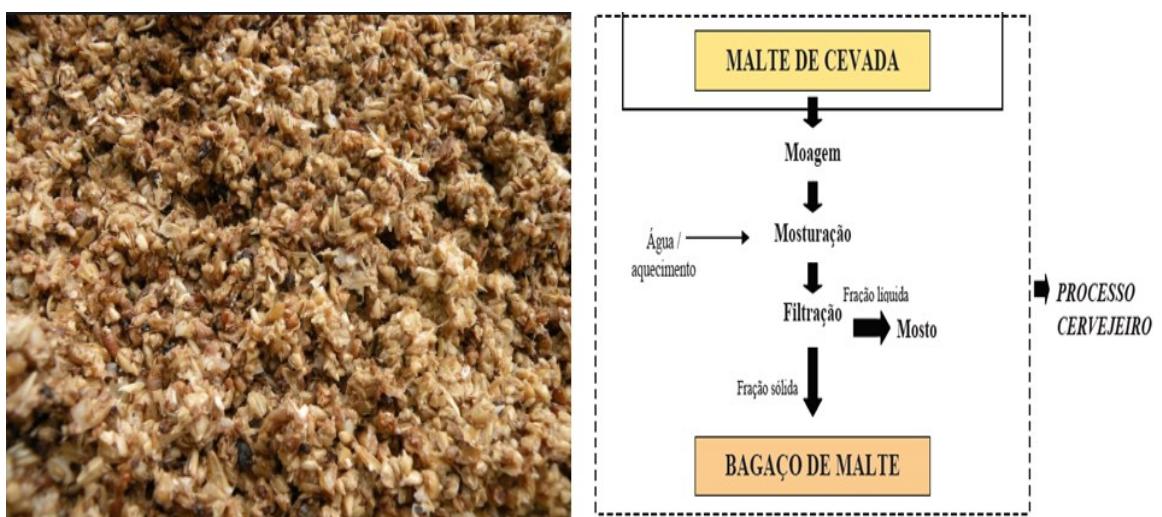


Figura 2.5 – Bagaço de malte (<https://aterradacerveja.com.br/tag/bagaco-de-malte/>) e sua origem no processo cervejeiro (MUSSATTO, 2007)

O bagaço de malte é um material disponível à baixo ou nenhum custo o ano todo e é produzido em larga escala por todas as cervejarias, das industriais às artesanais. A principal destinação desse material tem sido a alimentação animal ou o simples descarte, que pode ocasionar sérios impactos ambientais, dependendo da forma como é realizado. Entretanto, seus altos teores de proteínas e fibras e a presença de compostos bioativos o torna atrativo para nutrição humana, possibilitando assim um melhor aproveitamento (MUSSATTO et al., 2006; SANTOS et al., 2003).

2.3.2 – Potencial e Compostos Bioativos

O bagaço é basicamente um material lignocelulósico, cuja composição química irá variar conforme a variedade de cevada usada, condições de cultivo (solo e clima, dentre outras), processo de malteação, condições de mostura e a qualidade e tipo de adjuntos adicionados ao processo cervejeiro. Entretanto, de forma geral, o bagaço irá se consistir basicamente de cascas, pericarpo e restos de sementes que cobriam originalmente o grão de cevada maltada, os quais são ricos em celulose, polissacarídeos não-celulósicos e lignina, podendo conter também algumas proteínas e lipídeos. Por estarem mais concentrados na casca do malte, a maioria dos compostos polifenólicos acabam se concentrando no bagaço também. Tais compostos têm recebido recente atenção devido aos seus potenciais benefícios à saúde (LYNCH et al., 2016; MUSSATTO et al., 2006).

Os principais constituintes do bagaço incluem fibras (30–50% em peso) e proteínas (19–30% em peso), componentes básicos da dieta humana que tornam esse material muito atrativo para melhorar o valor nutricional dos alimentos (LYNCH et al., 2016). Altas quantidades de minerais como cálcio, magnésio, silício e fósforo também estão presentes no bagaço, assim como vitaminas do tipo E e do complexo B como B1, B2, B3, B5, B6, B7, B8 e B9. A presença de aminoácidos como leucina, valina, alanina, serina, glicina, ácido glutâmico e aspártico também foi verificada nesse material (MUSSATTO et al., 2006). Dentre os compostos antioxidantes, o bagaço apresenta flavonoides, taninos, proantocianidinas e ciositins amino-fenólicos. Estudos já encontraram interessantes compostos fenólicos no mesmo, em destaque para os ácidos hidroxicinâmicos como o ácido ferúlico e p-cumárico, dentre outros (MENESES et al., 2013).

Dentre alguns aproveitamentos possíveis desse material, pode-se citar seu uso na nutrição animal, sua principal aplicação até o momento. Podendo ser usado tanto úmido quanto seco, o bagaço de malte tem mostrado um aditivo interessante à ração de ruminantes, impactando positivamente na produção leiteira, sem efeitos colaterais aos animais. Já para alimentação humana, seu baixo custo e alto valor nutritivo tem despertado interesse do uso da farinha do bagaço na produção de pães, bolos, biscoitos e *snacks*. A adição de 10% da farinha na produção de pães aumenta em cerca de 50% e 10% os teores de proteínas e aminoácidos essenciais, respectivamente. Entretanto, surgem algumas limitações no uso dessa farinha como aditivo proteico ou substituto das farinhas convencionais, devido a sua cor e sabor. Além dos seus altos teores de proteínas e fibras, o bagaço é reconhecido por favorecer o trânsito intestinal,

acelerar a excreção de colesterol e gordura do metabolismo e pode ser uma opção interessante no combate à desnutrição em países pobres (MUSSATTO et al., 2006).

Outras alternativas no uso do bagaço são a produção de energia por combustão direta, produção de biogás, pirólise para produção de carvão e adsorventes, e até mesmo na fabricação de tijolos e papel. Bagaço de malte tem sido enzimaticamente tratado para extração de compostos de alto valor agregado, como pentoses (xilose e arabinose) e ácidos hidroxicinâmicos (como o ácido ferúlico), de potencial uso industrial. Há ainda relatos de uso em processos biotecnológicos, aproveitando o bagaço como substrato para o cultivo de microrganismos e produção de enzimas. (MUSSATTO et al., 2006; SANTOS et al., 2003).

2.3.3 – Secagem de Bagaço de Malte

Devido ao seu alto teor de umidade e a presença de açúcares fermentescíveis, o bagaço é extremamente instável e sujeito a se deteriorar muito rapidamente devido à atividade de microrganismos. Dessa forma a secagem surge como uma alternativa interessante tanto na preservação quanto na redução do volume de resíduo, barateando seu transporte e armazenamento (LYNCH et al., 2016; SANTOS et al., 2003). Lynch et al. (2016) afirmaram inclusive que é sugerido que o teor de umidade para armazenamento seja inferior a 10% para prolongar seu tempo de vida útil.

Dentre os métodos de secagem relatados na literatura, têm-se trabalhos usando secagem em estufa, liofilização e até mesmo vapor superaquecido. Desses, a liofilização foi considerada inviável devido ao seu alto custo. A secagem em estufa apresentou os melhores resultados desde que conduzida a temperaturas inferiores à 60°C, pois acima dessas podem ser liberados odores indesejáveis e até mesmo ocorrer a carbonização do material. Entretanto, tais temperaturas acabam por ocasionar tempos elevados de secagem, dificultando o processo (LYNCH et al., 2016; MUSSATTO et al., 2006; SANTOS et al., 2003).

Santos et al. (2003) verificaram, ao secar diferentes lotes de bagaço em estufa e liofilizador, que os teores de proteínas, gorduras, cinzas e fenólicos totais foram bem próximos nos dois métodos, reforçando o uso da estufa por ser um método mais barato e eficiente. Este resultado não é observado em vários outros alimentos, onde a liofilização se destaca pela alta retenção de bioativos. Tang et al. (2005) e Stroem et al. (2009) propuseram o uso de vapor superaquecido como um método alternativo para secagem do bagaço em diferentes

equipamentos, visando aumentar a taxa de secagem, reduzir o desperdício de energia que ocorre nas secagens por ar quente, além de eliminar o risco de superaquecimento e perda de voláteis.

Em uma análise global da literatura, observa-se uma quantidade muito restrita de trabalhos avaliando a secagem do bagaço por metodologias alternativas e seu impacto no material, o que potencializa os objetivos desse estudo para um melhor uso desse resíduo.

2.4 – Compostos Bioativos

A *Academy of Nutrition and Dietetics* dos Estados Unidos define como alimentos funcionais, sejam eles alimentos comuns, modificados ou ingredientes alimentares, aqueles que são potencialmente saudáveis, uma vez que, além de nutrir, proporcionam algum benefício à saúde devido a presença de substâncias que auxiliam em funções específicas do corpo em sua composição, os chamados compostos bioativos. Tais compostos, os quais formam um conjunto heterogêneo de substâncias composto por vitaminas, minerais, pigmentos e enzimas, atuam como moduladores de processos metabólicos, melhorando a saúde, prevenindo doenças degenerativas e/ou retardando o envelhecimento celular precoce (CROWE et al., 2013; HASLER, 1998).

Entre os compostos bioativos destacam-se as substâncias antioxidantes, que ajudam a proteger o organismo humano contra o estresse oxidativo, o qual gera excesso de radicais livres que podem causar alterações no DNA, doenças cardiovasculares, degenerativas e neurológicas. Um antioxidante pode ser definido então, como qualquer substância que, quando presente em baixas concentrações comparadas à de substrato oxidável, retarda significantemente ou inibe a oxidação do mesmo. Recentemente, tem surgido um grande interesse no uso de compostos antioxidantes em suplementos nutricionais. Dietas recomendam uma alta ingestão de alimentos ricos em antioxidantes, dos quais frutas e vegetais são as principais fontes. Chá, café, vinho são outras fontes interessantes (DIPLOCK et al., 1988; SHAHIDI et al., 1992).

Nos tópicos a seguir são apresentados, em detalhes, as características dos compostos bioativos que foram avaliados neste trabalho e que são encontrados nos materiais estudados (Spirulina, camu-camu e bagaço de malte).

2.4.1 – Compostos Fenólicos

Os compostos fenólicos e polifenólicos constituem um amplo grupo de substâncias consideradas metabólitos secundários das plantas, com diferentes estruturas químicas e atividades, englobando mais de 8000 compostos distintos. A distribuição dos compostos fenólicos nos tecidos e células vegetais varia consideravelmente de acordo com o tipo de composto químico, situando-se no interior das células e na parede celular. Esses compostos contribuem para qualidades sensoriais, como cor, sabor e aroma de frutas, vegetais frescos e seus produtos. Além disso, muitos fenólicos têm despertado recente atenção devido as suas atividades antioxidante, antialérgicas, anticarcinogênicas, antimicrobianas, dentre outras (KIM et al., 2003; ROSS & KASUM, 2002).

Quimicamente, os compostos fenólicos são substâncias que possuem um anel aromático com um ou mais grupos hidróxidos (Figura 2.6), incluindo derivados funcionais e cuja síntese não ocorre na espécie humana. Variam desde moléculas simples, como ácidos fenólicos, até compostos altamente polimerizados, como os taninos. Estes compostos podem ser classificados em função do número de anéis de fenol que contêm e dos elementos estruturais que ligam estes anéis (MANACH et al., 2004; SOARES et al., 2008), sendo distribuídos em quatro grandes grupos: 1) ácidos fenólicos derivados de ácidos hidroxibenzoicos, como ácido gálico e ácido hidroxicinâmico; 2) flavonoides, os quais incluem flavonas, isoflavonas, flavanonas, antocianidinas e flavonóis; 3) estilbenos, cujo representante mais conhecido é o resveratrol; 4) taninos, que são divididos em galotaninos e elagitaninos ou taninos hidrolisáveis (BUTTERFIELD et al., 2002; ISHIMOTO et al., 2006).

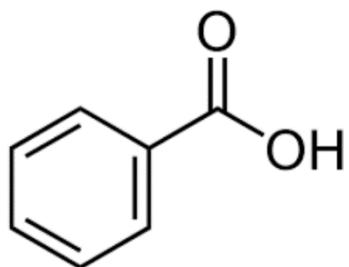


Figura 2.6 – Estrutura química básica dos compostos fenólicos (SILVA, 2015)

As frutas, principalmente as que apresentam a coloração vermelha e azul (como uvas, ameixas, acerola, jamelão, cereja, dentre outras), são as mais importantes fontes de compostos fenólicos na dieta. Muitos destes apresentam uma grande gama de efeitos biológicos, incluindo

ações antioxidantes, além de antimicrobiana, antiplaquetária, anti-inflamatória e vasodilatadora. A atividade antioxidante dos compostos fenólicos é interessante desde o ponto de vista tecnológico até nutricional. Assim, esses compostos intervêm como antioxidantes naturais, sendo que a obtenção ou preparação de alimentos com um alto conteúdo destes, permitem uma redução na utilização de aditivos antioxidantes sintéticos, resultando em alimentos mais saudáveis, que podem ser incluídos dentro da classe dos alimentos funcionais (DEGASPARI & WASZCZYNSKY, 2004; MARTÍNEZ-VALVERDE et al., 2000).

2.4.2 – Flavonoides

Os flavonoides correspondem ao mais importante e diversificado grupo dentro dos compostos fenólicos, dividindo-se em várias subclasses com mais de 5000 compostos. Em geral, correspondem aos seguintes subgrupos: antocianinas (cianidina, delphinidina), flavanas (catequina, epicatequina, luteoforol, procianidina, theaflavina), flavanonas (hesperidina, naringenina), flavonas (apigenina, luteolina, diomestina, tangeritina, nobletina, tricetina), flavonóis (quercetina, rutina, miracetina) e isoflavonoides (daidzeína, genisteína) (BOBBIO & BOBBIO, 1995; PIETTA, 2000).

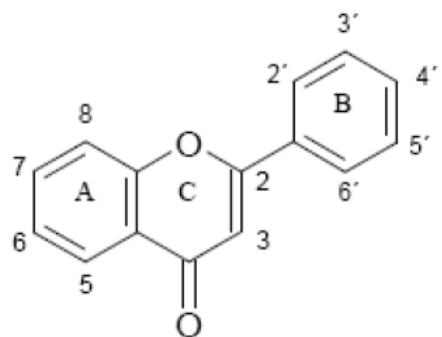


Figura 2.7 – Estrutura química básica dos compostos flavonoides (SILVA, 2015)

A maioria dos representantes desta classe possui 15 átomos de carbono no seu núcleo fundamental, constituído de duas fenilas, ligadas por uma cadeia de três carbonos entre elas. A estrutura dos flavonoides consiste de um esqueleto de difenil-propano ($C_6-C_3-C_6$) com dois anéis benzênicos (A e B) ligado a um anel pirano (C) (Figura 2.7). Os hidrogênios dos grupos hidroxilas adjacentes (ortho-difenóis), localizados em várias posições dos anéis, as duplas ligações dos anéis benzênicos e a dupla ligação da função oxo ($-C=O$) de algumas moléculas

de flavonoides fornecem a esses compostos alta atividade antioxidante (HRAZDINA et al., 1970; RICE-EVANS et al., 1996).

O interesse econômico dos flavonoides é decorrente de suas diferentes propriedades. Ensaios biológicos usando combinações isoladas revelam que os flavonoides exibem uma grande ação sobre os sistemas biológicos demonstrando efeitos antimicrobiano, antiviral, antiulcerogênico, citotóxico, antineoplásico, antioxidante, anti-hepatotóxico, anti-hipertensivo, hipolipidêmico, anti-inflamatório e anti-plaquetário. Também demonstraram aumento na permeabilidade capilar, inibição da exudação proteica e migração de leucócitos. Estes efeitos podem estar relacionados às propriedades inibitórias que os flavonoides desempenham nos vários sistemas enzimáticos incluindo hidrolases, isomerases, oxigenases, oxidoredutases, polimerases, fosfatases, proteínas fosfoquinases e aminoácido oxidases (FERGUSON, 2001; PELZER et al., 1998).

2.4.3 – Ácido Cítrico

O ácido cítrico ou citrato de hidrogênio é um ácido orgânico tricarboxílico fraco, presente na maioria das frutas, sobretudo em cítricos como o limão e a laranja. Corresponde ao ácido 2-hidroxi-1,2,3-propanotricarboxílico, de fórmula $C_6H_8O_7$. Na temperatura ambiente é um sólido branco e cristalino (Figura 2.8), de sabor levemente ácido, com ponto de fusão de 153°C, massa molecular de 192,12 g/mol, densidade 1,665 g/cm³ e acidez (pKa): 3,15 (primeira), 4,77 (segunda) e 6,40 (terceira) (BOBBIO & BOBBIO, 1995; SILVA, 2015).

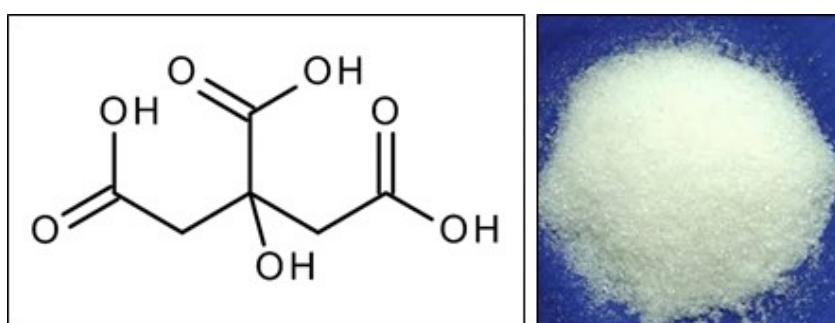


Figura 2.8 – Estrutura química e aspecto visual do ácido cítrico (SILVA, 2015)

Além de importante antioxidante, o ácido cítrico é considerado o acidulante mais versátil e amplamente utilizado nas indústrias de alimentos e bebidas, uma vez que apresenta sabor agradável, baixa toxicidade e alta solubilidade. Auxilia na retenção da carbonatação,

potencializa os conservantes, confere sabor “frutal” característico, prolonga a estabilidade da vitamina C, realça aromas e tampona o meio. É utilizado ainda na complexação com metais pesados e como estabilizante de óleos e gorduras, impedindo reações de oxidação que podem causar rancidez. É responsável por inativar enzimas como a polifenoloxidase que provocam reações de escurecimento. Este composto também é um agente quelante que auxilia na absorção do ferro pelo organismo (HANSULD & BRIANT, 1954).

O processo de fabricação do ácido cítrico ocorre principalmente por fermentação de um carboidrato a partir de sacarose ou dextrose, utilizando como micro-organismo o *Aspergillus niger*, podendo ser produzido na forma anidra (granular) ou líquida. Suas aplicações se dão nas indústrias de refrigerantes, sucos, vinhos, balas, cremes, gorduras, maioneses, óleos, produtos lácteos e sorvetes, fornecendo acidez, realçando sabores e atuando como conservante e antioxidante (CARGILL, 2018).

2.4.4 – Ácido Ascórbico

O ácido ascórbico, popularmente conhecido como vitamina C, é um poderoso antioxidante e funciona como agente preservativo em alimentos, evitando escurecimento e outras reações oxidativas. As moléculas do ácido ascórbico sofrem oxidação antes que as outras moléculas do alimento se oxidem, protegendo-as desse processo (PIETTA, 2000).

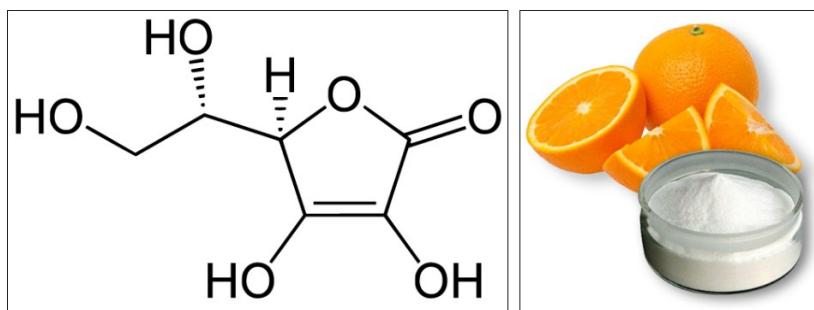


Figura 2.9 – Estrutura química e aspecto visual do ácido ascórbico (SILVA, 2015)

Sua fórmula química corresponde ao ácido 2,3-enediol-L-gulônico (Figura 2.9) que é um sólido branco ou amarelado, cristalino com ponto de fusão de 190 a 192°C, massa molecular 176,13 g/mol, densidade 1,65 g/cm³, acidez (pKa): 4,17 (primeira), 11,6 (segunda), bastante solúvel em água e etanol absoluto, insolúvel nos solventes orgânicos comuns, como clorofórmio, benzeno e éter e tem sabor ácido com gosto semelhante ao suco de laranja. No

estado sólido é relativamente estável. No entanto, quando em solução, é facilmente oxidado em reação de equilíbrio ao ácido L-dehidroascórbico. Devido a tais propriedades, o ácido ascórbico é considerado como uma vitamina hidrossolúvel, facilmente absorvida pelo organismo, que absorve a quantidade necessária para a manutenção de funções orgânicas e elimina o excesso na urina (BOBBIO & BOBBIO, 1995).

Por apresentar atividade antioxidante, a vitamina C é a primeira linha de defesa contra radicais derivados do oxigênio em meio aquoso. Essa vitamina reage diretamente com superóxidos, radicais hidroxilas e oxigênio. Tem grande importância fisiológica devido à sua participação em diversos eventos no organismo, como formação de tecido conjuntivo, produção de hormônios e anticorpos, biossíntese de aminoácidos e prevenção de escorbuto. É considerado um antioxidante fisiológico versátil, pois pode exercer ação nos compartimentos intra e extracelulares. O ácido ascórbico está ainda associado à regulação do colesterol, diminuição da concentração de chumbo no sangue, aumento da fertilidade e diminuição da suscetibilidade ao câncer (BENDICH & LANGSETH, 1995).

O consumo da vitamina C como suplementação alimentar ocorre principalmente pela ingestão de cápsulas e comprimidos efervescentes, mas há um mercado potencial de enriquecimento de alimentos, principalmente na formulação de sucos em pó, bebidas isotônicas e outros produtos de frutas, como sorvetes, doces e geleias. O crescimento do interesse do consumidor principalmente relacionado a aspectos de dieta e saúde tem causado uma grande demanda para esses produtos (BORTOLOTTI, 2012; SILVA, 2015).

2.4.5 – Ficocianina

Algumas cianobactérias possuem uma grande quantidade de compostos de cor responsáveis pela recepção de luz, os quais são fundamentais aos processos de fotossíntese. Dentre esses compostos, pode-se citar os carotenoides, clorofila e as ficobiliproteínas. Estas últimas são agregados de proteínas supramoleculares, solúveis em água, as quais podem representar de 30 a 60% do total de proteínas em microalgas. Podem ser divididas em três principais classes, de acordo com sua estrutura e propriedades, são elas: ficoeritrinas, ficocianinas e aloficocianinas (KUMAR et al., 2014c; SARADA et al., 1999; SILVEIRA et al., 2007).

As ficobiliproteínas são constituídas por partículas denominada ficobilissomas, as quais são presas em matrizes regulares na superfície externa da membrana tilacóide das microalgas e atuam de forma importante na fotossíntese em cianobactérias e algas vermelhas. As ficobilissomas consistem de núcleos de aloficocianina cercados por ficocianina na periferia. A ficocianina é o seu principal constituinte (cerca de 20% em massa seca), enquanto a aloficocianina funciona como pigmento de ponte entre as ficobilissomas e a lamela fotossintética (DOKE JR, 2005; SARADA et al., 1999; VONSHAK, 1997).

A *Spirulina platensis* tem em sua constituição dois tipos de ficobiliproteínas: a aloficocianina e a ficocianina, ambas de cor azulada. A ficocianina (Figura 2.10) ocorre em maior quantidade, sendo o principal pigmento fotossintetizante da Spirulina e podendo corresponder a até 20% da fração proteica dessa microalga (em base seca). A aloficocianina por sua vez está presente apenas em pequenas quantidades no núcleo das células (MORAES et al., 2010; NAKAGAWA et al., 2016; SILVEIRA et al., 2007).

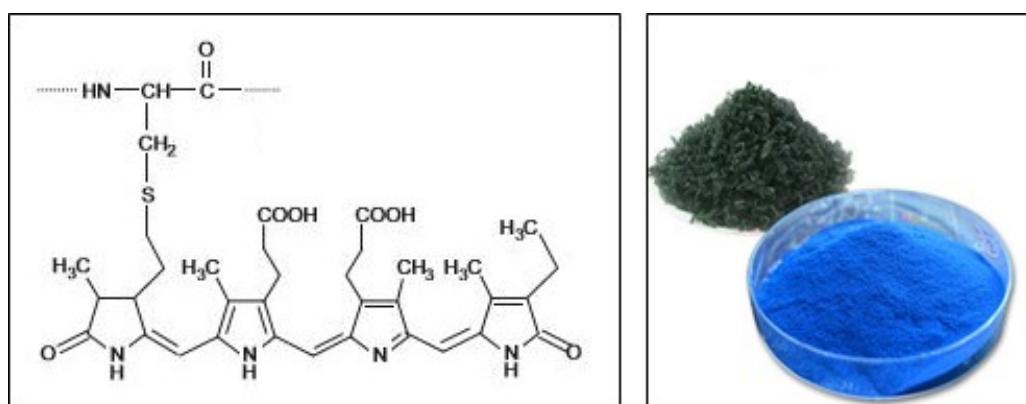


Figura 2.10 – Estrutura química e aspecto visual da ficocianina (<http://pt.binmeibio-es.com/info/phycocyanin-and-phycocyanobilin-from-spirulina-24439692.html>)

A ficocianina tem sido usada principalmente como corante natural por indústrias alimentícias como as de laticínios, gomas de mascar, sorvetes, geleias e na indústria de cosméticos. Entretanto, tem-se observado que a mesma possui também alto valor terapêutico e nutracêutico, uma vez que apresenta atividades antioxidantes, anti-inflamatórias e anticâncer, além de ser um marcador fluorescente natural, despertando o interesse de pesquisadores e indústrias farmacêuticas (KUMAR et al., 2014c; MORAES et al., 2010; SARADA et al., 1999, SILVEIRA et al., 2007).

Devido a elevada presença da ficocianina, o extrato proteico da Spirulina tem se mostrado como um potente antioxidante e inibidor de peroxidação lipídica. Segundo Estrada et

al. (2001), a ficocianina é o principal componente responsável pela atividade antioxidante dessa microalga. Dessa forma, a Spirulina surge como uma ótima fonte para extração desse composto, cujo potencial de aproveitamento é elevado (MORAES et al., 2010; NAKAGAWA et al., 2016; SILVEIRA et al., 2007).

2.5 – Secagem

A secagem é talvez a mais antiga, popular e diversificada operação unitária da Engenharia Química. Há mais de 400 tipos de secadores reportados na literatura, sendo que mais de cem tipos são popularmente utilizados na indústria. É um importante processo das indústrias químicas, biotecnológicas, agrícolas, de alimentos, polímeros, farmacêuticos, cerâmicos, mineral, papel e celulose, dentre outras. Em termos de preservação de alimentos é um dos métodos mais importantes. A secagem solar de peixes e carnes já era realizada há cerca de 2000 a. C. e vegetais e sopas desidratados já eram consumidos há cerca de um século (MUJUMDAR, 2007; SABLANI & RAHMAN, 2008).

Analisando de forma simplificada, a secagem é um processo onde ocorre a aplicação de calor, sob condições controladas, para remover a maioria da água presente em um material. Seu objetivo principal, no caso de produtos alimentícios, é prolongar a vida útil ou de prateleira dos mais variados produtos, por meio da redução da umidade e atividade de água. Tal processo ainda facilita o manuseio, processamento, transporte e armazenamento. Entretanto, quando avaliamos a secagem de alimentos, se a mesma não for realizada em condições adequadas, pode causar uma deterioração tanto na qualidade sensorial quanto no valor nutricional do produto final, o que torna necessários a seleção e projeto de metodologias apropriadas, assim como a definição das melhores condições de processo para cada material em particular (FELLOWS, 2006; MUJUMDAR, 2007).

Durante a secagem, ocorre um processo simultâneo de transferência de calor e massa. O calor é transferido para amostra, através das mais variadas fontes, evaporando sua umidade superficial. A umidade assim pode tanto ser transportada para a superfície do material e então evaporada, quanto ser evaporada internamente na interface líquido-vapor e carreada como vapor para a superfície. Assim, a secagem acaba por requerer um grande fornecimento de calor ao processo, uma vez que é necessário atingir o calor latente de vaporização da água (cerca de 2200 KJ/kg), para remover a mesma dos materiais. Devido a isso, o processo de secagem é

energeticamente intensivo e pode corresponder a cerca de 12 a 20% de todo consumo energético de uma indústria (CHEN, 2008; FELLOWS, 2006; MUJUMDAR, 2007).

Dentre as variáveis que podem impactar na velocidade de remoção da umidade, isto é, na taxa de secagem, pode-se citar a natureza física e química do material, o método de secagem e as condições de processamento. Um dos grandes desafios da secagem moderna é conseguir um processo energeticamente eficiente e que gere ao mesmo tempo um produto final de qualidade para o mercado consumidor (CHEN, 2008; FELLOWS, 2006; MUJUMDAR, 2007; SABLANI & RAHMAN, 2008).

Os equipamentos de secagem geralmente empregam os três mecanismos de transferência de calor (condução, convecção e radiação) para transferir energia para o material. O calor pode ser transferido tanto diretamente de um gás aquecido, quanto indiretamente através de uma superfície aquecida. Fontes eletromagnéticas como micro-ondas e infravermelho também podem ser usadas como emissores de calor, assim como a radiofrequência. Ainda tem-se a liofilização, onde baixas pressões promovem a sublimação da água, convertendo-a diretamente em vapor a partir do estado sólido (CHEN, 2008; SABLANI & RAHMAN, 2008).

Nos tópicos a seguir, serão apresentados conceitos teóricos relevantes para o melhor entendimento da secagem, além do potencial de novas metodologias sobre as técnicas convencionais que vem sendo adotadas na indústria.

2.5.1 – Cinética de Secagem

A cinética de secagem consiste no estudo do comportamento da retirada de umidade em função do tempo. Estudos de cinética são extremamente importantes, pois além de verificarem o comportamento do material sob as condições em que a secagem ocorre, podem também estabelecer equações importantes onde é possível definir a variação de umidade para os diferentes períodos do processo. Para esse equacionamento, em geral, utilizam-se modelos matemáticos que ajudam na previsão de comportamentos e influenciam em projetos de secadores e/ou na definição das condições operacionais do processo (MOREIRA, 2000; PARRY, 1985).

Os modelos de cinética se classificam em três classes: empíricos, semi-empíricos e teóricos. Os modelos empíricos comumente apresentam um bom ajuste dos dados e uma completa flexibilidade da abordagem, mas podem não ter tanta credibilidade fora da faixa

medida, sendo assim utilizados apenas em problemas bem particulares. Os modelos semi-empíricos por sua vez se mostraram mais bem fundamentados em teoria, sendo que a dependência que a secagem apresenta pela temperatura, pressão e umidade relativa pode ser incorporada nas equações. Como desvantagem, apresentam simplificações teóricas de acordo com as condições as quais são submetidos. Já os modelos teóricos se aproximam dos conceitos teóricos básicos, tendo assim mais credibilidade para extração e melhor reconhecimento das interrelações entre as variáveis. No entanto, apresentam como desvantagem uma matemática mais complexa, além da presença de parâmetros desconhecidos (MOREIRA, 2000; PARRY, 1985).

2.5.2 – Atividade de Água

A água é um importante constituinte de todos os alimentos. Entretanto, apenas em meados do século XX, cientistas começaram a verificar a relação entre o teor de água presente nos alimentos com sua tendência de deterioração com o passar do tempo. Dessa forma, surgiu o conceito de atividade de água (a_w), o qual tem sido extensivamente utilizado para demonstrar a estabilidade física, química e microbiológica de um alimento desidratado, uma vez que apenas o conhecimento do teor de umidade não é suficiente para tal. Um exemplo claro disso é o fato que enquanto alguns alimentos são instáveis com um baixo teor de umidade (como o óleo de amendoim que deteriora-se caso a umidade exceda 0,6%), outros são estáveis com teores de umidade relativamente altos (como o amido de batata, estável com 20% de umidade) (FELLOWS, 2006; SABLANI & RAHMAN, 2008).

Pode-se afirmar que a atividade de água é a quantificação da parcela da água que está disponível energeticamente para o crescimento microbiológico e também interações de hidratação e reações químicas como a oxidação lipídica, enzimáticas e não-enzimáticas, sendo assim uma propriedade de equilíbrio de um sistema em qualquer estado físico que contenha água. É a melhor maneira de avaliar o potencial crescimento de microrganismos em alimentos, uma vez que as células dos mesmos respondem à disponibilidade de água e não a quantidade de água em si presente no material (BHANDARI & ADHIKARI, 2008; CHEN & PATEL, 2008; FELLOWS, 2006).

A atividade de água (a_w) é definida como a razão entre a pressão de vapor da água no alimento (P) e a pressão de vapor saturado da água pura (P_o) nessa mesma temperatura (Equação

2.1). Isso significa que quando a atividade de água é igual a 1,00 tem-se 100% da água disponível para o crescimento microbólico e reações químicas e enzimáticas, enquanto que para uma a_w igual a zero não há água nenhuma disponível para tal (BHANDARI & ADHIKARI, 2008; CHEN & PATEL, 2008).

$$a_w = \left(\frac{P}{P_0} \right) \quad (2.1)$$

Assim, tem-se que a água pura apresenta atividade de água igual a 1,00 e alimentos com a_w próxima a esse valor são considerados frescos e altamente perecíveis. A maioria das bactérias, leveduras e fungos tem seu crescimento inibido em valores de a_w inferiores à 0,90, 0,80 e 0,70 respectivamente, sendo considerado que praticamente toda atividade microbiana seja inibida quando a a_w atinge valores abaixo de 0,60 (BHANDARI & ADHIKARI, 2008; CHEN & PATEL, 2008; FELLOWS, 2006), como pode ser observado na Figura 2.11.

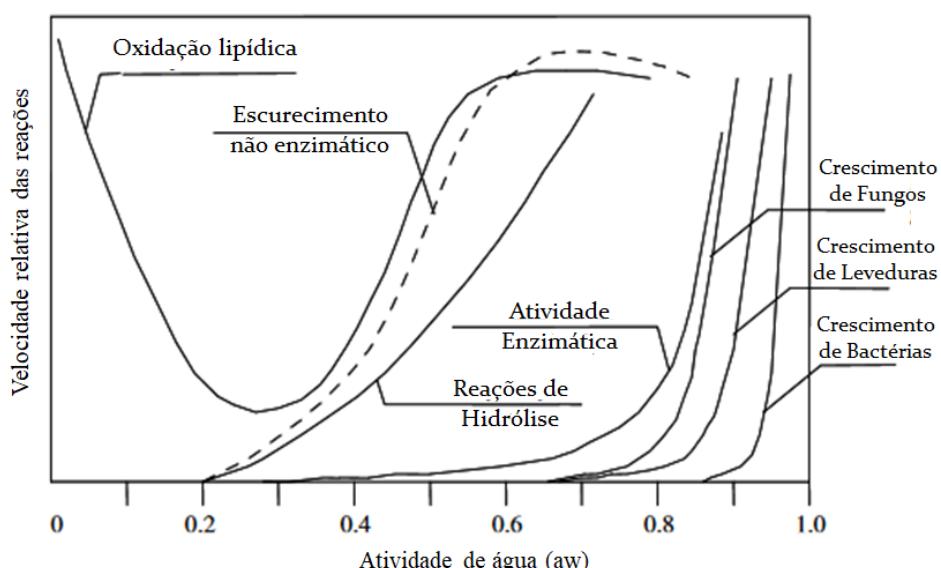


Figura 2.11 – Atividade de água e reações envolvidas (Adaptado de CHEN & PATEL, 2008)

Ao mesmo tempo, pode-se observar que a oxidação lipídica e outras reações são minimizadas em materiais com a_w próxima a 0,4. Dessa forma, produtos alimentícios de alta estabilidade tendem a ser formulados com uma atividade de água de cerca de 0,3, na qual a oxidação lipídica, mudanças químicas e enzimáticas são mínimas (CHEN & PATEL, 2008; FELLOWS, 2006; BHANDARI & ADHIKARI, 2008).

Caso a atividade de água seja reduzida ao extremo (níveis inferiores a 0,2, por exemplo) as gorduras, antes encapsuladas na matriz do material, tendem a ser liberadas estando

propensas a exposição ao oxigênio e, podendo assim, sofrer oxidação lipídica, o que ocasiona a rancidez após um período de armazenamento. Além de causar rancidez, a oxidação lipídica é responsável pelo desenvolvimento de *off-flavours*, perda de vitaminas lipossolúveis e pigmentos. Em valores de a_w próximos a 0,3, a resistência a essa oxidação é máxima (CHEN & PATEL, 2008; SABLANI & RAHMAN, 2008).

A estabilidade de proteínas e enzimas também é altamente influenciável por alterações na atividade de água, devido sua natureza relativamente frágil ou mudanças em sua conformação molecular. Em geral, reações enzimáticas são significativas em valores de a_w acima de 0,8, apesar de algumas enzimas poderem atuar em a_w mais baixas. O escurecimento não-enzimático, um problema recorrente no processamento de alimentos, atinge um valor máximo em a_w na faixa de 0,6 a 0,7. Já vitaminas solúveis em água aumentam sua taxa de degradação com o aumento da a_w (CHEN & PATEL, 2008).

Dessa forma, promover a secagem de forma que a atividade de água final fique inferior o suficiente para impedir o crescimento microbiológico e, ao mesmo tempo, dentro de uma faixa que minimize reações indesejadas (entre 0,3 e 0,5, por exemplo, conforme a Figura 2.11) irá permitir a obtenção de produtos desidratados de alta qualidade com tempo de armazenamento satisfatório para os mais variados usos. O uso do conhecimento da a_w junto com a umidade se torna, assim, fundamental para qualquer processo de secagem.

2.5.3 – Qualidade e Secagem

Vários fatores como a metodologia de secagem, condições de processo, pré-tratamentos e condições iniciais do material podem influenciar na qualidade final de um produto desidratado. Dentre os parâmetros de qualidade mais estudados, pode-se citar os químicos, físicos, microbiológicos e de qualidade nutricional e sensorial (SABLANI & RAHMAN, 2008).

Escurecimento, oxidação, perda de cor e aroma são exemplos de processos químicos que afetam a qualidade final de um produto desidratado. Reações de escurecimento, sejam enzimáticas ou não-enzimáticas, acabam por alterar a cor, textura e solubilidade do alimento, induzindo desde perdas de valor nutricional até a produção de *off-flavours*. As reações não-enzimáticas são as mais impactadas ao longo da secagem, as quais pode-se citar a caramelização e o escurecimento de *Maillard*. Tais processos costumam ocorrer de forma mais intensa próximo ao término da secagem, quando os níveis de umidade nas amostras são baixos e a

temperatura aumenta. A reação de Maillard ocorre mais rapidamente quando o material está em uma faixa de umidade entre 15 e 20%, além da ocorrência já relatada de oxidação lipídica (SABLANI & RAHMAN, 2008).

Mudanças físicas também alteram a qualidade final dos produtos desidratados. Um processo de secagem rápido e em altas temperaturas pode produzir alterações na textura dos alimentos. Formação de poros, endurecimento, colapso, desenvolvimento de *stress*, fraturas, e mudanças na viscosidade são outros exemplos de alterações físicas e são comumente avaliados através de microscopia e análises de textura. Durante a secagem, a concentração da umidade nas camadas mais externas do material tende a ser menor que em seu interior. Essa não-uniformidade acaba por causar enrugamento, encolhimento e deformações na superfície do material, causando uma resistência à transferência de umidade nessa região e dificultando o processo de remoção de umidade (CHEN, 2008; SABLANI & RAHMAN, 2008).

Um problema físico que pode ocorrer com alguns materiais é o endurecimento superficial e formação de crosta durante o processo de secagem. À medida que a água é removida, os solutos tendem a se movimentar do interior do alimento para a superfície. Em alguns casos, ocorre concentração desses solutos que passam por mudanças químicas e físicas complexas devido ao contato com as altas temperaturas, produzindo a formação de uma casca impermeável dura. Tal fenômeno é conhecido como *case hardening*, o qual reduz a taxa de secagem, produzindo um alimento com superfície seca e interior úmido, reduzindo a difusividade da umidade removida e necessitando de maiores tempos para processar o alimento (CHEN, 2008; FELLOWS, 2006; SABLANI & RAHMAN, 2008).

A segurança microbiológica de um material desidratado está associada a evitar a presença de microrganismos tóxicos e patogênicos no mesmo após a remoção de umidade, os quais podem se desenvolver após seu armazenamento. Dessa forma, materiais de alta perecibilidade devem ser secos em condições de processo específicas até valores finais definidos de umidade e atividade de água para eliminar tal risco. O conhecimento dessas condições impede dois problemas: secar o material de forma insuficiente, gerando sua degradação e contaminação; ou submeter o produto a tempos de processo excessivos, o que pode gerar superaquecimento, perda de qualidade e consumo desnecessário de energia (SABLANI & RAHMAN, 2008).

Em termos de aspectos nutricionais e sensoriais, sabe-se que dependendo do material e da metodologia de secagem utilizada, pode-se ocorrer a perda de compostos importantes,

como antioxidantes e uma série de vitaminas, além da degradação de proteínas, ácidos graxos e outros compostos. Muitas vitaminas como A, B1 e C, são termossensíveis, sensíveis à oxidação (A e C) e algumas até a luz (B2), por exemplo. Alterações no sabor, aroma e aspectos dos alimentos são um grande desafio para os processos atuais de secagem, uma vez que a demanda do mercado consumidor por produtos de qualidade só aumentou nos últimos anos (SABLANI & RAHMAN, 2008).

2.5.4 – Temperatura de transição vítreia

Alguns dos problemas que podem ocorrer durante a secagem ou estocagem de certos alimentos na forma de pó é a pegajosidade (*stickiness*) e compactação, que ocorrem quando as partículas do material acabam apresentando uma alta coesão e ficam aderidas à parede e outras estruturas dos secadores, levando a baixos rendimentos de produção, problemas operacionais e dificuldade de manipulação do pó produzido. Para produtos termossensíveis esse fenômeno ainda pode levar ao superaquecimento, levando à degradação do alimento e características sensoriais indesejáveis (BHANDARI & HOWES, 1999; COLLARES, 2001).

Tais fenômenos ocorrem geralmente em alimentos que contenham em sua composição uma grande quantidade de compostos de estrutura amorfa (isto é, desorganizada). Influenciada tanto pelas condições de processo quanto pela composição e propriedades do alimento, a secagem pode ser rápida o suficiente para impedir que tais compostos se cristalizem, mantendo os mesmos em estado amorfo, onde a atividade de água e umidade são mais altas e a aderência entre suas partículas pode ocorrer mais facilmente. Assim, tais produtos apresentam a chamada *temperatura de transição vítreia* (Tg), a qual representa a temperatura crítica acima da qual o material estará nesse estado desorganizado, onde sua mobilidade é extremamente limitada e a compactação e pegajosidade podem ocorrer (BHANDARI & HOWES, 1999; COLLARES, 2001; ROOS, 2010).

Alimentos mais propícios a esse comportamento instável são aqueles ricos em açúcares de baixo peso molecular (como a frutose, glicose e sacarose), além de ácidos orgânicos como o cítrico, málico e tartárico, os quais podem constituir mais de 90% dos sólidos presentes em sucos e polpas de frutas, por exemplo. Esses compostos apresentam baixa Tg, sendo assim altamente higroscópicos e propícios a aglomeração e pegajosidade. Sua secagem é

extremamente complicada, uma vez que necessita ser realizada a baixas temperaturas para ser eficiente (CANO-CHAUCA et al., 2005; JULIANO & BARBOSA-CÁNOVAS, 2010).

Uma das alternativas para a secagem de materiais de baixa Tg é o uso dos chamados agentes carreadores, de uso muito popular nas indústrias. Tais compostos são em geral carboidratos e proteínas de alto peso molecular que irão promover a estabilização do alimento durante a secagem, elevando sua temperatura de transição vítreia e ainda protegendo seus compostos bioativos termossensíveis. Dentre os agentes carreadores mais utilizados pode-se citar a goma arábica, o amido e a maltodextrina (CANO-CHAUCA et al., 2005; JAYASUNDERA et al., 2011).

A maltodextrina é um dos agentes carreadores mais usados industrialmente, uma vez que apresenta propriedades físicas como alta solubilidade em água, sabor suave e preço razoável. Ela aumenta significativamente a Tg, reduzindo a pegajosidade e higroscopicidade do material desidratado (CANO-CHAUCA et al., 2005; WANG & ZHOU, 2012). A eficiência da maltodextrina como agente carreador está associada com o fato de a mesma formar uma crosta em volta do alimento durante o início da secagem, a qual vai se tornando mais espessa conforme o processo ocorre. Essa crosta reduz a pegajosidade entre o equipamento e o produto e promove um microencapsulamento do alimento, facilitando seu processo de remoção de umidade (ADHIKARI et al., 2003; TONON et al., 2010).

2.5.5 – Simulação Numérica

A simulação computacional tem surgido nos últimos anos como uma técnica extremamente interessante para uma melhor compreensão dos mais variados fenômenos físicos. Uma vez que a capacidade de processamento e armazenamento dos computadores tem aumentado significativamente a cada ano, as simulações numéricas tornam possível a reprodução de situações e processos reais complexos, fazendo com que problemas, na maioria das vezes onerosos e difíceis de serem estudados experimentalmente, possam ser avaliados em uma vasta gama de variáveis (LAW & KELTON, 1991).

Na secagem, processo onde vários mecanismos de transferência de massa e energia ocorrem simultaneamente, a simulação numérica tem se provado uma ferramenta interessante, principalmente ao avaliar aspectos fluidodinâmicos do processo. A Fluidodinâmica Computacional ou CFD (do inglês *Computational Fluid Dynamics*) consiste na solução

numérica, em tempos computacionais razoáveis, de equações de transferência de momento, energia e massa. Simuladores avançados propõem a resolução dessas equações, as quais não possuem soluções analíticas conhecidas em problemas práticos (MACHADO, 2016).

Na simulação de escoamentos multifásicos, duas abordagens numéricas podem ser utilizadas, em função da fase sólida envolvida: a abordagem Euleriana e Lagrangiana. Na abordagem Euleriana, considera-se que tanto a fase sólida quanto fluida são contínuas e interpenetrantes. Para sua resolução usa-se normalmente o método dos elementos finitos (MACHADO et al., 2017; NASCIMENTO et al., 2015). Por outro lado, a abordagem Lagrangiana descreve a trajetória individual de cada partícula no equipamento, considerando as forças que atuam sobre as mesmas. Sua resolução é através do método de elementos discretos (do inglês DEM – *Discret Element Method*) (MAIONE et al., 2015; SANTOS et al., 2015). Cada abordagem tem suas peculiaridades e aplicações, tendo se mostrado bastante úteis na avaliação e projetos de secadores, moinhos, misturadores, dentre outros equipamentos industriais (MACHADO, 2016).

2.6 – Metodologias Alternativas de Secagem

Como exposto anteriormente, a maioria das metodologias convencionais de secagem, além do alto consumo energético, podem produzir produtos de qualidade inferior, dificultando a comercialização e aceitação dos mesmos. Dessa forma, há uma forte necessidade de se desenvolver metodologias alternativas considerando a capacidade operacional, controle de processo, demanda de tempo, custos econômicos, qualidade e segurança do produto, além de aspectos ambientais. Em geral, as “novas metodologias de secagem” são combinações inteligentes das tecnologias ou conceitos já existentes, surgindo da necessidade de mudanças impostas pelo mercado consumidor (CHEN, 2008; MOSES et al., 2014; SABLANI & RAHMAN, 2008).

Uma das forças motrizes para o desenvolvimento dessas técnicas alternativas nas últimas três ou quatro décadas, foi o aumento na demanda por novos produtos e de alta qualidade pelo mercado consumidor. Avanços consideráveis têm sido feitos nas últimas décadas para entender as mudanças químicas e bioquímicas que ocorrem durante a secagem e o desenvolvimento de métodos para prevenir perdas indesejáveis de qualidade (KUDRA & MUJUMDAR, 2007; MOSES et al., 2014; SABLANI & RAHMAN, 2008). Em contrapartida,

ainda há uma certa preferência por parte de algumas indústrias no uso de secadores convencionais, devido a maturidade e familiaridade com tais técnicas, fazendo com que o desenvolvimento de metodologias alternativas ainda seja um desafio, apesar de sua visível necessidade (KUDRA & MUJUMDAR, 2009; MOSES et al., 2014).

O uso de vapor superaquecido em secadores diretos, aumento no uso de metodologias indiretas de secagem, uso de radiações como micro-ondas e infravermelho, secagem em múltiplos estágios, fornecimento de calor de forma intermitente, combinação de diferentes tipos de secadores, uso de novas metodologias de combustão para geração de calor e secadores que maximizam o contato gás-sólido são algumas das tendências originadas desse novo paradigma. Algumas dessas novas técnicas de secagem têm explorado diferentes fenômenos físicos visando reforçar técnicas já consolidados ou ainda usar fenômenos recentemente estudados, mas com potencial de aproveitamento (KUDRA & MUJUMDAR, 2007; MOSES et al., 2014).

Um outro grande aliado das novas metodologias é o chamado “*Big Bang* digital”, através do qual uma série de modelos matemáticos e simulações computacionais podem ser utilizados para avaliar o funcionamento, a otimização de parâmetros e até mesmo novos *designs* para os mais diversos tipos de secadores, servindo de ferramenta no auxílio das novas técnicas. Esses modelos e simulações, uma vez validados, irão permitir um estudo adequado, avaliação de riscos, redução de custos e operação ideal para uma possível aplicação industrial em larga escala (KUDRA & MUJUMDAR, 2009).

Nos tópicos a seguir serão melhor detalhadas as metodologias alternativas de secagem estudadas nesse trabalho, assim como sua potencialidade e situação atual de aplicação para os mais variados produtos.

2.6.1 – Refractance Window (RW)

2.6.1.1 – Visão geral

O *cast-tape drying* (CTD) é uma técnica de secagem aplicável a soluções ou suspensões viscosas com o intuito de concentrar as mesmas, produzindo filmes, flocos, grânulos ou pós de alto valor agregado (DURIGON et al., 2017). Nesta metodologia, o material que se deseja secar é espalhado sobre um suporte plano sobre o qual se realiza a secagem condutiva e/ou convectiva do mesmo. O suporte, que pode ser confeccionado dos mais variados materiais (polímeros, metais, vidro, dentre outros), é aquecido em sua face inferior por um fluido (água

quente ou vapor, por exemplo) que fornece a energia necessária para efetuar a remoção de umidade do material. Tal metodologia vem sendo usada na produção de alimentos, produtos farmacêuticos, filmes biodegradáveis e camadas cerâmicas especiais, uma vez que, por permitir um aquecimento indireto, realiza a secagem em temperaturas mais amenas e em tempos de processo reduzidos, mantendo a qualidade do produto final obtido (DURIGON et al., 2017; FRABETTI et al., 2018).

Dentre as metodologias existentes de *cast-tape drying*, tem-se uma em particular que é a janela de refratância ou *refractance window* (RW), que vem sendo utilizada com muito sucesso para a secagem de alimentos e biomateriais (RAGHAVI et al., 2018; ZOTARELLI et al., 2017). Nessa técnica, pastas e purês são espalhados sobre um fino filme transparente, que está em contato na parte inferior com água quente circulante de um reservatório (Figura 2.12). O filme é semitransparente à radiação infravermelha, permitindo a sua passagem, o que essencialmente forma uma “janela” através da qual a secagem ocorre. Por esse sistema, polpas e sucos de frutas, vegetais e ervas têm sido convertidos em produtos de excelente cor e com elevada retenção de vitaminas e antioxidantes. O RW tem também encontrado uma série de aplicações, não somente na indústria de alimentos, mas também nas áreas farmacêutica, nutracêutica, de cosméticos e pigmentos (NINDO et al., 2003a; NINDO & TANG, 2007).



Figura 2.12 – Equipamentos de *refractance window* em escala industrial (*MCD Technologies*)

O sistema de secagem por *refractance window* foi desenvolvido inicialmente pela empresa americana *MCD Technologies*, visando a conversão dos mais diversos alimentos fluidos e pastosos em pós e grânulos de alta qualidade final (MAGOON, 1986). A empresa comercializa até hoje tais equipamentos (<http://www.rwdryers.com/>), os quais já foram usados

com sucesso em frutas, vegetais, frutos do mar, produtos lácteos, sucos e nutracêuticos tanto de forma concentrada quanto seca (ABONYI et al., 2002; CLARKE, 2004).

Usa-se comumente o Mylar® como filme para o RW, que é um poliéster constituído de tereftalato de polietileno, patenteado pela DUPONT (CLARKE, 2004; ORTIZ-JEREZ et al., 2015). Dentre os grandes atrativos do uso do RW tem-se a qualidade final dos produtos obtidos, similar aos da liofilização e, principalmente, o seu custo. Estima-se que uma unidade de *refractance window* demande de 50 a 70% menos investimentos iniciais e 50% a menos de custos energéticos e operacionais que um liofilizador para a mesma capacidade de secagem (CLARKE, 2004; NINDO & TANG, 2007).

2.6.1.2 – Tipos de Equipamentos e Operação

Como comentado anteriormente, nesse sistema de secagem a energia térmica é transferida da água quente para uma fina camada do material, uniformemente espalhada sobre o filme Mylar®, que pode estar fixo ou se movimentar como uma esteira transportadora. Em pesquisas científicas e secagens em menor escala, utiliza-se comumente o filme de forma fixa, operando-se em batelada (Figura 2.13a). Já industrialmente, opta-se por secar o material continuamente, formando uma fina camada sobre o filme móvel, em cuja extremidade o produto é continuamente removido (Figura 2.13b) (CLARKE, 2004; RAGHAVI et al., 2018; ZOTARELLI et al., 2015).

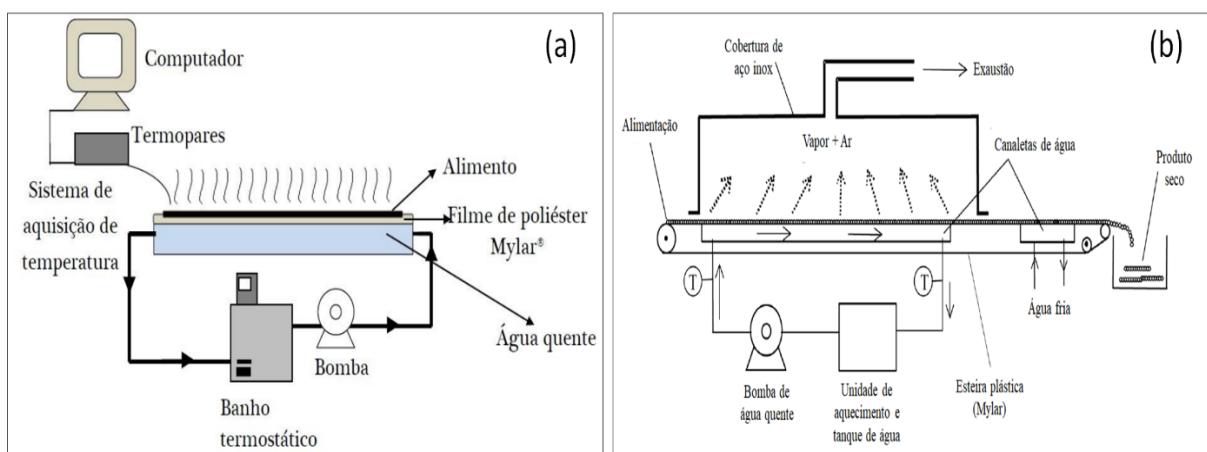


Figura 2.13 – Aparatos experimentais de RW: a) Batelada (adaptado de ZOTARELLI et al. 2015) e b) Contínuo (adaptado de NINDO & TANG, 2007)

A água é mantida na faixa de 30°C a 95°C, dependendo do tipo do produto a ser desidratado. A temperatura máxima é usualmente 95°C, uma vez que temperaturas mais altas

levam a criação de bolhas de ar, as quais interferem na transferência de energia através do filme (CLARKE, 2004; NINDO et al., 2004). A umidade inicial e espessura do material, assim como a temperatura da água de aquecimento são fatores que influenciam o processo de secagem. O processo sempre ocorre à pressão atmosférica e por ser uma técnica de secagem de filme por contato indireto, a contaminação-cruzada também é evitada (NINDO & TANG, 2007). Outro ponto positivo é o fato de a água quente ser constantemente circulada e renovada no processo, o que gera uma considerável economia de energia (ABONYI et al., 2002).

2.6.1.3 – Processo de Transferência de Calor

A água aquecida é a fonte de energia térmica do RW, a qual chega ao material úmido pelos três mecanismos de transferência conhecidos: condução, convecção e radiação (NINDO & TANG, 2007). A energia térmica proveniente da água é transmitida através do Mylar® por condução e radiação. Assim, quando o produto com alta umidade é espalhado sobre o filme, o índice de refração entre a água e o alimento se tornam mais próximos, reduzindo a reflexão na interface e aumentando a transmissividade da energia radiante para o produto, formando uma “janela de oportunidade” por onde a radiação atravessa (CLARKE, 2004; NINDO & TANG, 2007; RAGHAVI et al., 2018).

Conforme a umidade vai sendo removida do material, o índice de refração do Mylar® aumenta de forma que a maior parte da radiação térmica seja refletida para água, impedindo sua atuação e gerando o fechamento gradual da janela. Uma vez que o Mylar® é um baixo condutor de calor (k entre $0,15$ e $0,24 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), isso acaba por minimizar os danos térmicos ao produto, já que durante as etapas que o material contém menos umidade e, por sua vez mais propício ao sobreaquecimento, a quantidade de energia térmica que chega ao mesmo tende a diminuir (CLARKE, 2004; NINDO & TANG, 2007; RAGHAVI et al., 2018).

Assim, o RW acaba por apresentar um sistema de regulagem “embutido”, o qual auxilia na manutenção dos altos padrões de qualidade no material. A condução tende a suprir o processo até a umidade de equilíbrio ser atingida. Em geral, as temperaturas em que o material fica submetido durante as etapas iniciais e intermediárias de secagem são cerca de 20 a 25°C inferiores às da água de aquecimento, devido a efeitos do resfriamento evaporativo e a transferência de calor por convecção entre o material e o ar circundante, acima do mesmo (CASTOLDI et al., 2015; CLARKE, 2004; NINDO et al., 2003a).

Devido a essas características, o uso do *refractance window* é recomendado para processamento (seja secagem ou concentração) de materiais termossensíveis, como frutas e vegetais, com manutenção de cor e aroma, mínimas perdas nutricionais com a retenção de compostos importantes, como antioxidantes, vitamina C e carotenos e originando produtos finais com qualidade comparável a liofilização, mas com gasto energético muito reduzido (CLARKE, 2004; NINDO & TANG, 2007; RAGHAVI et al., 2018). O RW é tão versátil que possui potencial para ser usado também em produtos nutracêuticos, farmacêuticos, biotecnológicos e químicos, assim como na recuperação e remediação de resíduos e rejeitos das mais variadas indústrias (NINDO et al., 2004).

2.6.1.4 – Trabalhos na Literatura

Uma série de trabalhos pode ser encontrada na literatura empregando a metodologia de *refractance window* para secar polpas e sucos dos mais variados materiais: cenouras e morangos (ABONYI et al., 2002); abóbora (NINDO et al., 2003a), espargos (NINDO et al., 2003b); *berries* (NINDO et al., 2004; NINDO et al., 2007; CELLI et al., 2016); tomate (ABUL-FADL & GHANEM, 2011; CASTOLDI et al., 2015; DURIGON et al., 2016; DURIGON et al., 2017); manga (CAPARINO et al., 2012; ZOTARELLI et al., 2015; ZOTARELLI et al., 2017); açaí (PAVAN et al., 2012); romã (BAEGHBALI et al., 2016); goiaba (FRABETTI et al., 2018) e até mesmo produtos de alta sensibilidade térmica como iogurte (TONTUL et al., 2018). Alguns autores também secaram frutas em pedaços e fatias, obtendo ótimos resultados com manga (OCHOA-MARTÍNEZ et al., 2012) e abóbora (ORTIZ-JEREZ & OCHOA-MARTÍNEZ, 2015).

Em todos esses trabalhos, a secagem por RW permitiu uma retenção de bioativos superior aos métodos convencionais (secagem convectiva, *spray-drying* e secagem em tambor, por exemplo), originando produtos com cor, hidroscopicidade e qualidade final muito próximas à da liofilização, mas com economia de energia e eficiência térmica muito superiores. As principais variáveis de processo analisadas nos trabalhos são a temperatura da água de aquecimento e a espessura do filme de material, que impactam diretamente nas taxas de secagem e tempos de processo.

Trabalhos como o de Zotarelli et al. (2015 e 2017), Durigon et al. (2016 e 2017) e Ortiz-Jerez e Ochoa-Martínez (2015) ainda quantificaram a influência da transmissão de calor

no processo, avaliando a contribuição de cada mecanismo envolvido. Zotarelli et al. (2015) e Ortiz-Jerez e Ochoa-Martínez (2015) inclusive observaram que a radiação contribuiu com menos de 5% da energia total envolvida no processo, apesar do Mylar® transparente ser muito mais eficiente na secagem do que o mesmo filme pintado. Tal consideração justificou a denominação do RW como uma técnica de *cast-tape drying*, uma vez que a mesma se mostrou predominantemente condutiva (DURIGON et al., 2016).

Outro ponto interessante é a possibilidade de utilização de outros filmes transparentes, além do Mylar® no processo. Durigon et al. (2017) e Frabetti et al. (2018) em testes com filme de Teflon® mostraram que esse tipo de suporte não impactou as taxas de secagem, mantendo a capacidade evaporativa do processo próxima a obtida em Mylar®, sendo uma alternativa de material para este último, principalmente em questões de preço.

Dentro do que foi exposto, este trabalho buscou explorar as propriedades e potencialidades do *refractance window*, compreendendo o comportamento de suas variáveis operacionais com o intuito de aprimoramento dessa técnica.

2.6.2 – Secador Rotatório com Recheio de Inertes (SRRI)

2.6.2.1 – Secadores Rotatórios Convencionais

O secador rotatório é um dos tipos mais comuns de secadores industriais, sendo bastante versátil e largamente empregado nas indústrias químicas, alimentícias, farmacêuticas, agrícolas e de mineração. Sua configuração consiste basicamente em um tambor cilíndrico giratório de metal levemente inclinado com a horizontal (Figura 2.14), por onde atravessa uma corrente de gás ou ar aquecido, sendo que o material que se deseja secar é introduzido em uma de suas extremidades, movendo-se em direção à outra (KROKIDA et al., 2007; LISBOA, 2005).

Devido a essa configuração, tem-se uma ampla superfície de contato do material úmido com o gás, produzindo altas taxas de secagem e um produto desidratado de maneira bastante uniforme (KROKIDA et al., 2007; MANI & SOKHANSANJ, 2008; MOURA, 2009). O comprimento do tambor pode variar de 4 a 10 vezes em relação ao seu diâmetro, existindo equipamentos das mais variadas dimensões, dependendo da demanda de secagem (PERRY & GREEN, 1999).



Figura 2.14 – Exemplos de secadores rotatórios industriais
[\(http://www.lippel.com.br/br/categorias/energia/queimadores-e-secadores-de-biomassa/secador-rotativo/secador-rotativo-para-secagem-de-biomassa-179.html\)](http://www.lippel.com.br/br/categorias/energia/queimadores-e-secadores-de-biomassa/secador-rotativo/secador-rotativo-para-secagem-de-biomassa-179.html)

Três fenômenos ocorrem simultaneamente dentro do secador: transporte do material úmido, troca de calor entre o material e o gás aquecido e a transferência de vapor de água do material para a corrente gasosa (MANI & SOKHANSANJ, 2008). Dependendo da forma como o contato gás-sólido ocorre, os secadores rotatórios podem ser classificados em aquecimento direto ou indireto. O aquecimento direto ocorre quando o ar quente atravessa o interior do secador, trocando calor diretamente com o material. Nos secadores rotativos de aquecimento indireto, o material está no interior de um invólucro que é aquecido externamente por gases quentes que não entram em contato direto com o material. São adequados a processos em altas temperaturas (acima de 200°C) onde os sólidos granulares ou pós não podem ser expostos a gases atmosféricos, sendo usados também na recuperação de solventes e em reações químicas (KROKIDA et al., 2007; MANI & SOKHANSANJ, 2008).

Por serem mais simples e econômicos, os secadores de aquecimento direto são os mais utilizados, podendo ser classificados em fluxo concorrente ou contracorrente de acordo com a movimentação do sólido em relação ao gás de secagem. Como nos de fluxo concorrente o material úmido é exposto diretamente ao ar quente, permitindo uma rápida secagem superficial, eles são frequentemente utilizados para secar materiais termossensíveis e pegajosos, uma vez que a evaporação da água previne o superaquecimento, sendo assim muito usados na secagem de grãos, produtos farmacêuticos e biomassas diversas. No caso do fluxo em contracorrente, o material já seco é exposto ao gás mais quente, originando um produto de baixíssima umidade final, sem sacrificar a eficiência térmica. Têm grande aplicação nas indústrias químicas, de açúcar e álcool e fertilizantes (MANI & SOKHANSANJ, 2008).

Os secadores rotatórios de contato direto são normalmente equipados internamente com arranjos de suspensores (ou *flights*) que melhoram a movimentação do material sólido e aumentam a superfície de contato com o gás aquecido (Figura 2.15). Uma vez que o secador rotatório tem a função dupla de transportador e dispositivo de aquecimento, os suspensores se tornam importantes em ambos os casos. Como o secador gira, os sólidos são apanhados pelos suspensores, elevando-os até uma certa altura ao redor do tambor e deixando-os cair livremente pelo ar em forma de cascata. Como os sólidos entram em contato íntimo com o gás quente, a maior parte da secagem ocorre nesse momento. Os suspensores também são, em parte, responsáveis pelo transporte dos sólidos no equipamento (HONORATO, 2006; KROKIDA et al., 2007; MANI & SOKHANSANJ, 2008).

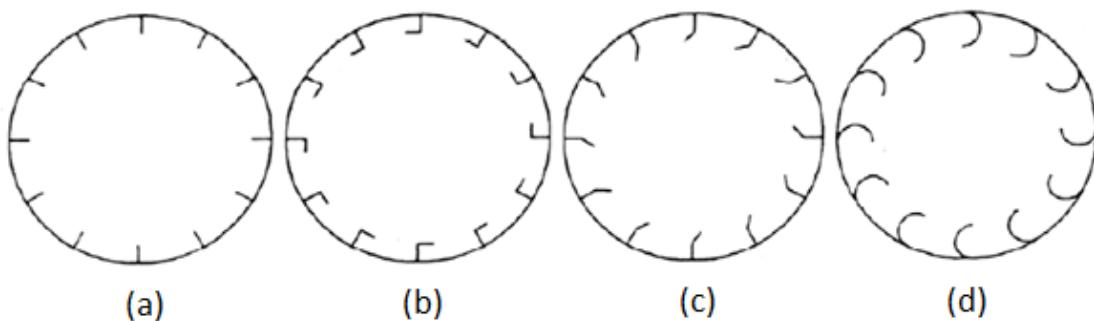


Figura 2.15 – Tipos comuns de suspensores em secadores rotatórios: (a) retos ou radiais, (b) ângulo reto, (c) angulares e (d) helicoidais (Adaptado de LISBOA, 2005).

O número de suspensores, dimensão e forma varia de material para material e definem a sua influência sobre o desempenho do secador (KROKIDA et al., 2007; MANI & SOKHANSANJ, 2008). Suspensores retos são mais adequados a materiais pegajosos que tendem a aderir nas paredes e estruturas internas do secador, enquanto que os angulares e helicoidais são usados para materiais menos aderentes e de fácil movimentação, sendo os mais populares na indústria (KROKIDA et al., 2007; LISBOA, 2005). De acordo com Perry & Green (1999) a profundidade dos suspensores pode variar entre 1/12 a 1/8 em relação ao diâmetro do cilindro.

O bom potencial dos secadores rotatórios em nível industrial levou a pesquisa de novos modelos deste equipamento, melhorando suas características ou até mesmo permitindo o seu uso para a secagem de outros materiais, uma vez que uma limitação desse tipo de equipamento é não conseguir uma secagem eficiente de materiais pastosos e pegajosos, os quais tendem a

apresentar dificuldade de escoamento e se acumulam nas estruturas internas do equipamento (HONORATO, 2006).

2.6.2.2 – Uso de Inertes

Materiais pastosos ocorrem em muitos processos da indústria de alimentos e química. Estão ligados à produção de gêneros alimentícios, produtos orgânicos intermediários, pigmentos, fármacos, sais, dentre outros. Quando submetidos à processos térmicos, esses materiais tendem a sofrer modificações em suas propriedades físicas que podem resultar em considerável aderência do material às paredes dos secadores, formando aglomerados que irão requerer maior tempo de processo e prejudicar toda a dinâmica da secagem. Em muitos casos, podem ocorrer regiões de superaquecimento ou formação de crostas que acabam por não gerar um produto final de qualidade (PALLAI et al., 2007; STRUMILLO et al., 1983).

Em geral, esse tipo de material ainda acaba tendo que passar por desintegração ou moagem para obtenção de um produto final de tamanho uniforme, o que aumenta os custos do processo devido a adição de novos equipamentos. Em alguns casos, o uso de *spray-dryers* é interessante, mas demanda altos custos com energia e instalação, tornando limitado o número de equipamentos que possam processar materiais com essas características de forma eficiente (PALLAI et al., 2007).

Devido a essas limitações, a secagem de pastas e suspensões de materiais termossensíveis tem sido estudada empregando técnicas de leito móvel, como o leito fluidizado ou de jorro. Entretanto, em materiais que não podem ser fluidizados ou jorrados, o uso de um leito de sólidos inertes se mostra extremamente vantajoso. O material úmido se distribui sobre a larga superfície de contato formada pelos inertes, formando uma fina camada onde o processo de secagem ocorre, a qual é constantemente renovada. Devido a fricção entre as partículas, o material se desgruda da superfície do inerte e, então, é carregado pela corrente de ar, permitindo sua coleta já na forma desidratada e em pó (KUDRA & MUJUMDAR, 2007; PALLAI et al., 2007).

O uso de sólidos inertes como carreadores tem sido uma tecnologia bastante interessante e apesar de ser inicialmente desenvolvida na década de 1950, pela antiga União Soviética, para indústrias químicas, de pigmentos, farmacêuticas e certos materiais de origem biológica, somente nas últimas duas décadas tem recebido renovado interesse devido a sua

habilidade de produzir pós dos mais variados materiais à taxas de evaporação competitivas às obtidas em outros secadores convencionais. Uma série de estudos na Polônia, Inglaterra, Brasil, Nova Zelândia e Austrália tem resultado em uma série de unidades piloto de uso dessa técnica (KUDRA & MUJUMDAR, 2009).

A secagem sob partículas inertes é tipicamente realizada em uma variedade de secadores de leitos fluidos (como os de leito fluidizado, de jorro, misto, vibrado, vibrofluidizado, dentre outros), assim como em outros secadores onde os materiais ficam dispersos e em constante movimento, como os secadores pneumáticos (KUDRA & MUJUMDAR, 2009). Independente da configuração hidrodinâmica, o princípio no uso dessa tecnologia consiste em dispersar o material sob a superfície do sólido inerte, o qual é movimentado dentro do secador, seja pelo fluxo de ar ou por movimentação mecânica produzida por transporte, vibração ou suspensores (KUDRA & MUJUMDAR, 2007; PALLAI et al., 2007).

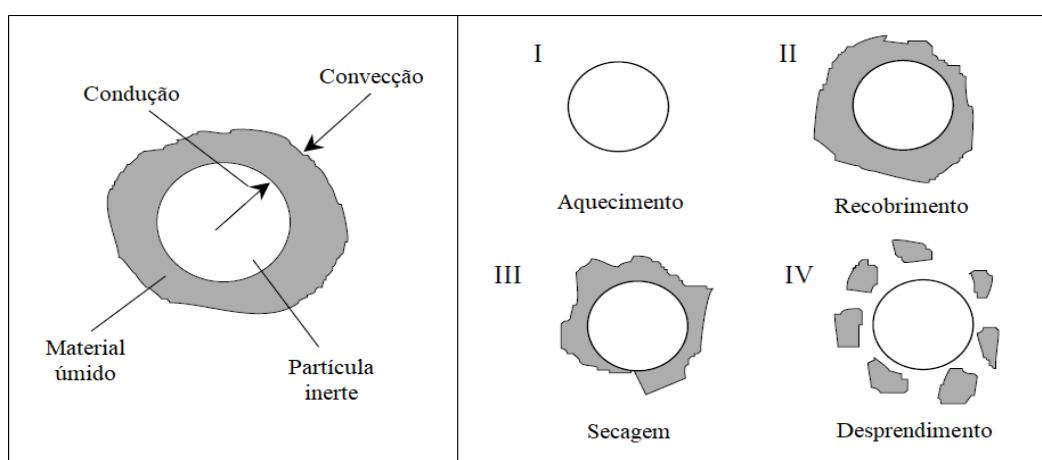


Figura 2.16 – Mecanismo de secagem sobre partículas inertes
(Adaptado de KUDRA & MUJUMDAR, 2009)

Na Figura 2.16 é apresentado o mecanismo de secagem sobre os inertes. O material em geral pastoso, flexível e pegajoso, forma uma camada sobre a superfície do sólido, a qual tem sua umidade removida tanto de forma convectiva pelo ar quente que adentra o secador, quanto de forma condutiva pelo calor sensível armazenado pelas partículas inertes. Quando essa camada se torna seca o suficiente a ponto de se tornar frágil e quebradiça, ela se desprende do inerte devido a processos de intensa atrito, compressão e impacto, devido aos contatos partícula-partícula e partícula-superfície do secador. O material torna-se um fino pó o qual é transportado junto com o ar de secagem e coletado na saída do secador por separadores gás-

sólido como os ciclones. Assim, o inerte é recoberto novamente por material úmido e o ciclo recomeça (KUDRA & MUJUMDAR, 2009 e 2007; PALLAI et al., 2007; STRUMILLO et al., 1983).

A granulometria dos pós é proporcional ao tamanho dos sulcos e ranhuras na superfície das partículas inertes. Materiais fibrosos, extremamente pegajosos e/ou que formem uma casca flexível quando desidratados não são indicados para uso desse método, uma vez que podem immobilizar o leito durante o processo (KUDRA & MUJUMDAR, 2009).

2.6.2.3 – O Secador Rotatório com Recheio de Inertes (SRRI)

Dentro do que foi exposto, tem-se uma configuração não-convencional do secador rotatório que acaba por ser bastante interessante na secagem de pastas e suspensões de alta umidade, utilizando o princípio do leito de inertes: o secador rotatório com recheio de inertes (SRRI). O SRRI consiste em um tambor cilíndrico dotado de suspensores e contendo no seu interior partículas inertes, as quais servem de suporte para o material pastoso a ser desidratado. Ao mesmo tempo que o cilindro está em rotação, o ar de secagem escoa através do meio e fornece energia térmica para evaporar a água do material pastoso alimentado. O material seca sobre a superfície dos inertes, cujo contato e atrito promovem a moagem do mesmo. O próprio ar promove o arraste do pó gerado por atrito no interior da câmara de secagem até um separador, onde o produto final é coletado (BURJAILI, 1996; LIMAVERDE JR, 2000).

Dessa forma, o SRRI faz uso dos efeitos cascata e rolagem presentes nos secadores rotativos, ao mesmo tempo que aproveita o calor convectivo do ar de secagem. Adicionalmente, dependendo do material do inerte, pode-se ter o princípio da secagem via contato, uma vez que os corpos inertes, aquecidos pelo ar de secagem, transferem calor condutivo ao material pastoso que os reveste. Uma especificidade do SRRI é o fato do ar de secagem não ter a função de movimentar o leito de inertes, o que é realizado pelo cilindro e seus suspensores durante a rotação. Isso faz com que o ar aquecido tenha função exclusiva de secagem do material pastoso e arraste do pó produzido (BURJAILI, 1996).

Os primeiros registros de uso dessa configuração não-convencional datam a partir de 1987, em trabalhos realizados pelo Professores José Roberto Delalibera Finzer, Mauro Marques Burjaili e José Romário Limaverde da Universidade Federal de Uberlândia, os quais apresentaram a nova tecnologia em Congressos e Revistas Nacionais (BURJAILI et al., 1987; FINZER et al., 1993). O depósito de patente do equipamento ocorreu em 1988, com registro

conferido pelo Instituto Nacional da Propriedade Industrial em 1994 (BURJAILI et al., 1994). Assim, uma série de trabalhos subsequentes com os mais variados materiais foi desenvolvida usando tal equipamento.

Álvares (1990) observou que a secagem de melaço de cana-de-açúcar em bandejas formava uma casca endurecida (*case hardening*) que elevava consideravelmente o tempo de processo. Dessa forma, o autor propôs a utilização do SRRI para produção de pó do melaço, o que se mostrou bastante satisfatório. Foram avaliados os parâmetros geométricos, condições de alimentação e distribuição de material úmido mais favoráveis ao processo, além da transferência de calor e massa envolvidos.

Burjaili (1996) efetuou a secagem de pasta de levedura termolisada, obtida como resíduo da indústria de açúcar e álcool, utilizando um SRRI. O autor avaliou o comportamento do leito de inertes em relação a velocidade de rotação e aos parâmetros geométricos do secador, como largura, espessura, número e inclinação de suspensores. Foram analisados também os impactos do sistema de alimentação (contínuo e intermitente) e o comportamento térmico do leito e do ar de secagem ao longo do equipamento.

Limaverde Jr (2000) secou melaço de cana-de-açúcar, maltodextrina e melaço com aditivo (fubá) no SRRI avaliando tanto a distribuição do material pastoso dentro do secador quanto as condições operacionais mais favoráveis, como: temperatura e vazão do ar de secagem, taxa e efeitos da intermitência na alimentação. O desempenho do secador também foi relacionado com a transição vítreia dos materiais e sua reologia.

Padilla (2003) efetuou a produção de farinha de banana em um SRRI, avaliando a influência da temperatura e vazão de ar de secagem, rotação do tambor, tempo de secagem e taxa de alimentação de pasta na umidade final e rendimento do secador (produção de farinha).

No trabalho de Honorato (2006) foi projetado, construído e otimizado um secador rotatório com recheio de inertes em escala de bancada para secagem de céfalo-tórax de camarão. Neste trabalho, verificou-se os efeitos da velocidade e temperatura do ar de secagem, além da vazão de alimentação e concentração de albumina (microencapsulante) e seus impactos na umidade final do pó, rendimento térmico e de produção do processo.

Moura (2009 e 2016) continuou o trabalho no secador usado por Honorato (2006), visando a secagem de resíduos de processamento de maracujá. No trabalho de 2009, uma automação e sistema de aquisição de dados foram implementados no equipamento com o intuito de um melhor monitoramento das variáveis de processo (temperatura e umidade do ar de

entrada e saída, rotação do tambor e massa de pó produzida). Já no trabalho de 2016, a autora realizou uma série de experimentos, avaliando os efeitos da intermitência de alimentação e temperatura do ar, além da análise dinâmica do mesmo através de modelagem matemática.

Como pôde ser observado nos trabalhos realizados, o potencial presente no secador rotatório com recheio de inertes ainda não foi totalmente explorado, ainda surgindo bastante lacunas, principalmente em seus princípios de operação e interação das variáveis de processo. Este trabalho buscou analisar o efeito das mais diversas variáveis desse secador, suas interações e impactos no produto obtido, usando inclusive técnicas de otimização e simulação numérica computacional para complementar os resultados obtidos, o que ainda não foi abordado em nenhum estudo prévio desse equipamento.

2.6.3 – Infravermelho

O infravermelho é uma radiação eletromagnética cujo comprimento de onda é maior do que o da luz visível, sendo por consequência invisível para os seres humanos. Tal radiação é liberada por todos os corpos que emitem calor e recebeu esse nome por possuir a frequência imediatamente menor que a da cor vermelha no espectro de cores (do latim *infra*, significa “abaixo”). Sua descoberta ocorreu no ano de 1880, quando o astrônomo inglês Willian Herschel estava fazendo estudos relacionados à capacidade de cada cor em produzir calor. Herschel verificou que a cor vermelha era a que mais apresentava calor, mas próxima à mesma havia uma radiação sem luz que conseguia atingir temperaturas ainda maiores que o vermelho (CENKOWSKI et al., 2008; RING, 2007).

Dessa forma, a radiação infravermelha pertence a região do espectro magnético responsável pela radiação térmica, sendo assim percebida sensorialmente na forma de calor. Pode ser classificada como infravermelho próximo, com comprimento de onda entre 0,7 μm à 25 μm, utilizada em aparelhos eletrônicos (como controles remotos e sensores, por exemplo) e infravermelho distante, na faixa de 25 μm a 1000 μm, este sim usado para aquecimento, secagem e na medicina para tratamentos musculares e estéticos (CENKOWSKI et al., 2008).

Quando a energia infravermelha é absorvida, a mesma é convertida em energia térmica. Isso ocorre porque o infravermelho, ao penetrar na superfície exposta, cria um aquecimento interno através da vibração molecular do material, fazendo com que a radiação seja convertida em calor. A profundidade da penetração depende da composição e estrutura do

material e também do comprimento de ondas da radiação infravermelha. Tal absorção pode alterar as características físicas, físico-químicas, bioquímicas e biológicas do material. (CENKOWSKI et al., 2008; GINZBURG, 1969; HEBBAR & ROSTAGI, 2001).

A transferência de calor durante a secagem por infravermelho difere substancialmente da desidratação por ar quente. Usando essa radiação em materiais úmidos, as temperaturas mais altas ocorrem nas camadas próximas à superfície irradiada e são função do coeficiente de transferência. Devido a isso, o calor gerado na superfície é conduzido na direção do centro do corpo tão bem quanto na sua superfície, permitindo uma secagem mais rápida e eficiente (CENKOWSKI et al., 2008; GINZBURG, 1969; HEBBAR & ROSTAGI, 2001). Já o calor da superfície é transferido para o ar circundante por convecção. Ao mesmo tempo, o transporte de massa, na forma de fluxo de água, ocorre o tempo todo do centro do material para sua superfície. Como consequência disso, na superfície do material teremos fluxos concorrentes de calor e massa, enquanto que nas camadas mais profundas tais fluxos serão contracorrentes. Tem sido observado que a taxa de secagem de alimentos que passam por aquecimento infravermelho é mais alta quando comparada aos métodos convencionais por ar quente e aumenta com o aumento de energia fornecida pelo emissor de infravermelho (MASAMURA et al., 1988; NOWAK & LEWICKI, 2004).

O infravermelho já vem sendo utilizado em vários ramos industriais, como no setor de panificações, cervejarias, açúcar e álcool, tintas, revestimentos, adesivos, papéis e têxtil (CENKOWSKI et al., 2008; HEBBAR & ROSTAGI, 2001). Entretanto, o uso específico na secagem de alimentos não é tão comum como se pensa, o que motivou a explorar essa técnica e sua potencialidade neste trabalho. Um dos primeiros trabalhos na literatura relacionados a isso é o de Ginzburg (1969) que descreveu o uso do infravermelho na secagem de grãos, farinha, vegetais, massas, carnes e peixes, relatando a eficiência do uso dessa radiação para remoção de umidade dos mesmos. Sandu (1986) também apontou a versatilidade do infravermelho na secagem de alimentos, principalmente devido aos pequenos espaços necessários para o equipamento e a economia de energia (RATTI & MUJUMDAR, 2007).

Dentre os principais pontos positivos do uso do infravermelho para secagem pode-se citar: alta eficiência na conversão da energia fornecida em calor; a radiação penetra diretamente sobre o material, sem aquecer ou perder calor para as vizinhanças; aquecimento uniforme do material; facilidade de programar, manipular e controlar, além de ser adaptável aos mais variados produtos; baixa deterioração do produto e nivelamento dos níveis de umidade do

mesmo; fontes de infravermelho são baratas se comparada às de micro-ondas e raios-x por exemplo, tendo longa vida útil e baixa manutenção, ocupando pequenos espaços e podendo ser facilmente adaptadas a secadores convencionais já instalados (CENKOWSKI et al., 2008; RATTI & MUJUMDAR, 2007).

Já como desvantagens pode-se citar a dificuldade de realizar *scale-up* dos aquecedores; a necessidade de espalhamento da amostra em finas camadas para manter sua eficiência, já que o infravermelho é uma metodologia essencialmente de superfície; altos tempos de secagem se o equipamento for conduzido a baixas temperaturas, como ocorre na secagem de produtos termossensíveis (RATTI & MUJUMDAR, 2007).

Cabe-se ressaltar que o aquecimento por infravermelho, por ser mais uniforme, pode resultar em melhores características de qualidade do que outros métodos, apesar de alguns trabalhos indicarem que possam ocorrer mudanças nas características físicas, químicas e funcionais de alguns materiais (NOWAK & LEWICKI, 2004).

2.6.4 – Micro-ondas

As micro-ondas são radiações eletromagnéticas invisíveis aos olhos dos seres humanos, de alto comprimento de onda (compreendido de 1 mm a 1 m) e frequência que varia entre 300 MHz e 300 GHz. Seu uso é relativamente recente, sendo que suas aplicações práticas começaram durante a Segunda Guerra Mundial, com os primeiros fornos micro-ondas sendo inventados pouco tempo depois, em 1947, pelo engenheiro americano Percy Lebaron Spencer (SCHIFFMANN, 2007).

Nos últimos vinte anos, a presença de fornos micro-ondas se tornou praticamente essencial na maioria das cozinhas. Os rápidos tempos de cozimento e maior economia de energia quando comparado aos métodos convencionais de preparo de alimentos são seus benefícios primários. Embora esse uso das micro-ondas seja bastante difundido, a aplicação dessa tecnologia a nível industrial para processamento e secagem de materiais é relativamente recente, sendo que tal uso tem o potencial de oferecer vantagens similares aos métodos convencionais, porém com tempos de processamento reduzidos e consequente economia de energia (VENKATESH & RAGHAVAN, 2004).

Na secagem convectiva ou por infravermelho, a velocidade de secagem é limitada pela taxa na qual a água se difunde do interior para a superfície do material onde é evaporada, sendo

que a mesma decresce continuamente conforme a umidade vai sendo removida. Estima-se que cerca de dois terços do tempo total de secagem são destinados para remover o terço final de água presente no material. Já na secagem por micro-ondas o mecanismo é completamente diferente. As micro-ondas têm a habilidade de penetrar os materiais e aquecê-los volumetricamente, ou seja, em toda sua extensão. Por causa do calor interno gerado pelo campo magnético, produz-se assim um gradiente de pressão o qual efetivamente “bombeia” a água do interior para a superfície das amostras (DATTA & ANANTHESWARAN, 2001; LI & RAMASWAMY, 2008; SCHIFFMANN, 2007).

Tal fenômeno ocorre devido a estrutura molecular da água, que consiste de um átomo de oxigênio carregado negativamente separado de átomos de hidrogênio carregados positivamente, formando o chamado dipolo elétrico. Quando um campo elétrico de micro-ondas é aplicado a um alimento, os dipolos tendem a se orientar na direção do campo, semelhante ao que ocorre a uma bússola em um campo magnético. Como o campo elétrico oscila rapidamente de positivo para negativo e milhares de vezes por segundo, os dipolos das moléculas tendem a acompanhá-lo e geram calor por fricção. De forma similar, quando compostos iônicos são submetidos ao campo, os mesmos colidem randomicamente com grupos não ionizados, também gerando calor durante as colisões. Dessa forma, tem-se calor sendo gerado em toda a extensão da amostra, acelerando drasticamente o processo (FELLOWS, 2006; LI & RAMASWAMY, 2008; SCHIFFMANN, 2007).

Em geral, o processo de secagem por micro-ondas pode ser dividido em três estágios. No primeiro estágio, tem-se o período de aquecimento, no qual a energia de micro-ondas é convertida em energia térmica. Uma vez que a pressão de vapor da água no material é maior que no ambiente, o material começa a perder umidade, mas em taxas relativamente baixas. No segundo estágio, ocorre o período de secagem rápida, durante o qual um perfil de temperatura estável é estabelecido e a energia térmica convertida da radiação de micro-ondas é usada para a vaporização da umidade. No terceiro e último estágio, tem-se a redução na taxa de secagem, que ocorre quando a umidade local no material é reduzida para um ponto no qual a energia necessária para sua vaporização é menor que a energia térmica convertida das micro-ondas. A temperatura local, assim, pode elevar-se acima da temperatura de ebulição da água. Dessa forma, mesmo que a conversão da energia de micro-ondas em calor se reduza, a temperatura do alimento ainda pode continuar a aumentar, resultando em risco de superaquecimento ou carbonização (ZHANG et al., 2006).

A secagem por micro-ondas é rápida, mais uniforme e energeticamente eficiente quando comparada com os sistemas convencionais por ar quente. Devido ao aquecimento interno, a maioria da umidade é vaporizada antes de deixar a amostra, o que força o líquido a ser bombeado para a superfície devido ao gradiente gerado. A energia se acopla diretamente ao solvente e não ao substrato, gerando um aquecimento seletivo. Além disso, o sistema é compacto pois, quando comparado com sistemas convencionais, o micro-ondas ocupa um espaço muito menor, permitindo fácil manuseio e alocação (LI & RAMASWAMY, 2008; MASKAN, 2000). A energia de micro-ondas pode ainda, quando combinada com outros métodos de desidratação, aumentar a eficiência de remoção de umidade e gerar produtos de melhor qualidade, dependendo das condições utilizadas (ZHANG et al., 2006).

Dentre as desvantagens da desidratação por micro-ondas pode-se citar que tal metodologia é conhecida por resultar em produtos de baixa qualidade se não for corretamente aplicada. Isso ocorre devido ao fato de que, mesmo o aquecimento sendo volumétrico, pode haver a ocorrência de uma não uniformidade de distribuição de temperaturas devido a interferências e oscilações do próprio campo magnético. Isso faz com que algumas regiões do material recebam calor muito mais rapidamente em comparação com outras, gerando diferenças no aquecimento. Regiões ainda úmidas e carbonizadas podem coexistir nas amostras, se a intensidade do campo e tempo de processo não forem corretamente conhecidos e controlados (MASKAN, 2000; VADIVAMBAL & JAYAS, 2010).

Dessa forma, a potencialidade do uso das micro-ondas, principalmente devido aos reduzidos tempos de processo (e, por conseguinte, alta economia de energia), motivou seu estudo neste trabalho, visando uma melhor compreensão dos efeitos dessa radiação eletromagnética para uso exclusivo em secagem.

2.6.5 – Secagem Intermittente

2.6.5.1 – Definição

Como comentado anteriormente, dentre as operações unitárias presentes na indústria de processamento de alimentos, a secagem se destaca como uma das que mais consome energia, podendo ser responsável por 20 a 25% de todo gasto energético dessas empresas. Dessa forma, a busca por técnicas inovadoras que permitam, ao mesmo tempo, aumentar a eficiência energética sem aumentar os custos envolvidos e tampouco prejudicar o produto final obtido tem

recebido recente atenção (CHUA et al., 2003; KOWALSKI & PAWLOWSKI, 2011; KUMAR et al., 2014b).

Dentro desse cenário tem se destacado o uso da secagem intermitente, que consiste em se alterar as condições de secagem com o tempo, variando-se o fornecimento de energia térmica ao processo. É uma alternativa técnica interessante, reconhecida por reduzir o tempo efetivo de secagem do material, o que torna o processo energeticamente mais eficiente, ao mesmo tempo que estudos têm indicado que é possível aumentar também a qualidade do produto final obtido, reforçando ainda mais o potencial da mesma (CHUA et al., 2003; KOWALSKI & PAWLOWSKI, 2011; KUMAR et al., 2014b).

A principal estratégia de intermitência consiste no processo “*on/off*”, onde a fonte de calor é periodicamente ligada e desligada. Os períodos de tempo onde não há fornecimento de energia são denominados têmpera ou descanso, os quais permitem que a água migre por difusão do interior do material para a superfície, ocasionando uma “redistribuição” da umidade e temperatura nas amostras antes das mesmas receberem uma nova quantidade de energia do processo. Assim, quando o material volta a ser aquecido, sua secagem ocorre de forma mais rápida e uniforme, reduzindo o tempo efetivo de processo e, ao mesmo tempo, economizando energia (ALLAF et al., 2015; CHUA et al., 2003; DEFRAEYE, 2016; KUMAR et al., 2014b).

Esse processo de redistribuição ou migração de umidade e temperatura nas amostras foi confirmado por Jumah et al. (2007) que verificaram em amostras de azeitona que, após longos períodos de têmpera, a umidade estava distribuída de maneira muito mais uniforme, ocasionando alta remoção da mesma no início do ciclo de secagem efetiva, o que por sua vez reduziu os tempos de processo e o consumo de energia.

O uso da intermitência impacta também na qualidade final do material obtido, uma vez que minimiza o superaquecimento das amostras nas etapas de menor umidade do processo. Quanto um material é desidratado de forma contínua, após um certo período de tempo, a taxa de secagem tende a se reduzir, uma vez que as amostras não possuem umidade suficiente para ser removida. Como a quantidade de energia fornecida ao processo é constante, ocorre a exposição do material ao calor excessivo, principalmente na superfície. O uso da intermitência permitiria assim fornecer condições que a umidade pudesse ter tempo suficiente de se transferir do centro das amostras para a superfície, minimizando esses efeitos, reduzindo o superaquecimento, formação de trincas, rachaduras e incrustações, além de manter as

características do produto (ALLAF et al., 2015; DEHGHANNYA et al., 2018; KUMAR et al., 2014b).

Essa manutenção de qualidade, impacta diretamente nos teores de bioativos dos produtos desidratados. Chua et al. (2000) verificaram um aumento de 20% na retenção de vitamina C em amostras de goiaba após o uso da intermitência. Soysal et al. (2009) analisaram a secagem intermitente de pimentão vermelho e verificaram melhores atributos sensoriais, aparência, cor e textura do produto final. Zhao et al. (2014) observaram que o uso da intermitência permitiu reduzir as perdas de betacarotenos em cenouras de 43,92% para 11,28% quando comparado a secagem continua, além da melhor aparência final. Fu et al. (2016) encontraram elevados teores de ácido linoleico, fenólicos e flavonoides ao usar a intermitência na secagem de nozes.

Além da intermitência “*on/off*”, o calor pode ser fornecido pelas mais diferentes fontes e nos mais variados modos de transferências em taxas que variam com o tempo (rampas, pulsos, ciclos, senóides, sigmoides, dentre outros dependendo do material). Assim, a energia pode diminuir, aumentar ou cessar por completo. Pode ser que o tempo total de processo aumente, mas o consumo de energia efetivo é, em geral, bem menor e tem-se um produto final de alta qualidade (ALLAF et al., 2015; CHUA et al., 2003).

Na secagem convectiva, a intermitência pode ser obtida de diferentes formas, sendo que as mais populares são aquelas que alteram as condições do ar fornecido, seja sua temperatura, vazão, umidade ou pressão. Estudo mais recentes tem avaliado o uso de micro-ondas e outras radiações de forma intermitente isoladas ou combinadas a processos convectivos, onde a intermitência é obtida variando-se a potência ao longo do processo. É importante ressaltar que a escolha da forma de intermitência usada não pode ser arbitrária, devendo ser bem fundamentada nos processos de transferência de calor e massa e nas características físicas do produto a ser desidratado (ALLAF et al., 2015; DEFRAEYE, 2016; KUMAR et al., 2014b).

2.6.5.2 – Intermitência em micro-ondas e infravermelho

Como discutido em tópicos anteriores, um dos principais problemas do uso das micro-ondas é a distribuição não-uniforme de temperaturas durante o processo de aquecimento e secagem, o que acaba gerando regiões heterogêneas de umidade ao longo da secagem e no produto final. Essa não-uniformidade ocorre devido a interferência das ondas eletromagnéticas

dentro do forno de micro-ondas e a variação nas propriedades dielétricas, físicas e térmicas dos componentes do alimento durante o aquecimento, o que acabam por ocasionar, ao mesmo tempo, regiões de alta umidade onde micro-organismos patogênicos podem se desenvolver; ou regiões de superaquecimento e carbonização, que degradam o material e comprometem o produto final (KUMAR et al., 2014a).

Dessa forma, a secagem intermitente em micro-ondas se mostra uma solução promissora para aumentar a eficiência energética e qualidade do produto final sem aumentar os custos de secagem, uma vez que é realizada apenas controlando a energia térmica fornecida ao processo e por permitir a redistribuição da temperatura e umidade nas amostras, tornando-as mais homogêneas ao recebimento dessa radiação (SOYSAL et al., 2009). Esse método já foi utilizado por exemplo para cenouras (CHUA & CHOU, 2005; ZHAO et al., 2014); pimentão vermelho (SOYSAL et al., 2009); maçãs (KUMAR et l., 2014a) e marmelo (DEHGHANNYA et al., 2018) com ótimos resultados obtidos e foi utilizado neste trabalho como um complemento ao estudo realizado no uso das micro-ondas para a secagem.

Kumar et al. (2014a), por exemplo, conseguiram confirmar a redistribuição da umidade e maior uniformização das temperaturas aplicando processos de têmpera em maçãs secas em micro-ondas com o uso de uma câmera térmica (Figura 2.17). Os autores verificaram que a intermitência facilitou a redução da não-uniformidade do aquecimento por micro-ondas, redistribuindo as temperaturas dos pontos de superaquecimento e removendo a umidade acumulada na superfície.

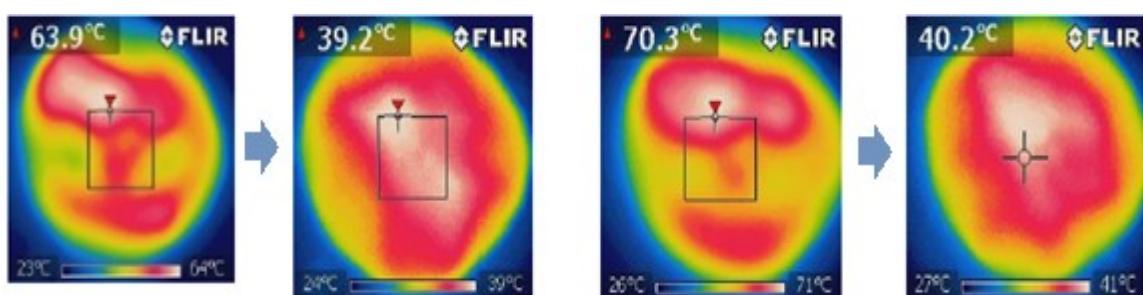


Figura 2.17 – Redistribuição de temperaturas observada por Kumar et al. (2014)

Mesmo não sendo tão intensa e/ou prejudicial como às micro-ondas, a radiação infravermelha pode também ser aplicada de forma intermitente na secagem de materiais termossensíveis, os quais, de forma contínua, só podem ser secos a baixas temperaturas ocasionando elevados tempos de processo. O uso da intermitência permite assim aumentar a eficiência da secagem, reduzindo o tempo de processo substancialmente e, por conseguinte, o

consumo de energia, além de aumentar a qualidade final do produto, de forma similar ao observados nas micro-ondas (GINZBURG, 1969; CHUA & CHOU, 2005).

Carrol e Churchill (1986) e Zbicinski et al. (1992) sugeriram o uso de infravermelho intermitente para materiais termossensíveis, como forma de redução de tempo de processo e aumento da qualidade dos produtos obtidos. Tan et al. (2001) efetuaram a secagem de batatas e abacaxi por infravermelho intermitente, verificando impactos tanto na redução do tempo de secagem quanto na cor do produto obtido. Chua & Chou (2005) usaram infravermelho de forma intermitente em amostras de cenoura e batata, reduzindo consideravelmente o tempo de processo e reduzindo os impactos da radiação na cor do produto final. Assim, avaliou-se também o uso da intermitência na secagem por infravermelho dos materiais avaliados neste trabalho, uma vez que poucos registros na literatura constam para seu uso em específico para essa radiação.

Capítulo 3

MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão apresentados, de forma detalhada, os materiais utilizados (Seção 3.1), as análises realizadas tanto na caracterização quanto na determinação dos teores de compostos bioativos (Seção 3.2), todas as metodologias de secagem avaliadas neste trabalho (Seção 3.3) e as análises complementares aos resultados, como microscopia, transição vítreia e otimização matemática (Seção 3.4).

3.1 – Materiais Utilizados

3.1.1 – Microalga *Spirulina platensis*

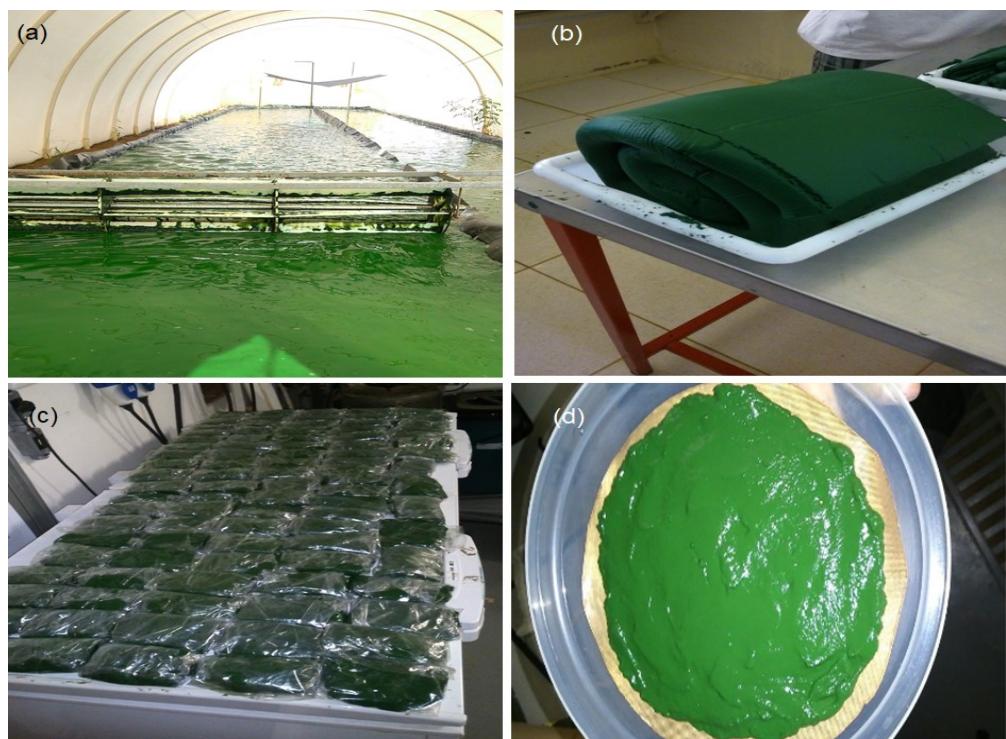


Figura 3.1 – *Spirulina platensis* utilizada: (a) tanque de cultivo; (b) amostras disponibilizadas pela empresa; (c) amostras empacotadas; (d) aspecto visual do material

A microalga *Spirulina platensis* utilizada nos experimentos (Figura 3.1) foi fornecida pela empresa Brasil Vital, localizada no município de Anápolis-GO. O material foi coletado diretamente dos tanques de cultivo da empresa, sendo então filtrado à vácuo para remoção do excesso de umidade. As amostras foram então separadas, empacotadas e congeladas em freezer

à aproximadamente -18°C. Para o armazenamento das mesmas utilizou-se embalagens de polietileno lacradas e envoltas em papel alumínio com o intuito de preservar as propriedades da Spirulina e evitar a fotodegradação de seus compostos.

3.1.2 – Camu-camu

O camu-camu (*Myrciaria dubia*) foi fornecido por um sítio localizado na cidade de Ibiá-MG, sendo colhido já maduro e de forma manual. A espécie usada era do tipo arbórea, adaptada a terra firme e ao clima do cerrado. Os frutos (Figura 3.2) foram separados e armazenados inteiros em freezer à -18°C, utilizando sacos de polietileno envoltos em papel alumínio, de forma semelhante à Spirulina.



Figura 3.2 – Camu-camu (*Myrciaria dubia*) utilizado neste trabalho

3.1.3 – Bagaço de Malte

O bagaço de malte (Figura 3.3) foi fornecido pela microcervejaria Uberbrau Ltda., localizada na cidade de Uberlândia-MG. O bagaço era composto 100% por malte de cevada, sem adjuntos, sendo recolhido diretamente na cervejaria, logo após o processo de mosturação. Seu armazenamento também foi realizado em sacos de polietileno com papel alumínio, ficando congelado em freezer (-18°C) até o momento dos experimentos.



Figura 3.3 – Bagaço de malte utilizado neste trabalho

Cabe ressaltar que antes dos experimentos, os materiais eram retirados do freezer e deixados a temperatura ambiente para descongelar até que os testes fossem realizados. A microalga ficava de 4 a 6 horas nesse processo, uma vez que submetida a tempos superiores iniciava-se seu processo de degradação. Já o camu-camu e bagaço eram descongelados por cerca de 6 a 8 horas antes dos experimentos. Outro ponto importante, é que as amostras obtidas nas secagens também foram armazenadas em freezer, ficando lacradas, empacotadas e envoltas em papel alumínio até o momento das análises.

3.2 – Análises Realizadas

Os materiais passaram por uma série de análises físico-químicas com o objetivo de verificar suas propriedades, a presença de compostos bioativos relevantes para um possível aproveitamento e os efeitos de cada metodologia de secagem e suas variáveis no produto obtido. Tanto os materiais *in natura* (isto é, úmidos, antes do processo de secagem) quanto secos foram submetidos a essas análises, as quais estão melhor detalhadas nos tópicos a seguir.

3.2.1 – Umidade e Atividade de Água (a_w)

A determinação da umidade das amostras, em base úmida e expressa em porcentagem, foi realizada através do método de estufa à $105 \pm 3^\circ\text{C}$ por 24 horas (AOAC, 1995). Para tal foi usada uma estufa de convecção forçada Marconi, modelo MA033 (Figura 3.4a).

A atividade de água (a_w), foi determinada através do equipamento LabSwift da Novasina (Figura 3.4b) no qual, através de um sistema de controle de temperatura integrado a um sensor infravermelho, são fornecidas as leituras de a_w das amostras em uma faixa de 0,000 a 1,000 com precisão de $\pm 0,001$ (Figura 3.4b).

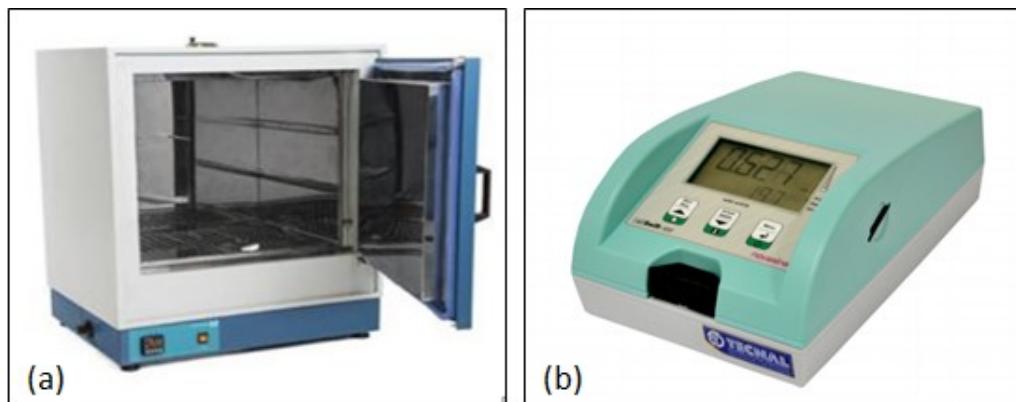


Figura 3.4 – Estufa para análise de umidade (a) e analisador de a_w (b)

3.2.2 – Densidade

A densidade ou massa específica real dos materiais estudados foi determinada através de picnometria por gás hélio no equipamento da Micromeritics, modelo AccuPyc 1330. Tal metodologia faz uso da variação de pressão do gás em uma câmara de determinado volume para o cálculo do volume real de um sólido e, por consequente, sua densidade. O hélio é adequado para esta aplicação devido ao tamanho dos seus átomos, que conseguem penetrar nos poros do material, permitindo assim a determinação do volume do sólido com maior precisão (MOURA & FIGUEIREDO, 2002). Para essa análise, as amostras foram previamente secas em estufa ($105 \pm 3^\circ\text{C}$ por 24 horas) e, então, trituradas em liquidificador até a homogeneidade.

3.2.3 – Cinzas

O teor de cinzas foi determinado por metodologia na qual cerca de 1,5 g de material, previamente seco em estufa à $105 \pm 3^\circ\text{C}$ por 24 horas, é incinerado em mufla (Tecnal – EDG, Modelo 1150-1P-W1) à 600°C por 4 horas (ASTM, 1998). O resultado foi expresso em % de cinzas em relação a massa inicial colocada na mufla.

3.2.4 – pH

A determinação do pH foi realizada conforme metodologia do Instituto Adolfo Lutz (1985), adicionando-se cerca de 15,0 g das amostras *in natura* em 100 mL de água destilada e submetendo as mesmas à agitação em agitador magnético Fisatom, modelo 751, por 30 minutos. Posteriormente a solução foi filtrada com o uso de papel filtro e o sobrenadante teve seu pH aferido em um pHmetro Gehaka, modelo PG1800.

3.2.5 – Análises de Compostos Bioativos

Os compostos bioativos analisados nesse estudo foram os fenólicos totais, flavonoides totais, ácido cítrico, ácido ascórbico (exclusivo para o camu-camu e bagaço de malte) e ficocianina (exclusivo para a Spirulina). Todas as análises foram realizadas em triplicata, com ambiente climatizado e a luz apagada para evitar a degradação dos mesmos.

Para a realização dessas cinco análises, as amostras foram previamente trituradas em liquidificador até não haver grânulos e, então, pesadas em balança com precisão de 10^{-4} g, do fabricante Shimadzu, modelo AY220. A partir daí, as amostras foram direcionadas para dois processos distintos de extração, de acordo com a natureza do bioativo analisado. Os compostos fenólicos e flavonoides totais foram extraídos das amostras utilizando metanol absoluto, enquanto que o ácido cítrico, ácido ascórbico e ficocianina usando água destilada.

Na determinação dos teores de fenólicos e flavonoides, o metanol foi colocado em contato com a amostra triturada em tubo com tampa e agitado em vórtex NSA002441 da Edutec por 3 minutos. Após a agitação, a mistura foi armazenada em local escuro por uma hora com a finalidade de uma maior extração dos compostos presentes, sendo posteriormente filtrada em papel filtro, para obtenção do filtrado que foi usado nas análises.

Para obtenção dos teores de ácido cítrico, ácido ascórbico e ficocianina, as amostras trituradas foram maceradas com água destilada até completar o volume de 250 mL, filtradas e então o filtrado, denominado “extrato” ou “suco”, era submetido às análises. A seguir são descritas as metodologias detalhadas de cada uma das análises realizadas.

3.2.5.1 – Teor de Fenólicos Totais (TPC)

O teor de compostos fenólicos totais foi determinado pelo método de *Folin-Ciocalteau*, utilizando ácido gálico ($C_7H_6O_5$) como padrão de acordo com Singleton & Rossi

(1965) e leitura em espectrofotômetro. O reagente de *Folin-Ciocalteau* é uma solução de íons complexos poliméricos formados a partir de heteropoliácidos fosfomolibdicos e fosfotungsticos. Esse reagente oxida os fenolatos, reduzindo os ácidos a um complexo azul Mo-W, permitindo sua leitura no espectrofotômetro. A leitura foi realizada à 622 nm e a curva analítica foi construída utilizando o ácido gálico como padrão. Os resultados foram expressos em mg de ácido gálico / 100 g amostra em base seca.

3.2.5.2 – Teor de Flavonoides Totais (TFC)

A determinação do teor de flavonoides foi realizada por método colorimétrico, descrito por Zhishen et al. (1999), também com leitura em espectrofotômetro. Esse método utiliza o cloreto de alumínio (AlCl_3) como agente de deslocamento para diminuir a interferência de outros compostos na leitura de absorbância da solução. A rutina ($\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16}$) foi utilizada como padrão para a obtenção da curva de calibração e as leituras de absorbância foram realizadas à 450 nm. Os resultados foram expressos em mg de rutina / 100 g amostra em base seca.

3.2.5.3 – Acidez (ATT)

A análise de acidez ou acidez total titulável, cujo objetivo é quantificar a presença do ácido cítrico nas amostras, foi realizada de acordo com o método titulométrico da *Association of Official Analytical Chemists – AOAC* (1995). Neste, titula-se os extratos obtidos da maceração com NaOH 0,1 N padronizado até a viragem, utilizando fenolftaleína como indicador. Os resultados foram expressos em mg de ácido cítrico / 100 g amostra em base seca.

3.2.5.4 – Teor de Ácido Ascórbico (AA)

O teor de ácido ascórbico também foi determinado por titulometria, em metodologia que se baseia na redução do composto 2,6-diclorofenol-indofenol (DCFI) pelo ácido ascórbico. Nesta análise, ácido oxálico 2% é adicionado aos extratos e a solução resultante é titulada com solução de DCFI 0,025% padronizado. Os resultados foram expressos em mg de ácido ascórbico / 100 g amostra em base seca (AOAC, 1995).

3.2.5.5 – Teor de Ficocianina (TF)

O teor de ficocianina foi determinado por metodologia adaptada de Costa et al. (2016), na qual o extrato obtido por maceração foi lido em espectrofotômetro em diferentes absorbâncias. Tal método foi escolhido devido ao fato de a ficocianina ser solúvel em água e facilmente extraída da biomassa. A concentração de ficocianina em mg/mL foi obtida através da relação abaixo (Equação 3.1), descrita por Bennett e Bogorad (1973), sendo o TF posteriormente convertido em g de ficocianina / 100 g amostra em base seca, em função de massa e umidade das amostras analisadas.

$$TF = \frac{Abs_{620} - 0,474 \cdot Abs_{652}}{5,34} \quad (3.1)$$

3.3 – Metodologias de Secagem

As metodologias de secagem avaliadas neste trabalho estão detalhadas nos tópicos a seguir. A *Spirulina platensis* foi seca por *refractance window* (RW), secador rotatório com recheio de inertes (SRRI), micro-ondas, infravermelho e secagem intermitente. O camu-camu foi seco em secador rotatório com recheio de inertes e o bagaço por *refractance window*.

3.3.1 – Cinética de Secagem

Em posse dos dados de variação de umidade do material ao longo do tempo de secagem, efetuou-se o estudo da cinética das metodologias analisadas. Com o intuito de uma melhor apresentação dos dados, os valores de cinética foram convertidos em um adimensional de umidade (MR), dado pela Equação 3.2:

$$MR = \frac{M - M_{eq}}{M_0 - M_{eq}} \quad (3.2)$$

Onde MR é o adimensional de umidade, M é a umidade em um tempo qualquer, M₀ é a umidade inicial e M_{eq} é a umidade de equilíbrio.

Para encontrar a equação da literatura que melhor descrevesse a cinética da secagem em cada técnica avaliada, os resultados obtidos de MR foram analisados segundo as Equações de 3.3 a 3.7, expostas na Tabela 3.1. Os parâmetros dessas equações foram estimados pelo

método dos mínimos quadrados (estimativa não-linear) e a melhor equação foi escolhida levando-se em conta o nível de significância dos parâmetros, a magnitude do coeficiente de correlação (R^2) e a distribuição dos resíduos.

Tabela 3.1 – Equações de cinética de secagem da Literatura

Modelo	Equação	Referência
$MR = \exp(-kt)$	3.3	LEWIS (1921)
$MR = \exp(-kt^n)$	3.4	PAGE (1949)
$MR = \exp[-(kt)^n]$	3.5	OVERHULTS et al. (1973)
$MR = A \exp(-kt)$	3.6	BROOKER et al. (1974)
$MR = A \cdot \exp(-kt^n) + Bt$	3.7	MIDILLI et al. (2002)

Com a melhor equação definida, foi realizada uma regressão múltipla e, assim, obtida a equação estimada para representar a constante de secagem (k) e outros parâmetros em função das variáveis independentes estudadas. Todo o tratamento estatístico dos dados foi realizado no software STATISTICA®, para Windows, versão 7.0.

3.3.2 – Secagem por *Refractance Window* (RW)

Para realização da secagem por *refractance window* (RW), construiu-se o equipamento em escala piloto operando em batelada apresentado na Figura 3.5.

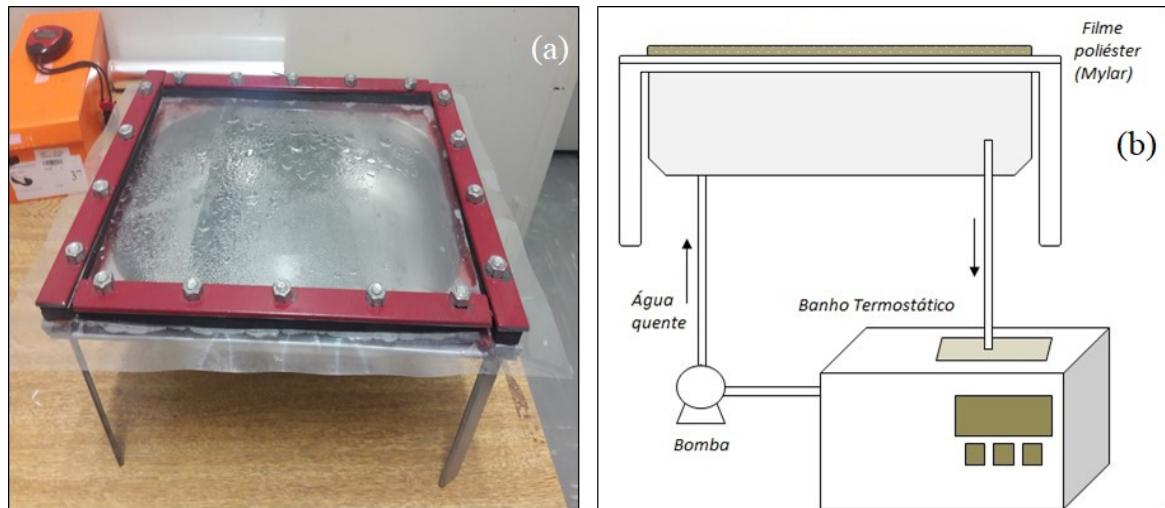


Figura 3.5 – Unidade de *refractance window* (RW): (a) Equipamento (b) Figura Esquemática

O dispositivo consistiu de um reservatório de alumínio com dimensões 28 x 20 cm e 8 cm de profundidade, o qual era alimentado por água quente circulante proveniente de um

banho termostático (TECNAL, modelo TE184). Fixou-se no topo do reservatório o filme transparente Mylar® tipo D (DuPont, EUA), com 0,25 mm de espessura, de modo que o mesmo ficasse com sua face inferior em contato direto com a água quente oriunda do banho e a face superior fosse suporte para o material a ser secado. O monitoramento da temperatura foi feito tanto pelo indicador de temperatura presente no banho, quanto com o uso de termômetro com precisão de $\pm 1^{\circ}\text{C}$, avaliando a temperatura da água que deixava o reservatório.

3.3.2.1 – Secagem da Spirulina em RW

Cerca de 40 g da amostra de Spirulina foram espalhadas sobre o filme Mylar® com o auxílio de uma moldura de PVC, a qual permitiu obter uma espessura média de 0,5 cm para todo o material. Todos os experimentos foram realizados em ambiente climatizado, o qual mantinha a umidade relativa do ar em uma faixa entre 40 e 50%, com o intuito de impedir que a umidade do ar circundante influenciasse no processo de secagem.

Após testes iniciais, verificou-se uma alta aderência da microalga ao filme dificultando sua remoção para as análises de umidade e compostos bioativos. Assim, optou-se por espalhar o material sobre uma lâmina de papel alumínio a qual era colocada, então, sobre o filme Mylar®. Esse procedimento permitiu tanto um aproveitamento melhor da Spirulina ao término dos experimentos, quanto facilitou a construção das curvas de cinética, uma vez que era agora possível pesar o material em diferentes intervalos de tempo. Desmorieux et al. (2010) e Ortiz-Jerez e Ochoa-Martínez (2015) já haviam relatado que a presença do papel alumínio não afeta consideravelmente a troca térmica devido sua alta condutividade, o que foi confirmado por experimentos preliminares realizados com e sem a lâmina.

Inicialmente, realizou-se experimentos preliminares às temperaturas de 60°C, 70°C e 80°C com o intuito de verificar o comportamento do material ao longo da secagem por RW. Os experimentos foram conduzidos até que a variação de massa fosse desprezível. Baseado nos resultados obtidos, realizou-se uma série de experimentos visando verificar o efeito das variáveis Temperatura (T) e tempo (t) sobre o processo, em especial, sobre os teores de compostos bioativos. Assim, organizou-se os experimentos em um Planejamento Composto Central Rotacional ($\alpha = 1,414$), com duas réplicas no ponto central, totalizando 10 experimentos, cujas variáveis reais e codificadas são apresentadas na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Planejamento composto central para a secagem da Spirulina por RW ($\alpha=1,414$)

Variáveis	-1,414	-1	0	+1	+1,414
Temperatura (°C)	55,9	60,0	70,0	80,0	84,1
Tempo (horas)	2,4	3,0	4,5	6,0	6,6

3.3.2.2 – Secagem do Bagaço de Malte em RW

Para a secagem do bagaço de malte, cerca de 75 g de bagaço de malte foram espalhados sobre o filme Mylar® mantendo uma espessura média de 0,5 cm. Também se optou por realizar os experimentos sobre uma lâmina de papel alumínio ao invés de diretamente sobre o filme.



Figura 3.6 – Espalhamento das amostras de bagaço de malte no RW

Outra consideração importante é que o bagaço, devido a facilidade de manipulação em comparação com a microalga, permitiu ser separado em retângulos de cerca de 15 por 2 cm, espaçados entre si cerca de 0,5 cm, como mostra a Figura 3.6. Essa configuração favoreceu a remoção de umidade, uma vez que o material teve a tendência de secar da extremidade para o centro (o chamado “efeito de borda”), reduzindo o tempo de processo.

Assim como na secagem da Spirulina, realizou-se experimentos preliminares com o bagaço nas temperaturas de 60°C, 70°C e 80°C e após isso foram realizados os ensaios em um planejamento experimental elaborado para avaliar o efeito das variáveis Temperatura (T) e Tempo (t). O Planejamento Composto Central (PCC) Rotacional ($\alpha=1,414$), com duas réplicas no ponto central, totalizou 10 experimentos, cujas variáveis e os respectivos níveis são apresentadas na Tabela 3.3. Todos os experimentos também foram realizados com a umidade relativa do ar ambiente na faixa entre 40 e 50%.

Tabela 3.3 – Planejamento composto central para a secagem de bagaço de malte por RW
 $(\alpha=1,414)$

Variáveis	-1,414	-1	0	+1	+1,414
Temperatura (°C)	55,9	60,0	70,0	80,0	84,1
Tempo (horas)	1,6	2,0	3,0	4,0	4,4

3.3.3 – Secador Rotatório com Recheio de Inertes (SRRI)

3.3.3.1 – Unidade Experimental

Para a realização dos experimentos em SRRI, utilizou-se a unidade experimental apresentada na Figura 3.7, a qual foi construída na Faculdade de Engenharia Química da UFU durante a realização desta tese.

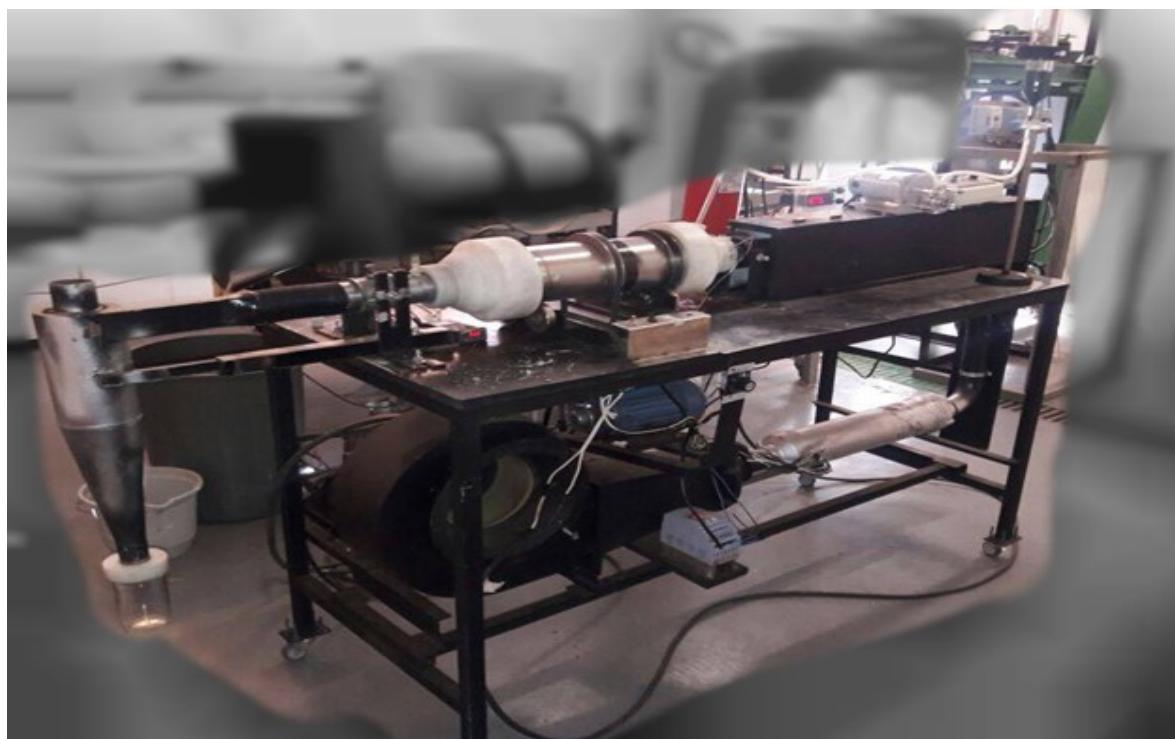


Figura 3.7 – Secador Rotatório com Recheio de Inertes (SRRI)

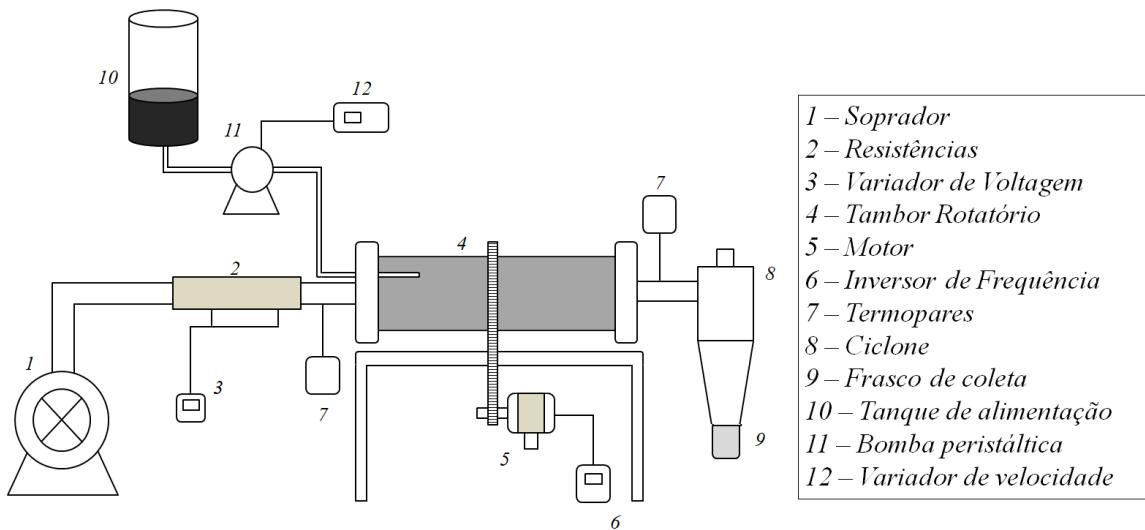


Figura 3.8 – Figura Esquemática do Secador Rotatório com Recheio de Inertes (SRRI)

Na Figura 3.8 é apresentada a unidade experimental de forma esquemática. O secador era composto basicamente por um sistema de injeção de ar (1), realizado por um soprador do tipo ventilador radial da marca Kepler Weber, modelo 112M, o qual forçava o ar através de um duto que continha um sistema de aquecimento elétrico, composto por duas resistências (2) acopladas a um variador de voltagem (3). A corrente de ar chegava então ao tambor rotatório (4), o qual estava acoplado a um sistema de rotação composto por um motor da marca WEG, modelo W22 de 0,75 HP (5) e um inversor de frequência WEG, CFW-08 (6). Termopares do tipo K (7) foram instalados na entrada e saída do tambor rotatório. O sistema de coleta era composto por um ciclone (8) em cujo *underflow* foi colocado um frasco de coleta (9). Já o sistema de alimentação era composto por um tanque onde era colocada a amostra *in natura* (10), a qual era bombeada por uma bomba peristáltica Masterflex, modelo 7553-70 (11), controlada por um variador de velocidade, para dentro do tubo de alimentação, localizado na parte central da entrada do túnel de secagem.

O tambor utilizado neste trabalho (Figura 3.9a) consistiu de um cilindro de aço inox com comprimento (L) de 36 cm e diâmetro (D) de 12 cm, gerando uma razão dimensional L/D = 3. Em suas bases foram colocados dois anéis de bronze visando uma melhor estabilidade de rotação. Já no interior do tambor foram fixados três suspensores radiais retos (Figura 3.9b) com 2,5 cm de altura. Tal configuração de suspensor foi adotada por ser mais adequada na secagem de materiais pastosos e pegajosos (KROKIDA et al., 2007; LISBOA, 2005). Quando montado (Figura 3.9c), o cilindro se conectava em duas peças de tecnil, apoiadas sobre anéis

de teflon, resistentes ao atrito provocado pela rotação e era impulsionado por uma correia fixa em sua parte central e acoplada ao motor.

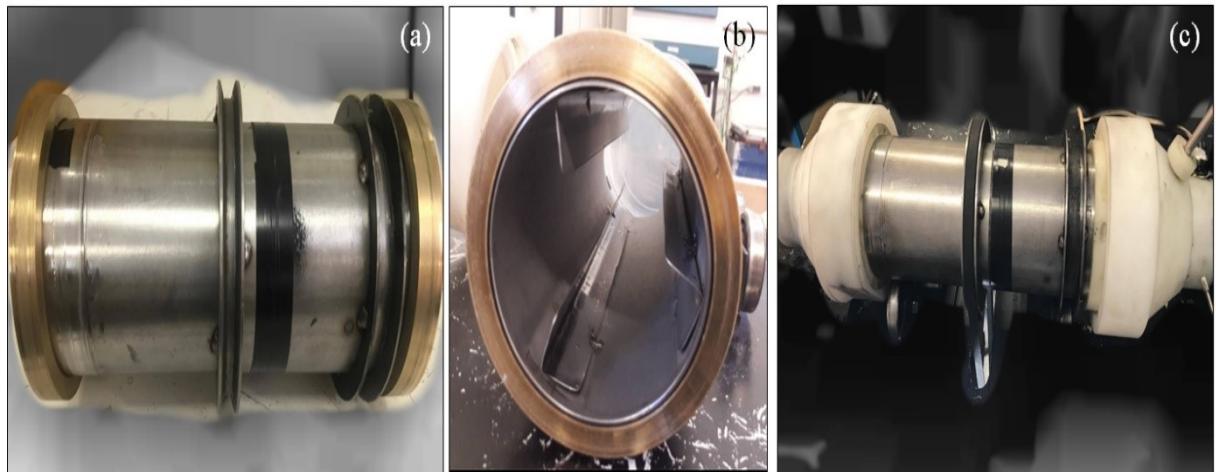


Figura 3.9 – Tambor rotatório (a), suspensores (b) e sistema de conexão (c)

O leito de inertes foi composto por esferas de porcelana de calcita (Figura 3.10a), com diâmetro de 1,905 cm (3/4 de polegada) e densidade de 2,32 g/cm³. Optou-se pelo inerte cerâmico devido sua resistência à abrasão, impedindo perda de material por desgaste que poderia ocasionar a contaminação do produto seco, como foi observado no uso de inertes de outros materiais, como metais (BURJAILI, 1996). Outro ponto positivo da porcelana é o próprio aquecimento que a mesma apresenta, auxiliando no processo de secagem, o que não é observado quando se usa inertes de polímeros como teflon e polietileno (HONORATO, 2006). O ciclone (Figura 3.10b) utilizado foi do tipo *Stairmand* com diâmetro da parte cilíndrica de 10 cm. Já o sistema de alimentação é apresentado na Figura 3.10c.

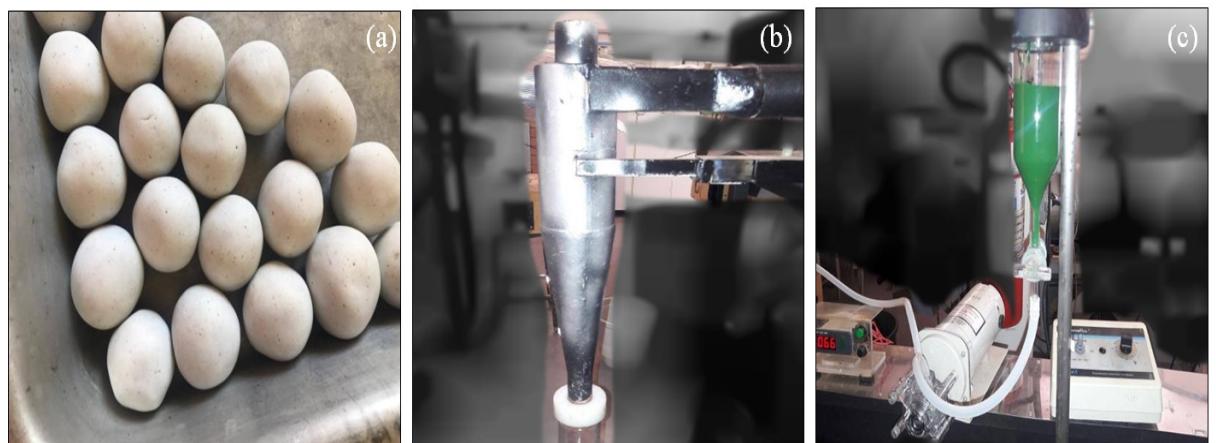


Figura 3.10 – Inertes (a), ciclone *Stairmand* (b) e sistema de alimentação (c)

3.3.3.2 – Condições Experimentais

Em cada experimento, com a unidade montada e os equipamentos devidamente calibrados, ligava-se então o soprador e ajustava-se a temperatura de interesse do ar através do variador de voltagem ligado às resistências, a qual era monitorada pelos termopares posicionados antes e após o tambor rotatório. Atingindo-se a temperatura desejada, ligava-se então o sistema de rotação do tambor, controlando a velocidade através do inversor de frequência e monitorando seu valor através de um tacômetro digital MINIPA, modelo MDT-2238A, com precisão de $\pm 0,1$ RPM. O sistema ficava em operação por cerca de 30 minutos, garantindo que se atingisse o equilíbrio térmico e fluidodinâmico do sistema. Nesse momento, o frasco de coleta, previamente pesado, era acoplado ao *underflow* do ciclone.

Com o sistema preparado, as amostras eram então alimentadas ao tanque reservatório e bombeadas para o secador. O tempo de partida do experimento foi considerado como o momento em que se iniciou a alimentação do material. Ao término da alimentação de todo o material, o secador foi deixado em operação por 90 minutos com o intuito de liberar todo o material ainda aderido aos inertes e paredes do tambor, maximizando a coleta. Após isso, o sistema era desligado e o frasco de coleta era então retirado e pesado, permitindo o cálculo do *Rendimento de Secagem*, que consistiu na relação entre a massa seca coletada e a massa seca alimentada ao sistema, expressa em porcentagem (%).

Cabe-se ressaltar que todos os experimentos foram realizados em uma faixa de umidade relativa do ar fixa, que foi medida ao longo do experimento com um termohigrômetro digital INCOTERM, TTH100, com precisão de $\pm 0,1\%$. A vazão do ar foi mantida constante em todos os experimentos no valor de $0,92 \text{ m}^3/\text{min}$, correspondente a capacidade máxima do soprador, visando maximizar a coleta do material desidratado pelo ciclone.

3.3.3.3 – Variáveis Analisadas

Estudou-se o efeito de quatro variáveis na secagem da microalga: *Temperatura do ar* (*T*), *Intermitência de alimentação* (*I*), *grau de Enchimento* (*E*) e *velocidade de Rotação* (*R*), as quais tiveram como respostas o Rendimento de Secagem e os teores de compostos bioativos.

A *Temperatura do ar* (*T*) foi controlada por meio do variador de voltagem acoplado as resistências elétricas e seu valor medido pelo termopar localizado imediatamente na entrada

do tambor rotatório. O sistema de controle do equipamento permitiu uma variação de temperatura de $\pm 2^{\circ}\text{C}$, durante todos os experimentos.

Optou-se por realizar a alimentação de forma intermitente, uma vez que testes preliminares indicaram que o material se acumulava no tambor com o passar do tempo, caso a mesma fosse feita de forma contínua. A opção pela intermitência também ocorreu nos trabalhos em SRRI de Burjaili (1996), Limaverde Jr (2000), Honorato (2006) e Moura (2016). Dessa forma, alimentou-se cerca de 10 g da amostra no tambor e aguardou-se um tempo pré-determinado até a próxima alimentação, processo que era então repetido até a alimentação de toda a massa do material. Ao intervalo de tempo entre cada ciclo de alimentação definiu-se como a variável *Intermitência* (I).

O *grau de Enchimento* (E) foi definido baseado na densidade e porosidade do leito de inertes utilizados, assim como nas dimensões do tambor rotatório. Seu cálculo detalhado está expresso no Apêndice A. Já a *velocidade de Rotação* (R) do tambor, como já comentado, foi controlada através do inversor de frequência acoplado ao motor, e seus valores medidos utilizando um tacômetro digital.

3.3.3.4 – Secagem da Spirulina em SRRI

Para a secagem da Spirulina usou-se cerca de 110 g de amostra em cada experimento, avaliando-se os efeitos das quatro variáveis descritas anteriormente através de um Planejamento Composto Central (PCC) Ortogonal ($\alpha=1,483$), com duas réplicas no ponto central, totalizando 26 experimentos. Na Tabela 3.4 são apresentados os valores das variáveis reais e codificadas utilizadas. Todos os experimentos foram realizados com a umidade relativa do ar na faixa de 30 a 40%. Testes adicionais foram realizados, baseados nos resultados obtidos, os quais estão melhor detalhados na Seção 4.1.4.2.

Tabela 3.4 – Planejamento composto central para secagem da Spirulina em SRRI ($\alpha=1,483$)

Variáveis	-1,483	-1	0	+1	+1,483
Temperatura (°C)	40,3	50,0	70,0	90,0	99,7
Intermitência (min)	2,6	5,0	10,0	15,0	17,4
Enchimento (%)	12,1	15,0	21,0	27,0	29,9
Rotação (RPM)	35,2	40,0	50,0	60,0	64,8

3.3.3.5 – Secagem do Camu-camu em SRRI

Os frutos do camu-camu foram previamente convertidos em uma polpa (Figura 3.11) para realização de sua secagem no SRRI, de modo a obter um material final mais íntegro e homogêneo, que poderia ser utilizado nas mais variadas aplicações. Para tal, adicionou-se água destilada na proporção mássica 3:4 (3 g de água para cada 4 g de fruto), batendo os mesmos em liquidificador até se conseguir uma pasta homogênea. A polpa foi então separada das sementes com o uso de uma peneira (9 mesh) e, de forma semelhante ao realizado com os frutos, foi armazenada em copos plásticos, envoltos em polietileno e papel alumínio, sendo mantidos em freezer (à -18°C) até o momento dos experimentos.



Figura 3.11 – Polpa de camu-camu utilizada na secagem em SRRI

Utilizou-se cerca de 100 g de polpa de camu-camu em cada experimento, alimentadas da mesma forma que o exposto para Spirulina. Analisou-se os impactos das variáveis *Temperatura* (T), *Enchimento* (E) e *Rotação* (R) no processo de secagem, mantendo a Intermitência (I) fixa em cinco minutos. Todos os experimentos foram realizados com a umidade relativa do ar na faixa de 30 a 45%.

Além dessas variáveis, verificou-se os efeitos de diferentes concentrações de maltodextrina (Loremalt, DE11) na polpa durante a secagem, realizando-se uma série de experimentos em diferentes concentrações desse agente carreador: 10, 15, 20 e 30%. A concentração era calculada da seguinte forma: para uma solução com 10% de maltodextrina, adicionava-se 10 g do agente carreador à 100 g de polpa, e assim, a mesma relação foi utilizada para as demais concentrações.

3.3.3.6 – Simulação Numérica

O estudo da movimentação dos inertes no interior do SRRI pode ser uma ferramenta útil para um melhor entendimento do processo de secagem. Assim, com o objetivo de se complementar os resultados experimentais obtidos, realizou-se também a simulação numérica computacional dos efeitos do grau de Enchimento (E) e velocidade de Rotação (R) na dinâmica e colisão dos inertes, os quais impactaram diretamente no Rendimento de Secagem.

Utilizou-se a abordagem Lagrangiana à fase sólida (os inertes, no caso) e o método dos elementos discretos (DEM), os quais já haviam se mostrado eficientes no estudo da dinâmica de corpos moedores em moinhos de bolas (CLEARY et al., 2003; MACHADO et al., 2017). O *software* utilizado para execução das simulações foi o EDEM. Os detalhes, considerações e equacionamentos das simulações estão presentes no Apêndice B.

3.3.4 – Secagem por Infravermelho

A desidratação da Spirulina por infravermelho foi realizada em um secador da fabricante Gehaka, modelo IV 2500 com potência nominal de 300 W, mostrado na Figura 3.12. O equipamento é constituído por um emissor infravermelho, um sensor de temperatura do tipo Platina (PT1000), um prato de alumínio descartável sobre o qual são colocadas as amostras e o suporte do prato que é diretamente ligado ao eixo de uma balança. Sobre este sistema existe uma capota responsável pelo isolamento térmico do refletor para o ambiente. A câmara protege a balança do calor por meio de um colchão de ar e garante que haja circulação de ar interna para que os vapores de água saiam da amostra sem que seja perturbada a leitura da balança. A câmara também permite que a radiação infravermelha seja dirigida diretamente à amostra, fornecendo uma distribuição uniforme de calor sobre a mesma.

Os experimentos foram realizados nas temperaturas de 50°C, 65°C, 80°C, 95°C e 110°C, as quais eram ajustadas diretamente no *display* do equipamento. Utilizou-se cerca de 40 g de Spirulina em cada corrida, a qual foi uniformemente distribuída em uma fina camada sobre o prato de alumínio, visando facilitar a penetração da radiação. Os experimentos eram realizados até que uma variação menor que 0,1% da umidade por minuto ocorresse, a qual era informada pelo equipamento que encerrava a secagem automaticamente, considerando essa a condição de equilíbrio.

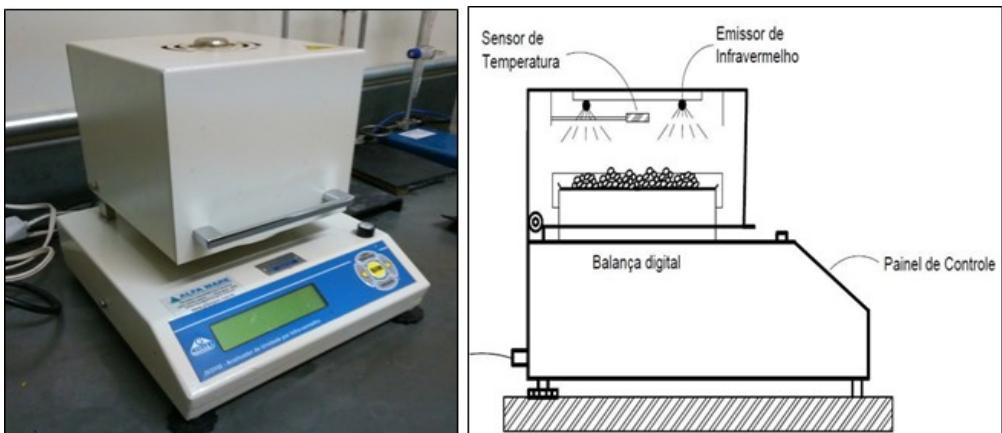


Figura 3.12 – Secador por infravermelho

3.3.5 – Secagem em Micro-ondas

A secagem por micro-ondas foi realizada utilizando um forno de micro-ondas doméstico convencional, devido à facilidade de manuseio, melhor ajuste de variáveis e obtenção rápida de resultados. Para tal, usou-se o sistema apresentado na Figura 3.13, composto por um forno micro-ondas acoplado a uma balança analítica, o qual facilitava o acompanhamento de experimentos e coleta de dados de cinética, uma vez que não era necessária a abertura do mesmo durante as corridas. Tal sistema já havia apresentado bons resultados na secagem de outros materiais, como o maracujá (SILVA et al., 2017).

Foi utilizado um micro-ondas doméstico da fabricante Panasonic, modelo NN-SF560WRU e potência nominal de 800 W e balança analítica Shimadzu, modelo AUX220 e com precisão de 10^{-4} g. As amostras eram colocadas sobre um suporte suspenso, conectado à parte inferior da balança através de um orifício localizado na parte superior do micro-ondas.

Foram realizados experimentos nas potências de 200W, 280W, 480W, 600W e 800W, as quais eram ajustadas diretamente no *display* do equipamento. Cerca de 45 g de Spirulina foram usadas em cada corrida. Os experimentos foram conduzidos até que se atingisse uma umidade que se situasse na faixa de 7 a 10%, a qual representava um valor de atividade de água (a_w) satisfatório (entre 0,300 e 0,500) para a microalga desidratada e evitava, ao mesmo tempo, zonas de carbonização, as quais podem ocorrer através dessa metodologia.

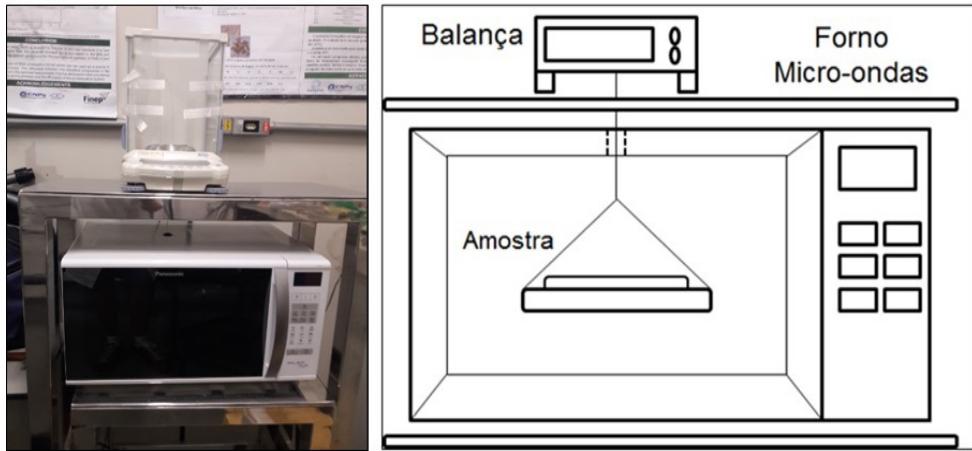


Figura 3.13 – Sistema de micro-ondas acoplado à balança

3.3.6 – Secagem Intermittente

Com o intuito de se complementar os resultados obtidos na secagem por infravermelho e micro-ondas, optou-se por realizar a secagem da Spirulina de forma intermitente por essas duas metodologias. Após testes preliminares, a técnica de intermitência que produziu os melhores resultados foi a variação do fornecimento de energia, isto é, a temperatura e potência ao longo do processo. Assim, em cada experimento o material foi seco em uma condição energética de maior intensidade até atingir uma umidade de cerca de 50%. Após isso, a condição de secagem era imediatamente alterada para uma mais amena, onde o processo ocorria até o seu término.

Tabela 3.5 – Secagem intermitente de Spirulina por infravermelho e micro-ondas:
Experimentos realizados

Exp.	Intermitência Infravermelho	Intermitência Micro-ondas
1	110 → 95 °C	800 → 600 W
2	110 → 80 °C	800 → 480 W
3	110 → 65 °C	800 → 280 W
4	110 → 50 °C	800 → 200 W
5	95 → 80 °C	600 → 480 W
6	95 → 65 °C	600 → 280 W
7	95 → 50 °C	600 → 200 W
8	80 → 65 °C	480 → 280 W
9	80 → 50 °C	480 → 200 W
10	65 → 50 °C	280 → 200 W

As quantidades de amostras, temperaturas e potências utilizadas e a condição de término dos experimentos foram as mesmas detalhadas nos itens 3.3.4 e 3.3.5. Foram realizados 10 experimentos com intermitência para cada metodologia, combinando cada condição analisada durante a secagem contínua, os quais foram expostos na Tabela 3.5.

3.4 – Análises Complementares

3.4.1 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Visando uma melhor análise dos materiais após a secagem, algumas amostras também foram submetidas à microscopia eletrônica de varredura (MEV), onde foi permitido observar a morfologia das mesmas e o impacto de cada metodologia empregada na estrutura física do material. As análises foram realizadas em microscópio eletrônico da fabricante Carl Zeiss, modelo EVO MA 10, localizado no Laboratório Multusuário (LAMEV) da Faculdade de Engenharia Química (UFU). As amostras foram previamente fixadas em *stubs* com fita de carbono e recobertas com ouro no metalizador da marca Leica, modelo SCD 050 e então submetidas à MEV. A voltagem de aceleração utilizada foi de 10 KV, proporcionando ampliações de 50 a 10000 vezes do material analisado.

3.4.2 – Temperatura de Transição Vítreia

As amostras foram submetidas à análise por calorimetria diferencial de varredura (DSC) para determinação da Temperatura de Transição Vítreia (Tg). Usou-se um equipamento de DSC da TA *Instruments* (New Castle - EUA), Modelo Q20 V24.4 Build 116, localizado no Laboratório Multusuário do Instituto de Química (UFU). O equipamento foi calibrado e operado com nitrogênio gasoso na vazão de 50 mL/min. As amostras foram colocadas em cápsulas de alumínio, pesadas e fechadas hermeticamente, sendo então resfriadas até -70°C e em seguida aquecidas até 120°C, à uma taxa constante de 10°C/min.

A transição vítreia pode ser identificada nos gráficos obtidos por DSC como uma região onde ocorre mudanças no fluxo de calor devido às alterações na capacidade calorífica, sendo assim a Tg definida como o ponto médio dessa região. Os gráficos encontrados foram analisados utilizando o software Universal Analysis V4.5a (TA Instruments, New Castle – EUA), que permitiu assim o cálculo da Tg.

3.4.3 – Otimização pelo Método de Evolução Diferencial

Os resultados de Rendimento de Secagem obtidos na secagem de Spirulina em SRRI foram submetidos a uma técnica de otimização denominada Método de Evolução Diferencial, um algoritmo proposto por Price e Storn (1998), o qual é baseado em operações vetoriais que geram candidatos potenciais para resolver problemas de otimização.

Esse algoritmo é uma modificação do algoritmo híbrido de Recozimento Genético (*Genetic Annealing Algorithm*) visando uma melhor taxa de convergência e determinação dos parâmetros, tratando problemas reais através de uma abordagem conceitualmente simples e eficiente ao mesmo tempo. Assim, essa metodologia tem como vantagens ser de simples estrutura, fácil de utilizar, rápida, robusta e hábil para não se situar em ótimos locais (SILVA et al., 2012; VIEIRA et al., 2011). As etapas adotadas na solução do algoritmo são descritas no fluxograma apresentado na Figura 3.14 (SILVA, 2012). O software utilizado para solução do método foi o MATLAB® R2012b, baseado nas equações obtidas da análise estatística dos resultados.

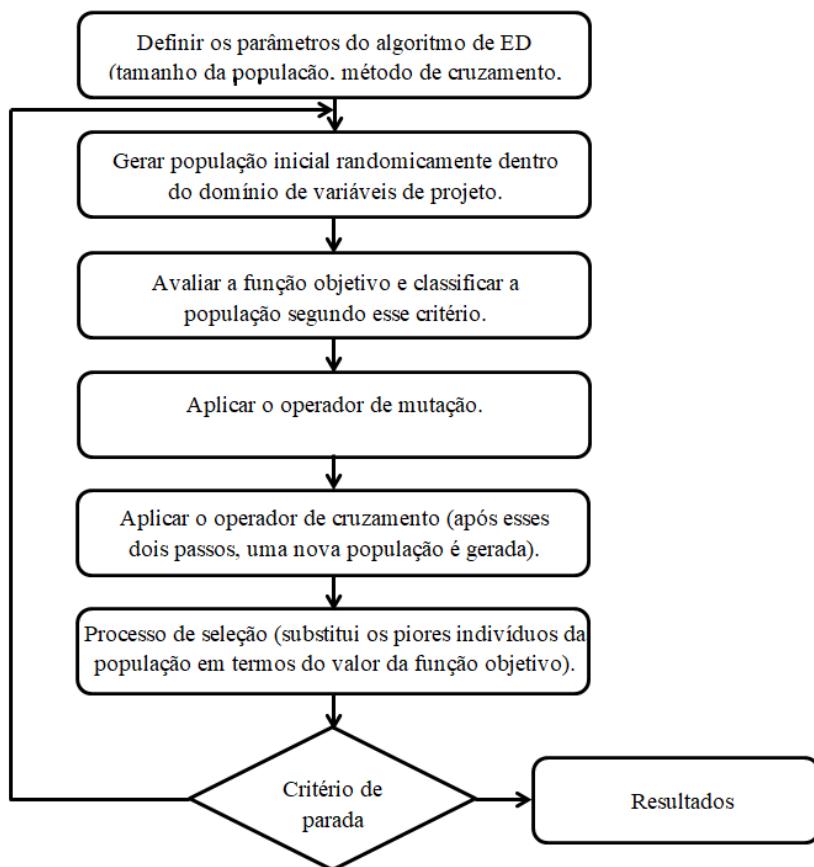


Figura 3.14 – Algoritmo do Método de Evolução Diferencial (Adaptado de SILVA, 2012)

Capítulo 4

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados e discutidos todos os resultados obtidos na secagem e análises da microalga *Spirulina platensis* (Seção 4.1), camu-camu (Seção 4.2) e bagaço de malte (Seção 4.3), visando avaliar os efeitos de cada técnica alternativa nesses materiais e a potencialidade de um possível aproveitamento dos mesmos.

4.1 – *Spirulina platensis*

4.1.1 – Caracterização da *Spirulina platensis*

Análises de caracterização da *Spirulina platensis* foram realizadas com o intuito de avaliar o potencial da microalga e, ao mesmo tempo, ter uma base de comparação para os resultados obtidos nas amostras após a secagem, verificando o impacto das metodologias utilizadas. Os resultados de caracterização são apresentados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Resultados de caracterização da microalga *Spirulina platensis*

Análise	Resultados
Umidade	$82,70 \pm 0,97\%$
Atividade de Água (a_w)	0,967
pH	$6,30 \pm 0,04$
Densidade	$1,35 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$
Cinzas	$8,25 \pm 0,10\%$
Teor de Fenólicos Totais (TPC)	$462,12 \pm 13,81 \text{ mg ácido gálico / 100 g}^*$
Teor de Flavonoides Totais (TFC)	$9,86 \pm 0,26 \text{ mg rutina / 100 g}^*$
Acidez (ATT)	$5336,01 \pm 225,68 \text{ mg ácido cítrico / 100 g}^*$
Teor de Ficocianina (TF)	$14,55 \pm 0,36 \text{ g ficocianina / 100 g}^*$
Temp. Transição Vítreia (Tg)	64,33°C

*em base seca

A biomassa *in natura* da Spirulina, como esperado, apresentou um elevado teor de umidade (82,70%) e atividade de água (a_w) próxima a 1,0, o que justifica sua deterioração em poucas horas quando é armazenada a temperatura ambiente, como já havia sido relatado nos trabalhos de Doke Jr (2005), Desmorieux et al. (2010) e Chen et al. (2015). Tal condição torna ainda mais que necessária a secagem desse material para seu possível aproveitamento efetivo. Além da alta perecibilidade, a Spirulina *in natura* se mostrou fortemente aderente às superfícies

sobre as quais era colocada, dificultando seu espalhamento e manuseio. Entretanto, ao se utilizar água, a mesma era facilmente removida.

Apesar da Spirulina ser encontrada em água alcalinas, com pH entre 8,5 e 11,0 (CIFERRI, 1983; HABIB et al., 2008), a biomassa utilizada apresentou um pH de 6,3, próximo à neutralidade, influenciado provavelmente pelo meio de cultivo utilizado para produção da mesma. Tais valores de pH acabam por tornar essa biomassa ainda mais propensa à degradação, uma vez que várias bactérias têm sua proliferação favorecida em faixas de pH entre 6,5 e 7,0 (RIBEIRO & SERAVALLI, 2007).

A Densidade da microalga foi de 1,35 g/cm³, mostrando-se a metodologia por picnometria à gás hélio bastante eficiente em sua determinação, já que outros métodos ocasionaram a diluição da amostra por utilizarem reagentes líquidos, como água, éter de petróleo e óleos. O Teor de Cinzas encontrado foi de 8,25%, próximo aos valores observados em diferentes trabalhos da literatura, entre os quais Agustini et al. (2015), Oliveira et al. (2009) e Larrosa et al. (2015) encontraram 8,06%, 7,30% e 7,20%, respectivamente.

Quanto aos Teores de Compostos Bioativos, a Spirulina *in natura* apresentou resultados bastante interessantes. Segundo Vasco (2009), materiais com Teores de Fenólicos Totais (TPC) entre 100 e 1000 mg ácido gálico / 100 g (base seca) apresentam concentrações intermediárias de compostos fenólicos, classificação na qual se encaixa a microalga deste estudo (462,12 mg ácido gálico / 100 g base seca). Entretanto, o teor obtido foi superior ao de outros trabalhos da literatura, como os de Agustini et al. (2015) e Costa et al. (2015) que encontraram um TPC de 260,99 e 383,20 mg ácido gálico / 100 g amostra seca, respectivamente. Tais diferenças ocorrem devido à variação nos meios e formas de cultivo aos quais as microalgas foram submetidas, o que pode alterar a concentração de compostos específicos (HABIB et al., 2008).

O Teor de Flavonoides Totais (TFC) obtido para a Spirulina foi de 9,86 mg rutina / 100 g amostra seca. Apesar de poucos trabalhos na literatura avaliarem a presença específica desses compostos em microalgas (AGUSTINI et al., 2015), o resultado obtido indica uma presença elevada dos mesmos, com valores superiores aos encontrados em frutas como a acerola por exemplo, cujo TFC é por volta de 4,0 mg rutina / 100 g (BORTOLOTTI, 2012).

Outro composto encontrado em quantidade elevada foi o ácido cítrico, com 5336,01 mg / 100 g amostra seca. Apesar de suas propriedades antioxidantes, esse composto em altas concentrações pode fazer com que as amostras apresentem sabor fortemente ácido e/ou

adstringente, dificultando sua aceitação sensorial (SILVA, 2015), o que já é observado na degustação da Spirulina comercial, vendida na forma de pó ou cápsulas. Para se ter uma ideia da ordem de grandeza da ATT encontrada, resíduos de maracujá (SILVA, 2015) e acerola (SILVA et al., 2016) apresentam acidez de 2701,35 e 2843,00 mg ácido cítrico / 100 g, respectivamente.

A ficocianina é um dos compostos bioativos mais importantes na Spirulina, sendo a principal responsável por sua atividade antioxidante (ESTRADA et al., 2001). O Teor de Ficocianina (TF) encontrado nesse trabalho só confirma tal observação, uma vez que com um TF de 14,55 g de ficocianina / 100 g amostra, pode-se afirmar que quase 15% da massa seca da Spirulina é composta por essa ficobiliproteína. Os resultados obtidos foram próximos dos observados por Oliveira et al. (2009) e Costa et al. (2016) que encontraram TF de 16,00 g e 14,64 g ficocianina / 100 g de amostra seca, respectivamente, utilizando a mesma metodologia de extração.

Informações sobre a Temperatura de Transição Vítreia (Tg) da *Spirulina platensis* são bastante escassas na literatura, tornando importante tal análise para avaliação do comportamento estrutural dessa microalga durante a secagem. A análise por DSC indicou que a Spirulina possui uma Tg de 64,33°C, relativamente superior a encontrada em frutas e outros alimentos. Isso ocorre devido à ausência de açúcares de baixo peso molecular nessa microalga, os quais poderiam reduzir sua Tg (CANO-CHAUCA et al., 2005). Assim, o conhecimento dessa temperatura fornece uma informação importante de como a Spirulina irá se comportar durante a secagem, indicando que em temperaturas acima da Tg, a mesma se torna propensa a mudanças físicas, químicas e microbiológicas, como a pegajosidade (COLLARES, 2001).

Amostras de Spirulina *in natura* foram submetidas a microscopia eletrônica de varredura (MEV) em diferentes ampliações, cujas imagens obtidas podem ser observadas na Figura 4.1. Foi possível verificar claramente na microalga a presença dos tricomas, estruturas celulares alongadas e em espiral que dão o nome característico a essa espécie (HABIB et al., 2008), os quais estavam sobrepostos, formando a biomassa utilizada. Tais imagens serão utilizadas como base de comparação para verificar os efeitos dos diferentes métodos alternativos de secagem na estrutura da microalga.

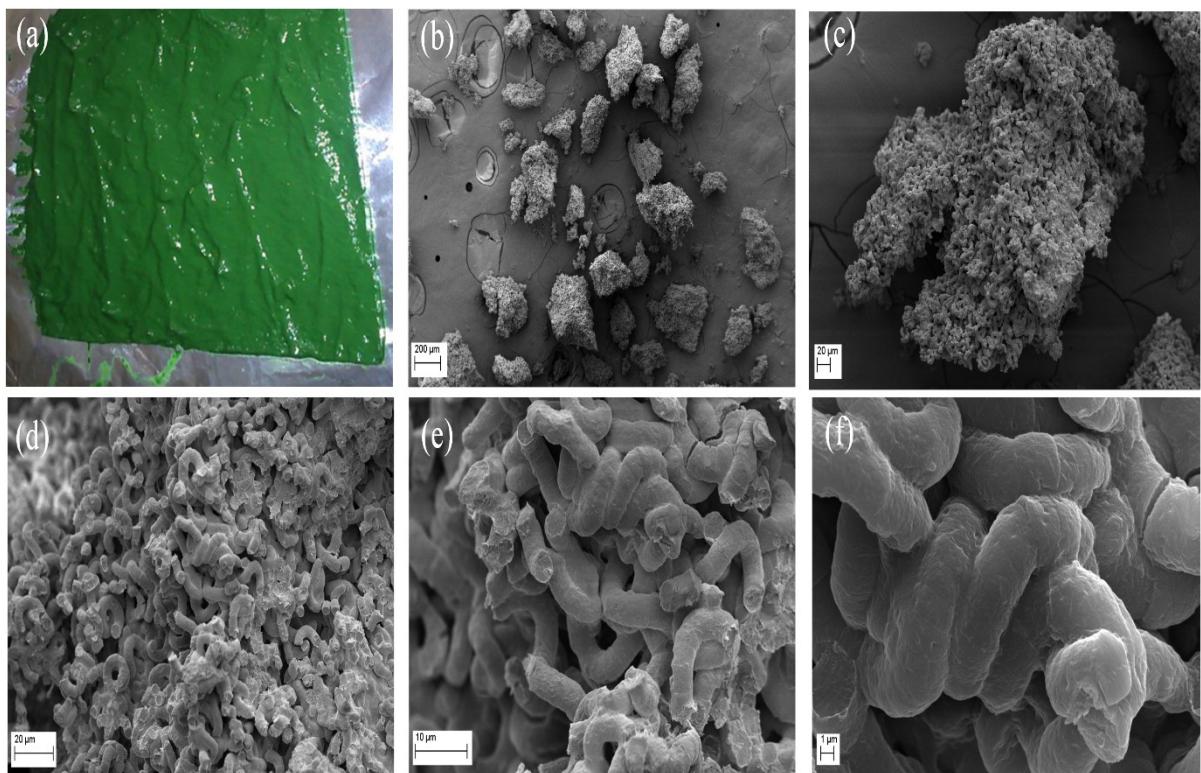


Figura 4.1 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da Spirulina *in natura* (a), com ampliações de 100 (b), 500 (c), 1500 (d), 4000 (e) e 10000 (f) vezes.

4.1.2 – Atividade de Água

Devido aos diversos experimentos realizados com a Spirulina neste estudo, obteve-se dados suficientes para construção da curva de umidade *versus* atividade de água, que está apresentada na Figura 4.2. Verificou-se que para se obter uma atividade de água inferior a 0,6, a qual impediria todo o crescimento microbiológico (CHEN & PATEL, 2008), a Spirulina deve ser seca até um teor de umidade inferior à 20%.

Entretanto, como anteriormente apresentado na Figura 2.11, uma faixa ideal de a_w estaria entre 0,3 e 0,5, onde tanto o crescimento microbiológico não ocorre, quanto as reações químicas indesejadas são minimizadas, como a oxidação lipídica e o escurecimento não-enzimático (CHEN & PATEL, 2008). Para tal, a Spirulina deve apresentar, conforme observado na Figura 4.2, um teor de umidade entre 5% e 13%, sendo essa faixa a adotada como ideal em todas as metodologias de secagem avaliadas neste estudo.

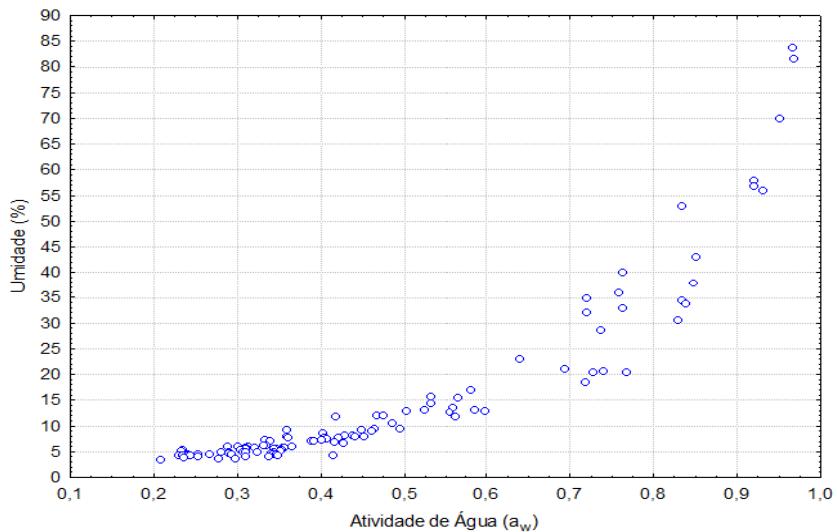


Figura 4.2 – Umidade *versus* atividade de água (a_w) da Spirulina

4.1.3 – Refractance Window (RW)

4.1.3.1 – Considerações Gerais

A secagem da Spirulina por *refractance window* permitiu obter um produto de aspecto visual próximo ao da microalga *in natura* (Figura 4.3), como já havia sido relatado por Abonyi et al. (2002) e Nindo e Tang (2007) na secagem de outros materiais por essa técnica. Regiões de escurecimento ou carbonização não foram observadas, mesmo nas temperaturas mais elevadas. Entretanto, a microalga apresentou uma alta aderência a folha de papel alumínio durante sua secagem, necessitando ser removida manualmente ao término dos experimentos. O material seco removido foi triturado e o pó obtido, entretanto, não apresentou tal pegajosidade, sendo de fácil manuseio.



Figura 4.3 – Secagem da Spirulina em RW e aspecto final do produto obtido

Outra constatação interessante foi o endurecimento superficial e formação de uma crosta na superfície das amostras (*case hardening*) já nos primeiros 30 minutos de secagem, independente da temperatura de secagem adotada, como pode ser observado na Figura 4.4. Tal fenômeno na secagem da Spirulina já havia sido observado por Desmorieux et al. (2010) e Dissa et al. (2010), que relataram que essa crosta tende a dificultar a saída da água das amostras, mantendo o interior das mesmas úmido, o que pode elevar consideravelmente o tempo de secagem.



Figura 4.4 – Fenômeno de *case hardening* observado na Spirulina durante a secagem por RW

4.1.3.2 – Experimentos Preliminares

Os resultados obtidos para umidade, atividade de água (a_w) e tempo de secagem dos testes preliminares da Spirulina estão expressos na Tabela 4.2. Foi possível secar o material até uma faixa de umidade e atividade de água aceitáveis para armazenamento, principalmente em temperaturas mais elevadas. Como esperado, quanto maior a temperatura, menor foi o tempo de processo, reduzindo-se em cerca de 65% o tempo de secagem quando a temperatura elevou-se de 60°C para 80°C, por exemplo.

Tabela 4.2 – Resultados dos testes preliminares da secagem da Spirulina em RW

Exp.	Temperatura	Umidade (%)	Atividade de Água (a_w)	Tempo de secagem (min)
1	60°C	13,04 ± 0,57 %	0,588	330
2	70°C	12,11 ± 0,30 %	0,474	260
3	80°C	10,15 ± 0,07 %	0,452	115

Dentre os fatores que podem ter influenciado no tempo de secagem pode-se citar a espessura da camada de Spirulina (0,5 cm) e a formação de crosta. O enrugamento e encolhimento das amostras ainda pode levar a uma formação progressiva de espaço de ar entre o material e o Mylar®, diminuindo o fluxo de calor e elevando o tempo de processo, como observado por Ortiz-Jerez et al. (2015). Entretanto, pode-se considerar que os tempos obtidos por RW foram satisfatórios em relação às metodologias convencionais, uma vez que Desmorieux et al. (2010) levaram de 226 a 483 minutos para secar de forma convectiva camadas de espessura muito mais reduzida (entre 1 e 4 mm) de Spirulina à 45°C.

As curvas de cinética obtidas para os experimentos realizados são apresentadas na Figura 4.5. Dentre todos os modelos avaliados (Tabela 3.1), o que mais se adequou aos dados experimentais foi o de Midilli et al. (2002) com R^2 médio de 0,9994 e cujos parâmetros são apresentados na Tabela 4.3. Tal modelo já havia se mostrado o mais adequado na secagem convectiva de Spirulina realizada por Melo (2016).

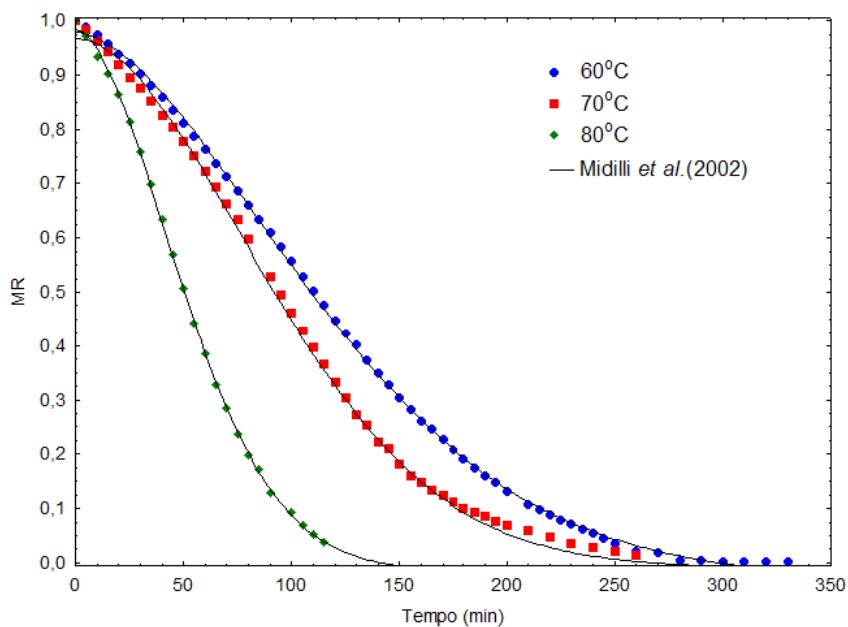


Figura 4.5 – Cinética de Secagem em RW da Spirulina

O parâmetro k , presente nesse e em outros modelos da literatura, apresenta significado físico ligado diretamente com a difusão de água através do material ao longo da secagem, isto é, quanto maior o valor de k , maior a taxa de difusão da água para fora do material, e, por consequência, mais rápido ocorre o processo de secagem (SILVA, 2017). Avaliando os valores de k obtidos (Tabela 4.3), verificou-se um aumento do mesmo conforme as temperaturas foram

sendo elevadas, indicando uma boa adequação do modelo da literatura ao comportamento experimental apresentado pelo material.

Tabela 4.3 – Parâmetros obtidos pelo modelo de Midilli et al. (2002) na secagem da Spirulina por RW

Experimentos	k	n	A	B	R ²
60°C	2,00 x 10 ⁻⁴	1,72	0,9782	-8,00 x 10 ⁻⁵	0,9996
70°C	3,42 x 10 ⁻⁴	1,77	0,9801	-8,20 x 10 ⁻⁵	0,9990
80°C	5,36 x 10 ⁻⁴	1,82	0,9832	-8,60 x 10 ⁻⁵	0,9997
R² médio					0,9994

Os teores de compostos bioativos obtidos nos testes preliminares estão expostos na Figura 4.6. De uma maneira geral, a secagem por *refractance window* permitiu uma boa retenção de compostos bioativos em relação a microalga *in natura*. Entretanto, para que isso ocorra, é preciso que os experimentos sejam realizados em condições adequadas (NINDO & TANG, 2007; RAGHAVI et al., 2018).

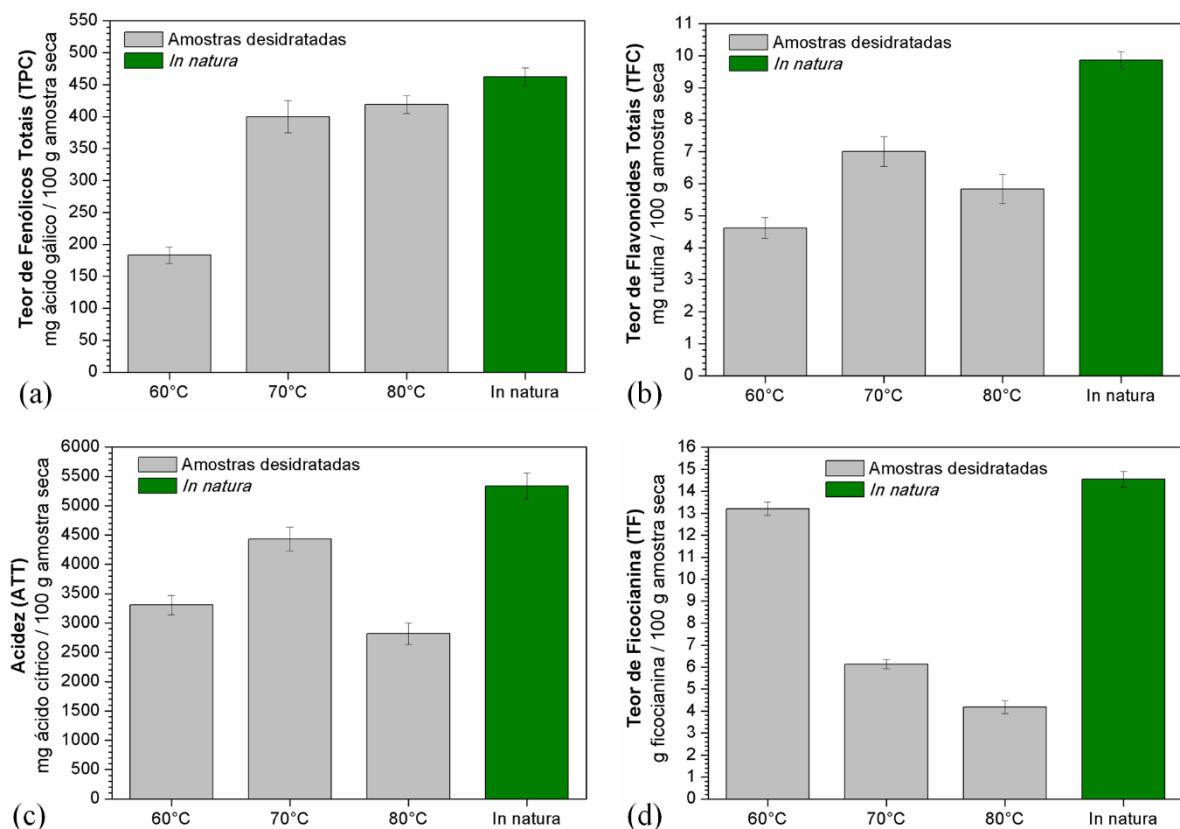


Figura 4.6 – Teores de compostos bioativos para secagem da Spirulina em RW:
(a) TPC; (b) TFC; (c) ATT; (d) TF

Uma das grandes limitações da secagem convencional (convectiva) da Spirulina é que, para se manter um teor adequado de bioativos no produto final, o processo deve ser conduzido a temperaturas inferiores à 50°C, o que ocasiona elevados tempo de secagem (BENNAMOUN et al., 2015; DESMORIEUX et al., 2010; NAKAGAWA et al., 2016). Entretanto, ao observar a Figura 4.6, nota-se que os melhores teores de bioativos foram obtidos à temperaturas próximas de 70°C (com exceção da ficocianina), o que provavelmente ocorreu devido ao fato do RW manter as amostras em temperaturas cerca de 20°C inferiores a da água quente (CLARKE, 2004; NINDO et al., 2003a), permitindo uma secagem eficiente e que gerasse um produto de boa qualidade final.

Dessa forma, a secagem em temperaturas mais elevadas (70 e 80°C) permitiu uma boa retenção de Fenólicos Totais (Figura 4.6a), com valores de TPC próximos aos do material *in natura*, indicando que o excesso de tempo de processo que ocorre em temperaturas mais baixas acaba por prejudicar mais a presença desse composto do que a própria temperatura utilizada nessa metodologia. Isso favorece muito o uso do RW na secagem dessa microalga, uma vez que Agustini et al. (2015) haviam verificado uma degradação de cerca de 70% do teor de fenólicos presentes na Spirulina após a secagem convectiva, o que foi evitado por essa técnica.

Comportamento semelhante foi observado para o Teor de Flavonoides Totais (Figura 4.6b), onde, apesar da degradação ter sido mais elevada que nos compostos fenólicos, foi possível obter amostras com TFC elevados na secagem à 70°C. Isso indica que os flavonoides se mostraram sensíveis à temperatura de 80°C, devido ao excesso de energia térmica fornecida pela água quente. A Acidez (Figura 4.6c), por sua vez, foi mantida mais próxima aos valores de ATT iniciais da amostra na secagem realizada à 70°C, apresentando comportamento semelhante ao observado nos compostos flavonoides com a variação da temperatura.

Já o Teor de Ficocianina (Figura 4.6d) apresentou um comportamento distinto dos demais compostos, se mostrando mais sensível à elevação da temperatura de processo, reduzindo-se consideravelmente conforme a temperatura no RW foi sendo elevada. Tal sensibilidade térmica da ficocianina à altas temperaturas já havia sido relatada em uma série de trabalhos, que afirmaram que temperaturas acima de 60°C levam a desnaturação da ficocianina, reduzindo seus teores consideravelmente (DESMORIEUX & DECAEN, 2005; DOKE JR, 2005; SARADA et al., 1999). Entretanto, é importante frisar que o TF obtido à 60°C pelo RW foi muito próximo ao da microalga *in natura*, o que não foi obtido em nenhum processo de secagem apresentado na literatura.

4.1.3.3 – Planejamento Composto Central (PCC)

Visando complementar os resultados obtidos nos testes preliminares, realizou-se um Planejamento Composto Central (PCC) com o intuito de verificar a influência da Temperatura (T) e tempo (t) de secagem nas amostras. Os resultados de umidade final e a_w estão expostos na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 – Resultados da secagem da Spirulina por RW: PCC

Exp.	Temp. (T) °C	Tempo (t) hs	Umidade Final (%)	Atividade de Água (a_w)
1	60,0	3,0	30,65 ± 0,16	0,829
2	60,0	6,0	13,60 ± 0,46	0,536
3	80,0	3,0	8,19 ± 0,19	0,367
4	80,0	6,0	8,06 ± 0,19	0,359
5	55,9	4,5	33,72 ± 0,02	0,839
6	84,1	4,5	7,06 ± 0,41	0,339
7	70,0	2,4	21,13 ± 0,51	0,694
8	70,0	6,6	12,17 ± 0,47	0,467
9	70,0	4,5	11,76 ± 0,42	0,418
10	70,0	4,5	10,73 ± 0,08	0,402

O objetivo do PCC foi avaliar como os teores de compostos bioativos se comportariam ao longo da secagem, com as amostras ainda úmidas (Exp. 1 e 5, por exemplo) e em condições de superexposição ao RW (Exp. 4 e 8, por exemplo), além do efeito das diferentes temperaturas (de 55,9 a 84,1°C) no material obtido. Para tal, uma análise estatística foi efetuada, cujas superfícies de resposta para cada composto bioativo são apresentadas na Figura 4.7, assim como as equações de regressão obtidas (Equações 4.1 à 4.4). O nível de significância adotado para definir os parâmetros significativos foi de 10% ($\alpha = 0,10$) e toda a análise estatística foi realizada no software STATISTICA® 7.0.

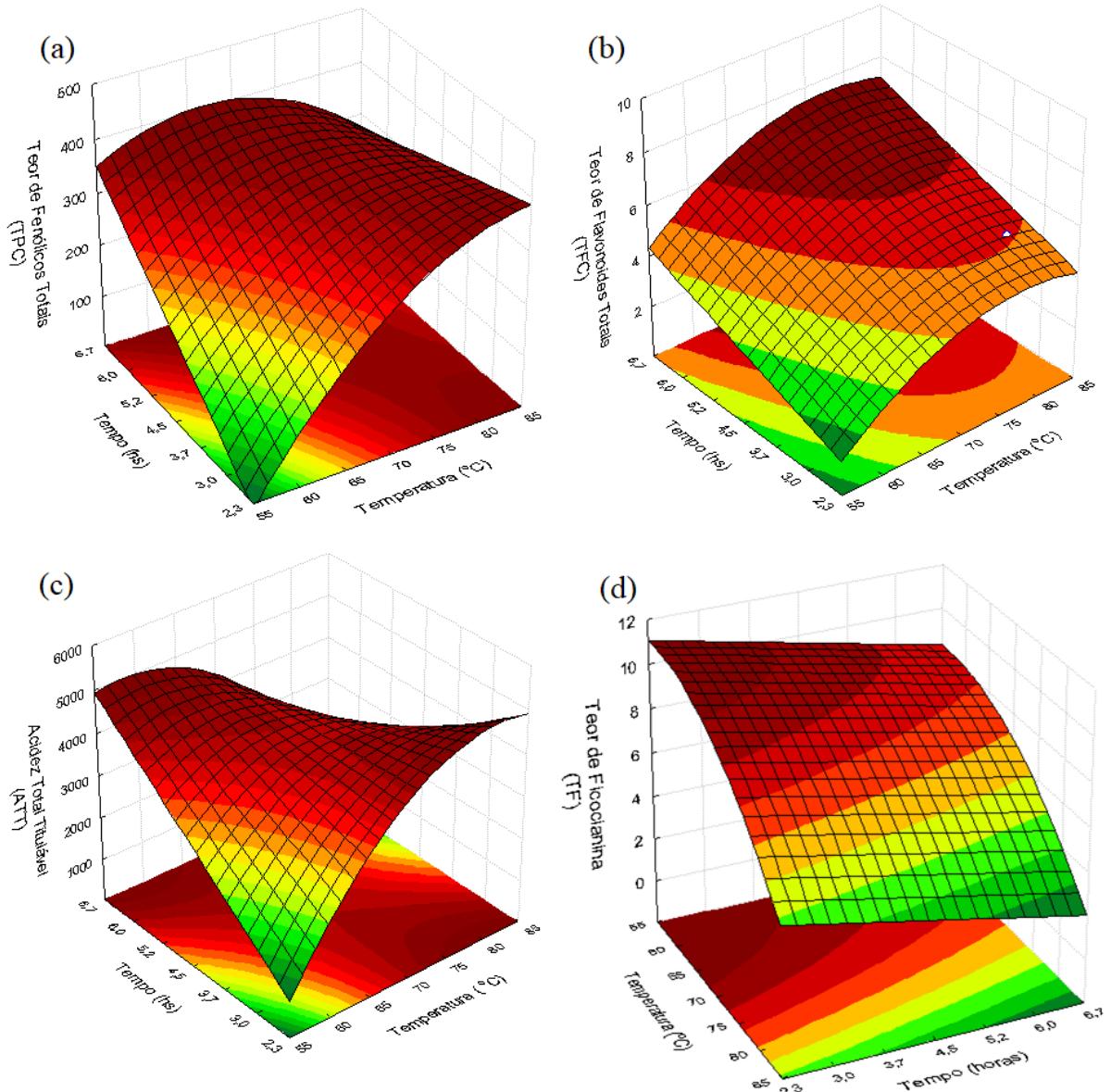


Figura 4.7 – Compostos Bioativos para Secagem em RW (PCC):
 (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT; (d) TF

O Teor de Fenólicos Totais (TPC) é expresso pela Equação 4.1 ($R^2 = 0,8480$) e Figura 4.7a. As variáveis Temperatura (T) e tempo (t) foram estatisticamente significativas nos resultados, tanto de forma independente quanto combinada. Observou-se que os maiores TPC foram obtidos em temperaturas na faixa de 65 a 75°C. O melhor resultado encontrado foi à 70°C e 6,6 hs (Exp. 8) onde o TPC foi de 436,63 mg ácido gálico / 100 g amostra seca, bastante próximo do observado na microalga *in natura* (462,12 mg ácido gálico / 100 g).

$$TPC = 337,17 + 53,27 \cdot T - 38,79 \cdot T^2 + 41,95 \cdot t - 52,49 \cdot T \cdot t \quad (4.1)$$

O Teor de Flavonoides Totais (TPC) também foi influenciado pela temperatura e tempo de secagem, como pode ser observado na Equação 4.2 ($R^2 = 0,9189$), na qual ambas as variáveis se mostraram significativas estatisticamente de forma isolada, mas não combinada. Analisando a Figura 4.7b, observa-se que os maiores TFC podem ser obtidos nos experimentos realizados a temperaturas superiores à 70°C e elevados tempos de secagem. Novamente o experimento à 70°C e 6,6 hs (Exp. 8) apresentou os melhores resultados com um TFC de 7,61 mg rutina / 100 g amostra base seca, cerca de 23% menor que o da microalga *in natura* (9,86 mg rutina / 100 g).

$$TFC = 5,64 + 0,95 \cdot T - 0,61 \cdot T^2 + 0,99 \cdot t \quad (4.2)$$

Já a Acidez (ATT) das amostras, que havia apresentado comportamento semelhante ao dos compostos flavonoides nos testes preliminares, se mostrou impactada pela temperatura e interação temperatura-tempo (Equação 4.3: $R^2 = 0,7985$). Maiores teores de ácido cítrico foram obtidos em amostras secas à baixas temperaturas e tempos elevados, tanto quanto a altas temperaturas e tempos de processo reduzidos (Figura 4.7c).

$$ATT = 4235,37 - 596,92 \cdot T^2 - 902,54 \cdot T \cdot t \quad (4.3)$$

Assim como observados nos testes preliminares, o Teor de Ficocianina (TF) foi altamente impactado pela temperatura de processo, a qual apresentou os termos de maior significância (e negativos) na análise estatística (Equação 4.4: $R^2 = 0,9062$). Analisando a Figura 4.7d, foi possível observar que os teores de ficocianina são máximos nas menores temperaturas e tempos de processo, como observado no Exp. 1 (60°C e 3 hs) onde o TF foi de 10,47 g ficocianina / 100 g amostra seca, cerca de 28% menor que o observado na microalga *in natura* (14,55 g ficocianina / 100 g). Conforme as temperaturas e tempo de secagem se elevam, a ficocianina tende a se degradar, atingindo teores muito inferiores aos presentes inicialmente nas amostras, como já relatado na literatura (DOKE JR, 2005; SARADA et al., 1999) e bem exemplificado pelo Exp. 6 (84,1°C e 4,5 hs), onde o TF foi de 3,59 g ficocianina/ 100 g amostra seca, cerca de 75% menor que o da Spirulina *in natura*.

$$TF = 8,25 - 2,09 \cdot T - 0,76 \cdot T^2 - 0,92 \cdot t \quad (4.4)$$

Assim, dentro do que foi exposto, o *refractance window* se mostrou uma técnica muito interessante para secagem da Spirulina, desde que realizado em condições adequadas de temperatura e, também, tempo de processo. Apesar do *case hardening* observado nas amostras,

foi possível secar o material até faixas de umidade e a_w satisfatórias em tempos não muito elevados. Obteve-se uma boa retenção de compostos bioativos, em relação a microalga *in natura*, ao se operar o equipamento em temperaturas por volta de 70°C, com exceção da ficocianina que se mostrou extremamente termossensível ao longo do processo. Isso faz com que essa metodologia surja como uma alternativa bastante eficiente para um melhor aproveitamento desse material.

4.1.4 – Secador Rotatório com Recheio de Inertes (SRRI)

4.1.4.1 – Considerações Gerais

Uma vez que a biomassa da Spirulina se apresenta como uma pasta e sua secagem por *refractance window* e outras metodologias foi influenciada pela formação de crosta (*case hardening*) e pela alta aderência do material sobre às superfícies na qual era submetida à secagem, o secador rotatório com recheio de inertes (SRRI) surgiu como uma alternativa interessante para um processamento mais adequado dessa microalga, o qual apresentou uma série de vantagens em relação as demais técnicas avaliadas. O material obtido na secagem em SRRI pode ser observado na Figura 4.8.



Figura 4.8 – Spirulina em pó produzida pelo SRRI

Dentre os pontos positivos do uso do SRRI, tem-se o fato de que a Spirulina seca foi coletada na saída do secador na forma de um pó fino, com aspecto visual e odor próximos ao da microalga *in natura*. Uma vez que o produto gerado foi obtido diretamente na forma de pó, facilita-se seu possível aproveitamento, já que não se torna necessário nenhum pré-

processamento do mesmo, como trituração ou moagem. O pó obtido foi bastante homogêneo, diferente do encontrado por Honorato (2016) na secagem decefalotórax de camarão em SRRI, cujo produto final foi bastante heterogêneo e de granulometria variada.

4.1.4.2 – Rendimento de Secagem

Na Tabela 4.5 são apresentados os valores de Rendimento, umidade e atividade de água (a_w) obtidos nos experimentos realizados com a Spirulina no SRRI. A umidade final de todos os experimentos se situou em uma faixa entre 3,56% e 7,84%, com respectiva a_w entre 0,208 e 0,361, indicando uma remoção de umidade eficiente pelo secador, independente da condição operacional avaliada, originando um produto final de estabilidade microbiológica em termos de atividade de água e adequado para armazenamento.

De todos os experimentos realizados, obteve-se um faixa de Rendimento de Secagem entre 44,10% e 63,28%, esta última próxima aos valores encontrados por Honorato (2006) e Moura (2016) na secagem em SRRI decefalotórax de camarão e resíduos de maracujá, respectivamente. Tal faixa de valores de Rendimento está ligada diretamente à variação das condições operacionais utilizadas, onde pode-se observar que houve experimentos onde a perda de biomassa nas paredes e inertes foi elevada e em outros onde foi mínima (Figura 4.9). Além disso, acúmulo de material nas paredes e esferas, perda de pó nas conexões ou por arraste para o *overflow* do ciclone podem ter contribuído para quedas no Rendimento.

Tabela 4.5 – Rendimento, umidade e a_w obtidos nos experimentos em SRRI da Spirulina

Exp.	<i>T</i> (°C)	<i>I</i> (min)	<i>E</i> (%)	<i>R</i> (RPM)	Rendimento (%)	Umidade (%)	Ativ. água (a_w)
1	50,0	5,0	15,0	40,0	44,10	7,84%	0,361
2	50,0	5,0	15,0	60,0	53,89	6,10%	0,301
3	50,0	5,0	27,0	40,0	53,94	5,34%	0,303
4	50,0	5,0	27,0	60,0	63,28	6,16%	0,332
5	50,0	15,0	15,0	40,0	53,37	4,91%	0,290
6	50,0	15,0	15,0	60,0	55,80	4,81%	0,290
7	50,0	15,0	27,0	40,0	56,52	4,94%	0,309
8	50,0	15,0	27,0	60,0	60,12	5,16%	0,233
9	90,0	5,0	15,0	40,0	48,57	5,31%	0,353
10	90,0	5,0	15,0	60,0	49,32	5,98%	0,312
11	90,0	5,0	27,0	40,0	59,10	5,08%	0,307
12	90,0	5,0	27,0	60,0	59,67	5,79%	0,320
13	90,0	15,0	15,0	40,0	52,84	4,13%	0,309
14	90,0	15,0	15,0	60,0	58,92	4,44%	0,240
15	90,0	15,0	27,0	40,0	58,84	4,39%	0,244
16	90,0	15,0	27,0	60,0	52,36	3,56%	0,208
17	40,3	10,0	21,0	50,0	61,88	4,60%	0,292
18	99,7	10,0	21,0	50,0	59,20	4,01%	0,253
19	70,0	2,6	21,0	50,0	56,41	5,61%	0,310
20	70,0	17,4	21,0	50,0	54,88	4,39%	0,230
21	70,0	10,0	12,1	50,0	52,94	4,54%	0,267
22	70,0	10,0	29,9	50,0	58,29	3,56%	0,277
23	70,0	10,0	21,0	35,2	51,06	4,89%	0,281
24	70,0	10,0	21,0	64,8	60,42	4,41%	0,238
25	70,0	10,0	21,0	50,0	59,65	4,29%	0,234
26	70,0	10,0	21,0	50,0	58,67	4,26%	0,234

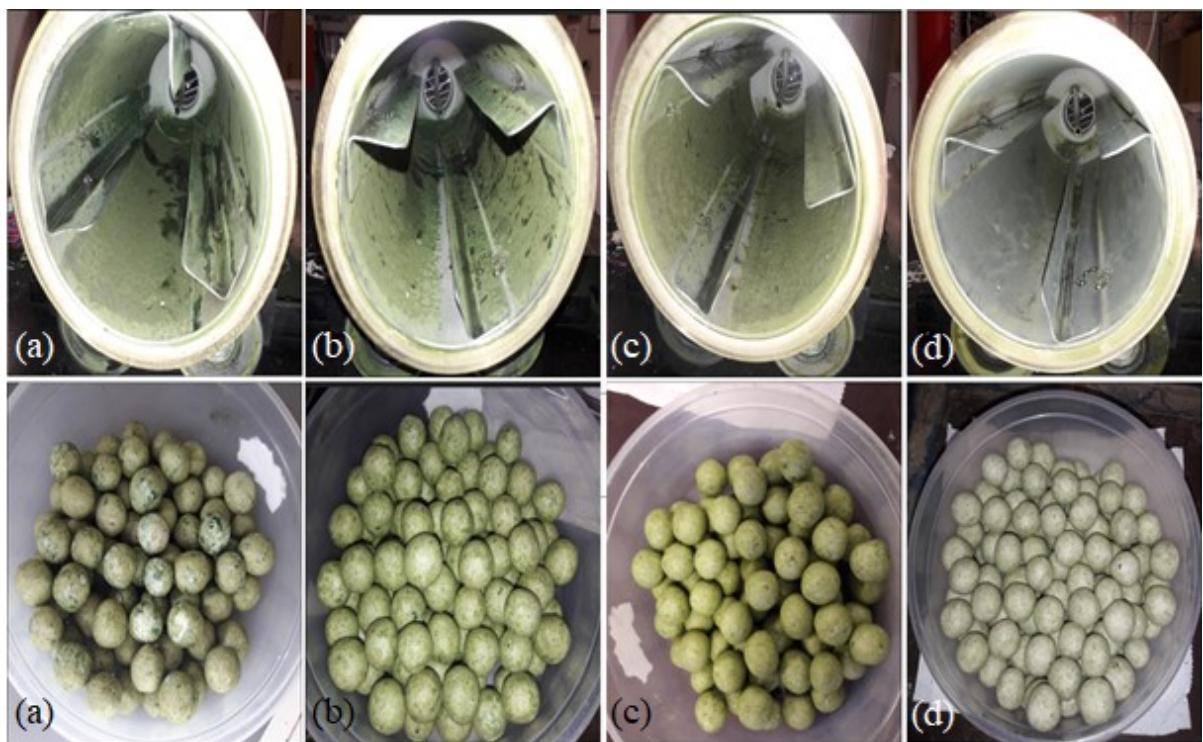


Figura 4.9 – Diferentes aspectos do tambor e inertes após a secagem em SRRI da Spirulina:
Experimentos 1 (a), 23 (b), 19 (c) e 4 (d)

Na Tabela 4.6, os experimentos com maiores e menores rendimentos são apresentados em ordem decrescente, sendo visível que há uma influência de todas as variáveis analisadas nos resultados obtidos, com uma tendência de maiores Rendimentos serem obtidos nos experimentos realizados à Temperaturas mais baixas, Intermitências intermediárias e com altos valores de Rotação e Enchimento.

Tabela 4.6 – Experimentos de maiores e menores Rendimentos de Secagem no SRRI

Exp.	Temperatura (°C)	Intermitência (min)	Enchimento (%)	Rotação (RPM)	Rendimento (%)
4	50,0	5,0	27,0	60,0	63,28%
17	40,3	10,0	21,0	50,0	61,88%
24	70,0	10,0	21,0	64,8	60,42%
. . .					
10	90,0	5,0	15,0	60,0	49,32%
9	90,0	5,0	15,0	40,0	48,57%
1	50,0	5,0	15,0	40,0	44,10%

Para melhor entendimento do comportamento das variáveis no processo, efetuou-se uma análise estatística dos resultados encontrados nos 26 experimentos do PCC. Através da Equação 4.5, obtida por regressão múltipla ($R^2 = 0,9048$ e $\alpha = 0,10$), é possível observar que todas as variáveis estudadas foram estatisticamente significativas nos resultados obtidos, seja de forma independente, quanto combinada. Isso reforça a importância da análise correta da faixa de trabalho do equipamento e a complexidade de operação do mesmo, uma vez que para obter o maior rendimento possível no SRRI e, por conseguinte, um melhor aproveitamento da biomassa alimentada, todas as variáveis devem ser consideradas.

$$\text{Rendimento} = 60,46 - 2,04 \cdot I^2 + 3,14 \cdot E - 2,05 \cdot E^2 + 1,51 \cdot R - 1,99 \cdot R^2 - 0,83 \cdot T \cdot I + \\ - 2,08 \cdot T \cdot R - 1,51 \cdot I \cdot E - 1,49 \cdot I \cdot R \quad (4.5)$$

Na Figura 4.10 são apresentadas as superfícies de resposta obtidas para o Rendimento com base nos resultados encontrados. Observou-se que os maiores rendimentos foram encontrados para experimentos realizados com valores elevados de Enchimento (Figuras 4.10a e 4.10d) e Rotação (Figuras 4.10a e 4.10c). Fisicamente tal resultado é consistente uma vez que uma maior quantidade de inertes representa uma maximização de superfície de contato do material com o ar, ao mesmo tempo que a Rotação favorece o movimento de cascateamento e a remoção do material tanto dos inertes quanto das paredes do SRRI (BURJAILI, 1996; LIMAVERDE JR, 2000).

Entretanto, ao verificarmos os efeitos da Temperatura (Figuras 4.10b e 4.10c), notou-se que as temperaturas mais baixas permitiram obter maiores Rendimentos, desde que associadas a uma maior Rotação. Uma das justificativas para esse comportamento pode estar associada à Temperatura de Transição Vítreia (Tg) da microalga, já que os maiores Rendimentos foram obtidos nos experimentos realizados em temperatura inferiores à Tg da Spirulina (64,33°C). Collares (2001) já havia mencionado que o desprendimento de materiais alimentícios de superfícies durante a secagem é diretamente dependente da transição vítreia dos mesmos. Tal dependência não havia sido relatada previamente em secagens no SRRI, se mostrando uma informação importante para operação desse secador.

Quando se verifica o efeito da Intermitência (Figuras 4.10b e 4.10d), nota-se que há um valor ideal para a mesma, próximo a faixa intermediária de operação (que foi cerca de 10 minutos), onde os Rendimentos obtidos são maiores. Honorato (2006) relatou que quando a Intermitência é muito baixa, tem-se um excesso de material úmido dentro do secador, o que umidifica o ar e reduz a transferência de água para o mesmo. Assim, o material acaba por não

conseguir atingir a relação umidade/densidade adequada para ser arrastado para o ciclone, ficando aderido no interior do secador, reduzindo o Rendimento.

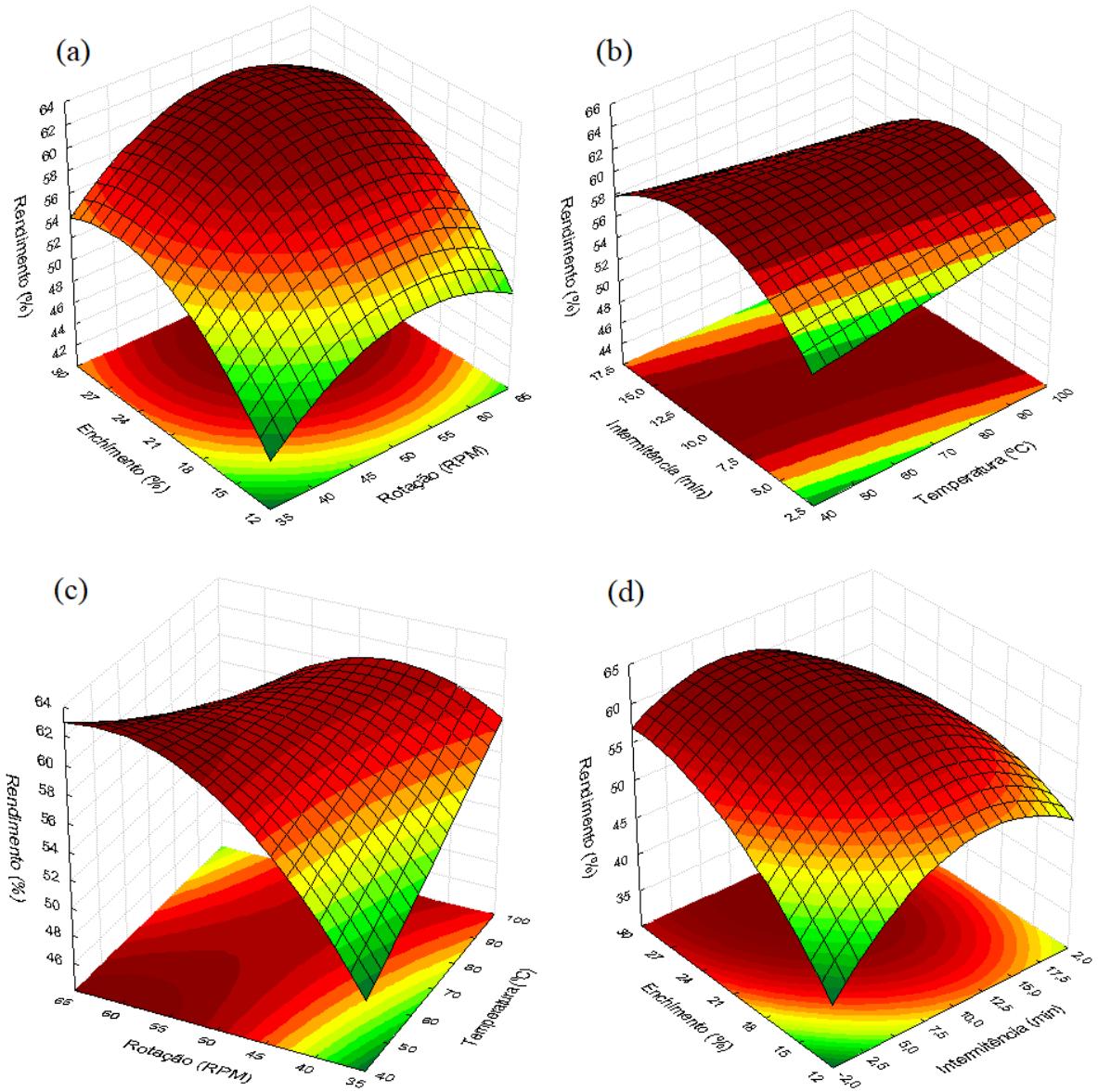


Figura 4.10 – Efeito das varáveis de processo no Rendimento obtido no SRRI

Baseado nos resultados obtidos, optou-se por realizar uma sequência de experimentos extras visando maximizar ainda mais o Rendimento obtido, cujas condições operacionais e resultados encontrados são apresentados na Tabela 4.7.

Tabela 4.7 – Experimentos extras na secagem em SRRI da Spirulina

Exp.	T (°C)	I (min)	E (%)	R (RPM)	Rendimento (%)
A	50,0	10,0	29,9	64,8	64,07 %
B	70,0	10,0	29,9	64,8	59,19%
C	50,0	10,0	27,0	80,0	57,34 %
D	50,0	10,0	35,0	60,0	60,73 %
ED	40,3	6,7	27,9	66,0	65,38 %

Inicialmente, foram realizados os experimentos A e B, combinando duas temperaturas distintas (50°C e 70°C) e Intermitência intermediária (10 min) com as condições +α de Enchimento e Rotação (29,9% e 64,8 RPM, respectivamente), combinação essa não presente no Planejamento Experimental. Os resultados indicaram que o Experimento A conduziu a um Rendimento superior ao do melhor experimento do PCC (64,07% contra 63,28% obtido no Exp. 4), reforçando a tendência apresentada nas Superfícies de Resposta (Fig. 4.10) e indicando as temperaturas inferiores (devido a transição vítreia) realmente como as melhores para o processo.

Uma vez que altas Rotações e Enchimentos maximizaram o Rendimento obtido, realizou-se dois experimentos (C e D) nos valores máximos permitidos pelo equipamento (80 RPM e 35%, respectivamente), verificando se havia um limite de operação para seus valores. Tais experimentos confirmaram um comportamento não linear, indicando um limite para a elevação destas variáveis, uma vez que o Rendimento de Secagem se reduziu em ambos os casos (57,34% e 60,73%, respectivamente). Assim, as quatro variáveis analisadas acabam por possuir uma faixa de operação ideal dentro da qual deve-se buscar realizar a secagem no SRRI, sendo que para encontrar essa condição faz-se necessário a realização de um estudo de otimização.

Dessa forma, em posse dos 26 experimentos iniciais mais os quatro complementares, realizou-se a otimização matemática dos resultados pelo Método de Evolução Diferencial (PRICE & STORN, 1998) com o intuito de se definir as condições ótimas das quatro variáveis de processo. As condições sugeridas pelo algoritmo corresponderam ao experimento ED da Tabela 4.7, cujo rendimento predito foi de 67,63%. Após realização de um experimento nesta condição, obteve-se um Rendimento de 65,38%, ou seja com um erro de 3,4% em relação ao

valor predito, mas superior a todos os obtidos nos experimentos, confirmado experimentalmente o uso dessa técnica na otimização da secagem da Spirulina em SRRI.

Devido as propriedades da maltodextrina como agente carreador (Seção 2.5.4) e dos bons resultados que a mesma apresentou na secagem de camu-camu por SRRI (Seção 4.2.2), realizaram-se também dois experimentos com adição desse agente nas concentrações de 10% e 15% (denominados M10 e M15, respectivamente) e nas condições operacionais do experimento ED. Os rendimentos obtidos foram de $M10 = 55,51\%$ e $M15 = 48,95\%$, indicando que a presença da maltodextrina na Spirulina durante a secagem em SRRI prejudicou o processo, reduzindo consideravelmente o Rendimento obtido, diferentemente do observado para o camu-camu e outros materiais.

Tal comportamento pode ser justificado pela redução da Temperatura de Transição Vítreia da Spirulina ($64,33^{\circ}\text{C}$) quando a maltodextrina foi adicionada. Os produtos obtidos apresentaram uma T_g de $43,00^{\circ}\text{C}$ (M10) e $46,71^{\circ}\text{C}$ (M15), muito próximas à temperatura de secagem utilizada ($40,3^{\circ}\text{C}$), favorecendo a formação de pegajosidade no material durante o processo. Além disso, uma vez que a maltodextrina acaba por tornar o material mais fluido, dificulta-se seu recobrimento sobre os inertes, já que o mesmo escorre por eles mais facilmente (BURJAILI, 1996).

4.1.4.3 – Simulação Numérica Computacional

Além da análise detalhada dos efeitos das diferentes variáveis e suas combinações durante a secagem em SRRI, efetuou-se um estudo por simulação computacional em DEM visando complementar os resultados obtidos, análise essa ainda não realizada em trabalhos anteriores encontrados na literatura e que acrescentou muito sobre o comportamento fluidodinâmico do secador rotatório com recheio de inertes.

Como exposto anteriormente, as duas variáveis que tiveram maior influência no Rendimento de Secagem foram o grau de Enchimento (E) e a Rotação (R). Assim, as simulações em DEM tiveram o intuito de verificar o efeito dessas duas variáveis no fluxo de partículas inertes e o número de colisões entre elas. Avaliar tal comportamento é interessante, uma vez que se espera que um número maior de colisões entre as partículas permita uma maior produção de material seco. Assim, avaliar como o número de colisões e a velocidade dos inertes

no leito são afetados pelo grau de Enchimento (E) e pela Rotação (R) e como isso se relaciona ao Rendimento foi o objetivo desta etapa.

Na Figura 4.11 é apresentada a distribuição de velocidades dos inertes em condições de Enchimento constante (15%) e Rotações variáveis (40 e 60 RPM). Como esperado, um aumento na Rotação elevou a velocidade dos inertes, uma vez que quando a velocidade angular é aumentada, tem-se uma intensificação do momento transferido da parede para as partículas, o que causa uma maior mobilidade do leito.

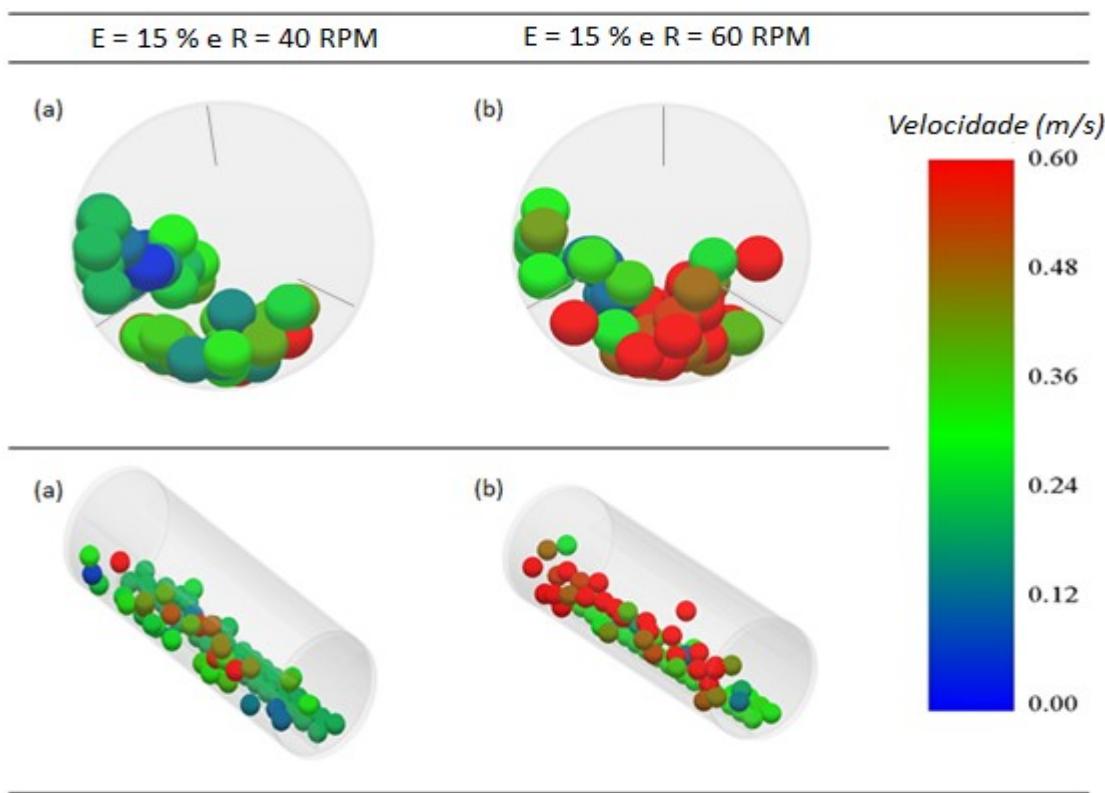


Figura 4.11 – Velocidade das partículas inertes para um mesmo grau de Enchimento (E) e diferentes Rotações (R): 40 RPM (a) e 60 RPM (b)

A Figura 4.12 mostra o resultado das simulações para o número de colisões em função do Rendimento médio obtido para as duas combinações analisadas anteriormente ($E=15\%$; $R=40$ RPM e $E=15\%$; $R=60$ RPM). É possível observar que para esse grau de Enchimento, o número médio de colisões entre as partículas foi levemente influenciado pela variação na Rotação (cerca de 10%). O Rendimento, por outro lado, apresentou experimentalmente um incremento médio de 22,3%, o que indica o efeito positivo desse aumento de velocidade angular, fazendo com que as colisões ocorram com uma maior força, levando a uma maior remoção da microalga da superfície dos inertes e parede do secador.

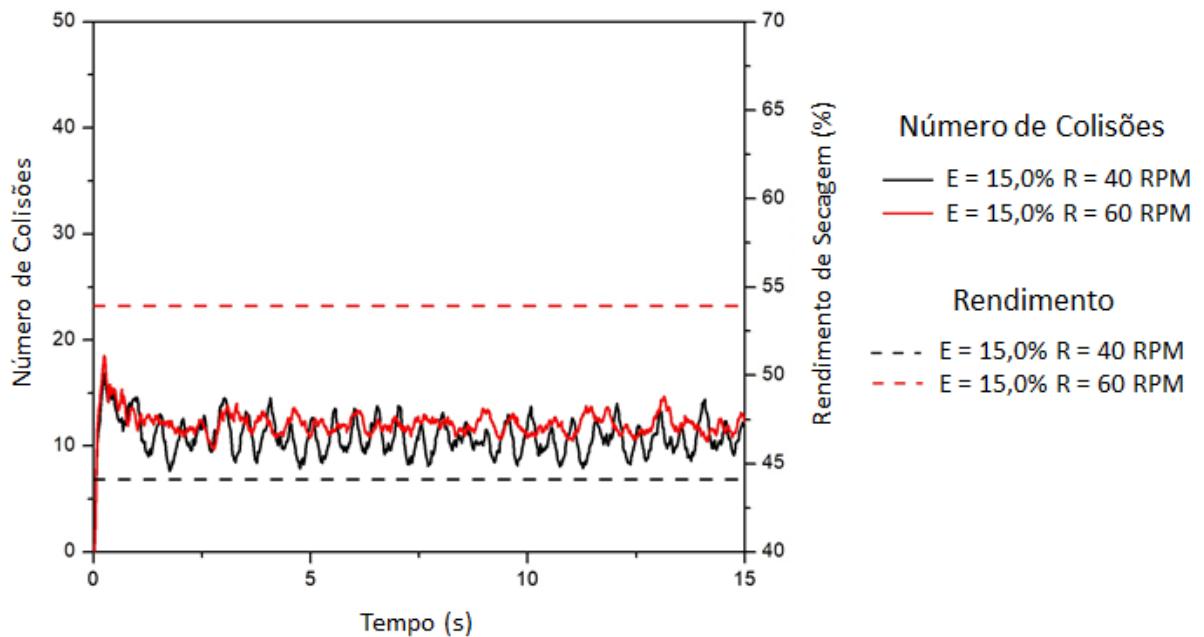


Figura 4.12 – Número de colisões *versus* rendimento para a mesma condição de Enchimento ($E = 15,0\%$) e Rotações distintas ($R = 40$ e 60 RPM).

Nas Figuras 4.13 e 4.14, a mesma análise foi realizada para experimentos realizados na mesma Rotação ($R = 40$ RPM) e diferentes graus de Enchimento ($E = 15\%$ e 27%). Analisando a Figura 4.13 é possível verificar que a distribuição de velocidades das partículas não foi significativamente afetada pelo aumento no grau de Enchimento. Entretanto, ao verificar a Fig. 4.14 observou-se que o número de colisões aumentou em cerca de 185% devido a maior presença de inertes no tambor. Com um número maior de inertes, uma maior quantidade de colisões tende a ocorrer dentro do secador, aumentando o Rendimento médio em cerca de 22%.

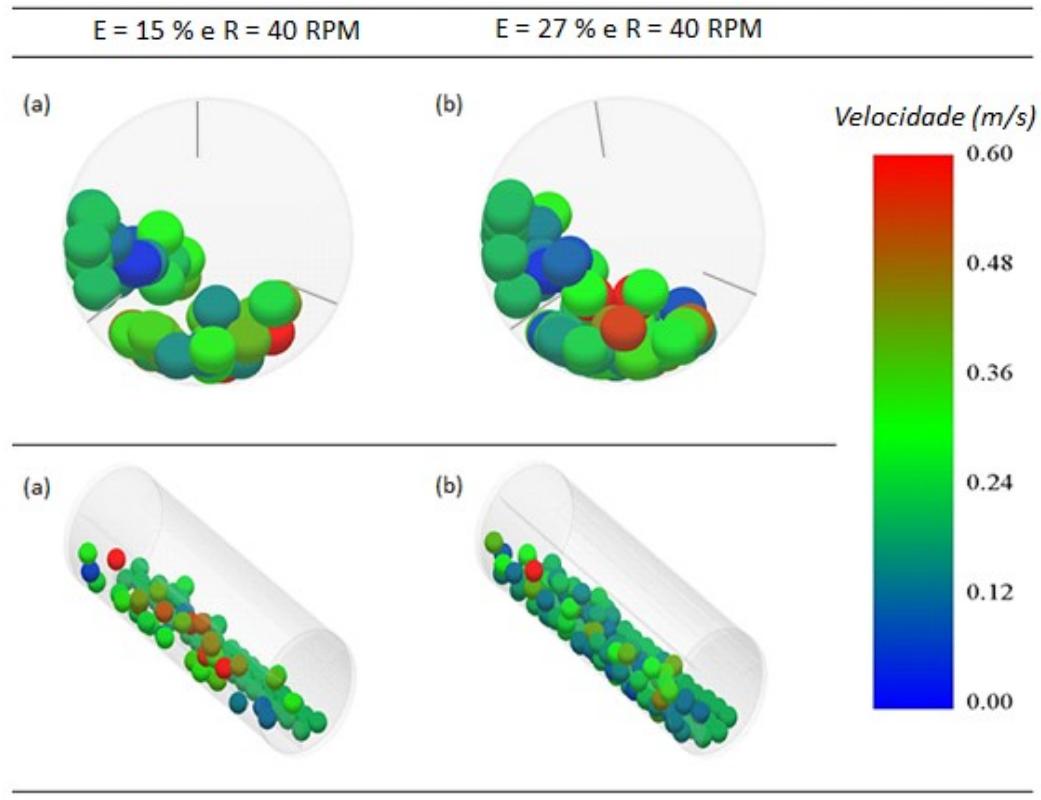


Figura 4.13 – Velocidade das partículas inertes para uma mesma Rotação ($R = 40$ RPM) e diferentes graus de Enchimento (E): 15 % (a) e 27 % (b)

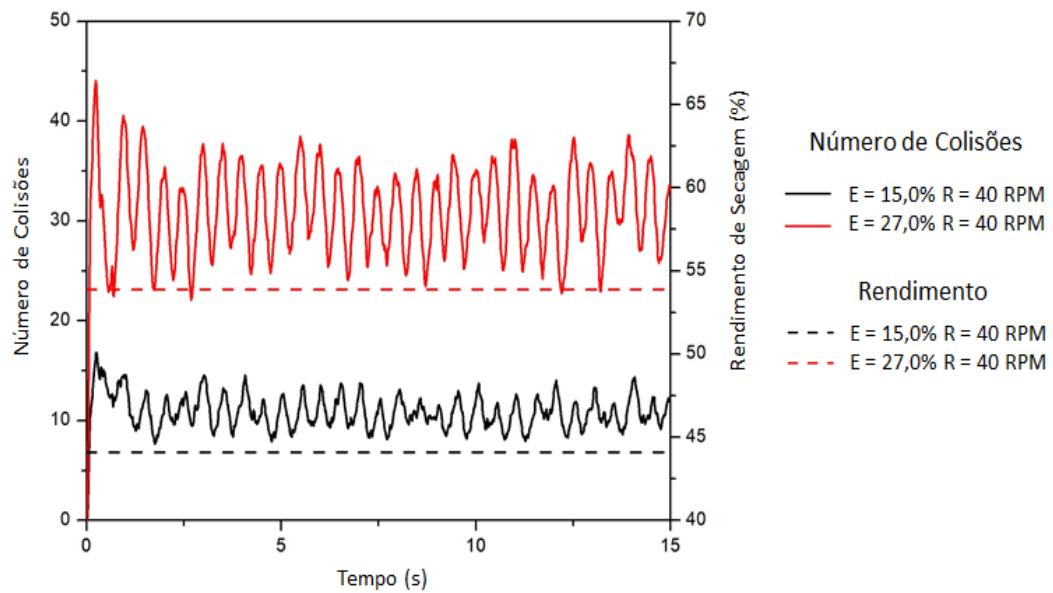


Figura 4.14 – Número de colisões *versus* rendimento para a mesma condição de Rotação ($R = 40$ RPM) e Enchimentos distintos (E = 15% e 27%)

Para avaliar o efeito combinado do Enchimento e Rotação no leito de inertes, realizou-se as simulações apresentadas nas Figuras 4.15 e 4.16. Avaliando condições de baixo Enchimento (15%) e Rotação (40 RPM) com a melhor condição obtida no trabalho (Exp. ED, $E = 27,8\%$ e $R = 66$ RPM) verificou-se que o número de colisões aumentou significativamente, justificando o elevado aumento observado no Rendimento. Enquanto os valores de E e R aumentaram em 86% e 65% respectivamente, o incremento de colisões atingiu os 186%, permitindo um aumento de cerca de 48,2% no Rendimento obtido.

Dentro do que foi exposto, foi possível verificar que o grau de Enchimento apresentou uma influência mais significativa no número de colisões do que a Rotação. Tal resultado tem sentido físico uma vez que, para maiores valores de Enchimento, maior a probabilidade de os inertes entrarem em contato entre si e com as paredes. Entretanto, quando avaliamos os efeitos de ambas variáveis no Rendimento de Secagem, a velocidade de Rotação também tem influência nos resultados obtidos, já que está associada diretamente a velocidade atingida pelas partículas e a magnitude com que as colisões irão ocorrer, favorecendo ou não a liberação do material seco da superfície do inerte.

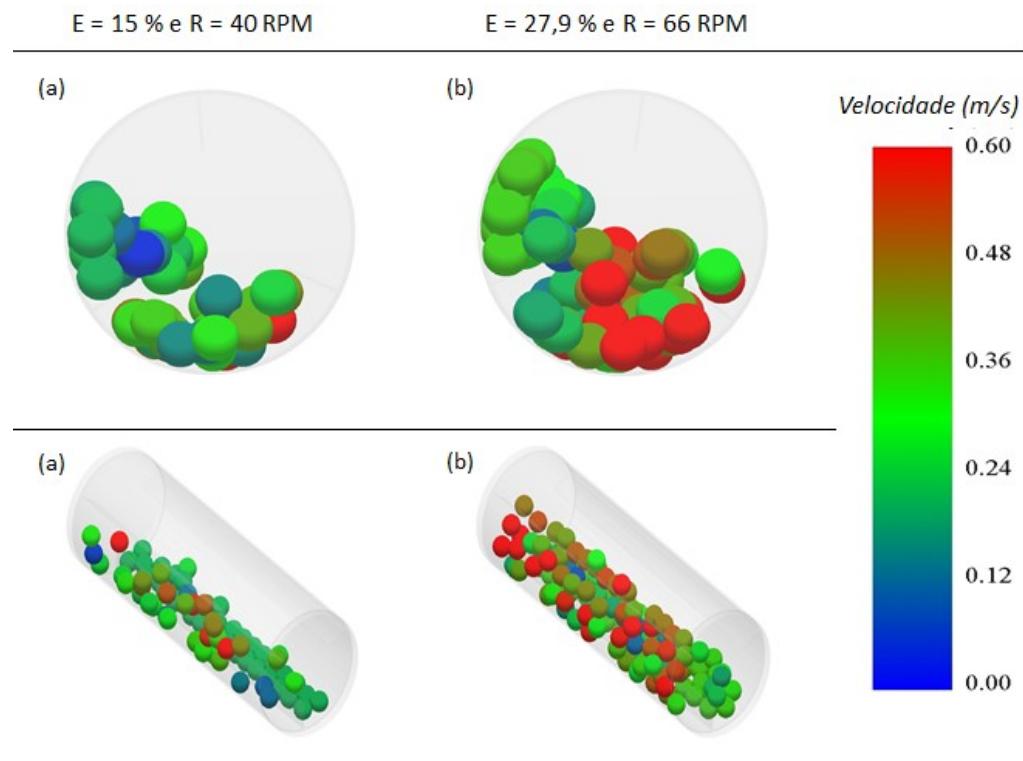


Figura 4.15 – Velocidade das partículas inertes para combinações de Enchimento e Rotações baixos (a) com a condição ótima (Experimento ED) (b)

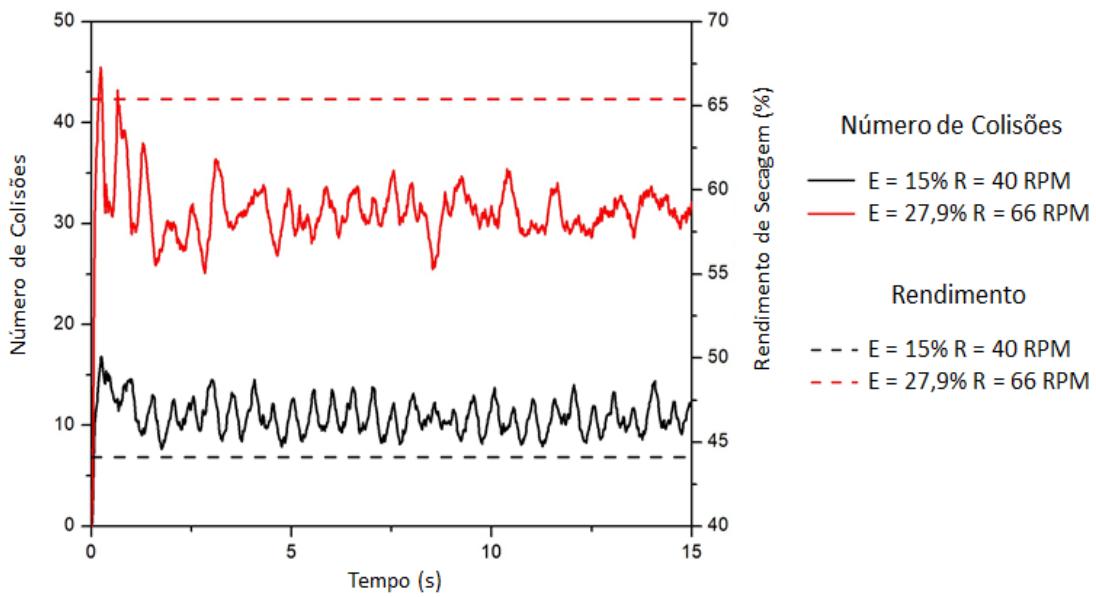


Figura 4.16 – Número de colisões *versus* rendimento para combinações de Enchimento e Rotações baixos ($E = 15\%$ e $R = 40$ RPM) com a condição ótima (Experimento ED) ($E = 27,9\%$ e $R = 66$ RPM)

Com base nos resultados obtidos, o uso da simulação numérica por DEM se mostrou uma ferramenta bastante eficiente e interessante para a avaliação do efeito das variáveis fluidodinâmicas do SRRI e de como estas afetam o Rendimento de Secagem, acrescentando bastante ao conhecimento do funcionamento desse secador e abrindo um leque de possibilidades para trabalhos futuros tanto para a secagem de Spirulina quanto outros materiais, além de possíveis aprimoramentos para o equipamento.

4.1.4.4 – Teor de Compostos Bioativos

Com as melhores condições operacionais definidas para o Rendimento de Secagem, efetuou-se a análise estatística dos teores de compostos bioativos obtidos para os experimentos realizados, de forma semelhante ao efetuado na secagem por *refractance window* (superfícies de resposta, equações de regressão e $\alpha = 0,10$).

Os resultados obtidos para o Teor de Fenólicos Totais (TPC) estão expressos pela Equação 4.6 ($R^2 = 0,8384$) e nas superfícies de resposta apresentadas na Figura 4.17. Observou-se que, de forma similar ao ocorrido para o Rendimento, as quatro variáveis estudadas tiveram influência nos resultados obtidos, tanto de forma independente quanto combinada (T e E).

$$TPC = 408,00 + 23,93 \cdot T - 43,07 \cdot T^2 - 66,20 \cdot I^2 - 20,03 \cdot E^2 - 21,22 \cdot R^2 - 15,18 \cdot T \cdot E \quad (4.6)$$

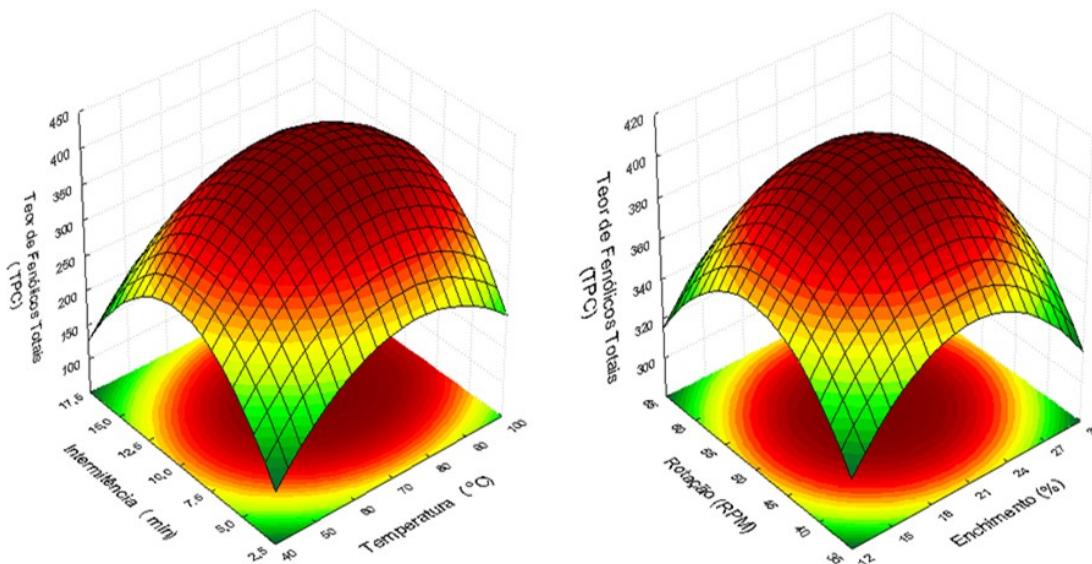


Figura 4.17 – Teor de Fenólicos Totais (TPC) na secagem em SRRI da Spirulina

Entretanto, diferentemente do Rendimento, os melhores resultados de TPC foram obtidos em faixas intermediárias das quatro variáveis estudadas, onde foi possível encontrar teores de fenólicos próximos aos da microalga *in natura* (462,12 mg ácido gálico / 100 g amostra seca), como nos Exp. 26 e Exp. 21 com TPC de 433,38 e 400,13 mg ácido gálico / 100 g amostra seca, respectivamente. Dessa forma, para se obter uma boa retenção desse composto bioativo no produto final, a secagem deve ocorrer nessa faixa de operação específica. Esses resultados já reforçam o potencial do uso do SRRI na secagem da Spirulina, uma vez que a maioria das metodologias convectivas convencionais levou a uma alta degradação dos compostos fenólicos presentes nas microalgas (AGUSTINI et al., 2015).

Os resultados obtidos para o Teor de Flavonoides Totais (TFC) são apresentados pela Equação 4.7 ($R^2 = 0,7772$) e Figura 4.18. Assim como verificado nos compostos fenólicos, todas as variáveis estudadas foram estatisticamente significantes nos TFC obtidos, tanto de forma individual quanto combinada.

$$TFC = 7,15 + 0,29 \cdot T - 0,75 \cdot T^2 + 0,41 \cdot I + 0,70 \cdot E - 0,49 \cdot E^2 - 0,37 \cdot R + 0,64 \cdot T \cdot R + -0,36 \cdot I \cdot E - 0,64 \cdot E \cdot R \quad (4.7)$$

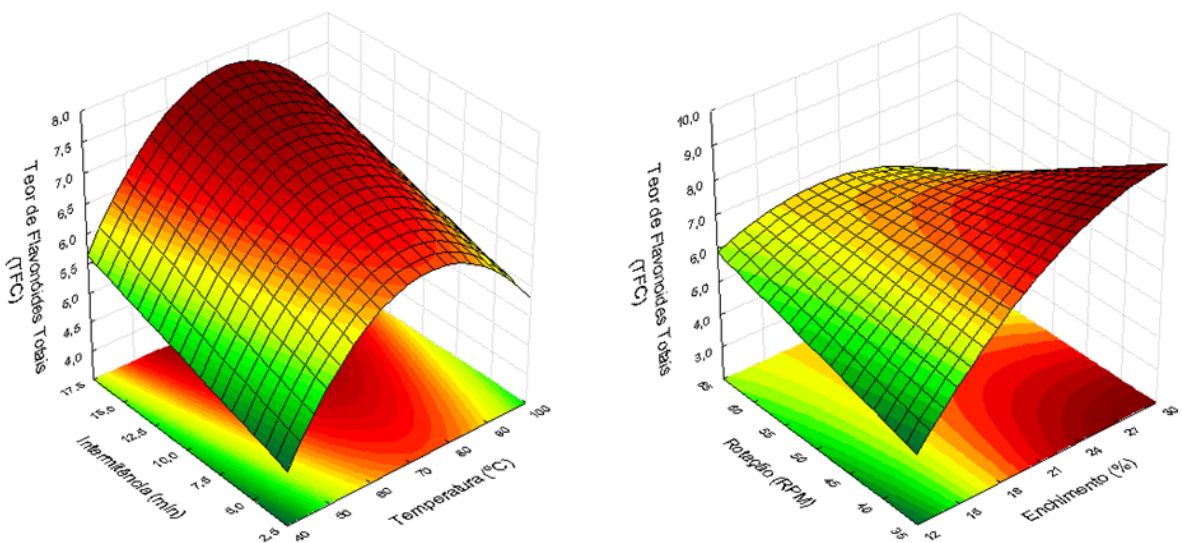


Figura 4.18 – Teor de Flavonoides Totais (TPC) na secagem em SRRI da Spirulina

Entretanto, diferente do observado para os fenólicos, os maiores teores de flavonoides foram encontrados nas seguintes condições: faixas intermediárias de Temperatura, altos tempos de Intermittência e na interação de elevados graus de Enchimentos com baixas velocidades de Rotação. Tais condições permitiram obter um TFC próximo ao do material *in natura* (9,86 mg rutina / 100 g amostra seca), como é exemplificado pelos Exp. 20 e Exp. 11, com um TFC de 8,33 e 8,16 mg rutina / 100 g de amostra seca, respectivamente, novamente potencializando o uso dessa técnica de secagem em termos de retenção de compostos bioativos.

Na Equação 4.8 ($R^2 = 0,7567$) e Figura 4.19 são apresentados os resultados obtidos para Acidez (ATT). Verificou-se uma degradação considerável desse composto na secagem da Spirulina por SRRI em todos os experimentos realizados, o qual reduziu seus teores para valores entre 24% e 50% do teor de ácido cítrico original das amostras (5336,01 mg ácido cítrico / 100 g amostra seca), dependendo da condição experimental. Tal redução nesse composto não é tão prejudicial ao produto obtido, uma vez que apesar do efeito antioxidante do ácido cítrico, altas concentrações do mesmo podem dificultar a aceitação sensorial do produto obtido, devido sua elevada acidez e/ou adstringência, como já comentado (SILVA, 2015).

Avaliando os efeitos das variáveis operacionais na ATT, observou-se que o grau de Enchimento (E) não teve influência significativa nos resultados obtidos. De uma forma geral, os experimentos com elevada ATT foram obtidos em condições intermediárias de Temperatura e Rotação, favorecidas por valores elevados de Intermittência.

$$ATT = 2245,32 - 166,01 \cdot T - 384,03 \cdot T^2 + 116,18 \cdot I - 172,31 \cdot R^2 \quad (4.8)$$

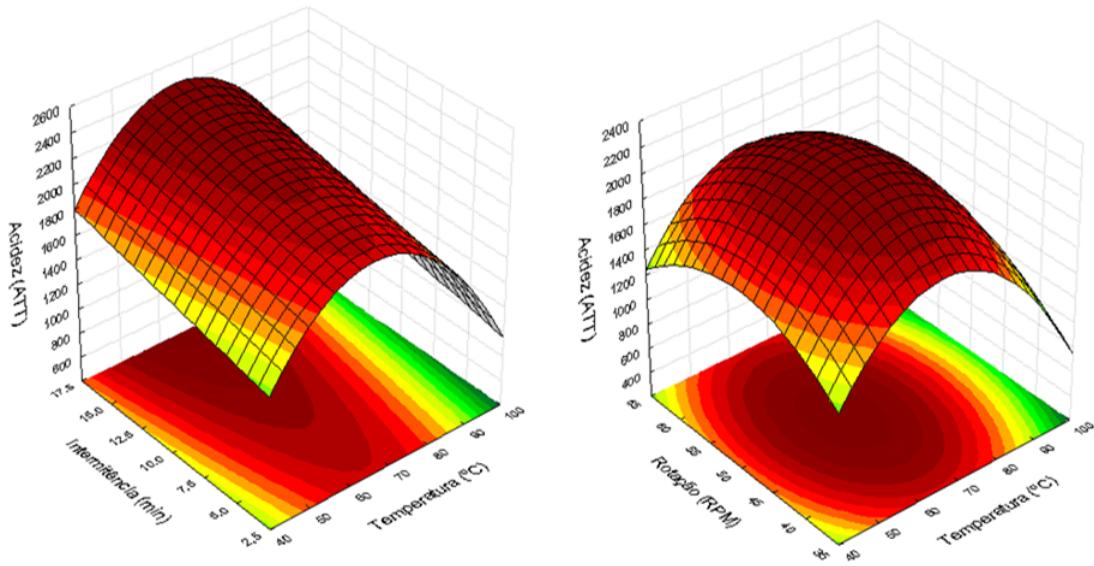


Figura 4.19 – Acidez Total Titulável (ATT) na secagem em SRRI da Spirulina

O Teor de Ficocianina (TF) obtido nos experimentos é mostrado na Equação 4.9 ($R^2 = 0,8386$) e Figura 4.20. Dentre as variáveis estudadas, apenas a Temperatura e Intermittência tiveram influência significativa nos resultados obtidos.

$$TF = 9,33 - 2,26 \cdot T + 0,81 \cdot I^2 \quad (4.9)$$

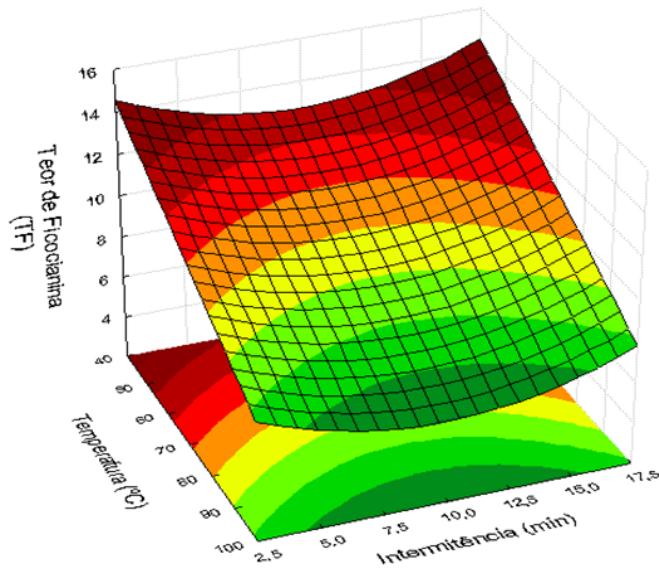


Figura 4.20 – Teor de Ficocianina (TF) na secagem em SRRI da Spirulina

Assim como observado na secagem por *refractance window*, o TF se mostrou fortemente dependente da temperatura de processo, com a ficocianina se mostrando

extremamente termossensível, como já relatado na literatura (DESMORIEUX & DECAEN, 2005; DOKE JR, 2005; SARADA et al., 1999). Os teores desse composto oscilaram desde muito próximos aos da microalga *in natura* (14,55 g ficocianina / 100 g amostra seca), como nos Exp. 6 e Exp. 2 realizados à 50°C e com TF de 13,85 e 13,64 g ficocianina / 100 g amostra seca, respectivamente, até amostras com alta degradação desse composto, como nos Exp. 18 e 11, realizados à 99,7°C e 90 °C cujos TF foram 6,55 e 6,82 g ficocianina / 100 g amostra seca, respectivamente.

De forma geral, pode-se concluir que a secagem da Spirulina em secador rotatório com recheio de inertes permitiu uma boa retenção de bioativos, indicando ser uma técnica pouco agressiva ao produto final. Entretanto, para que tal manutenção dos bioativos ocorra, cada composto apresentou uma faixa de operação em que os teores foram mais altos, não havendo uma única condição que maximizasse a todos simultaneamente. Entretanto, ao realizar uma análise global dos resultados, foi possível encontrar condições nas quais foi possível obter um elevado Rendimento e teores dos compostos bioativos em níveis satisfatórios, como ocorrido no experimento de maior Rendimento (Experimento ED).

Analisando-se os teores de bioativos presentes no experimento ED, cujo Rendimento foi de 65,38%, verificou-se um elevador teor de ficocianina (TF = 13,06 g ficocianina / 100 g amostra seca), teores intermediários de fenólicos e flavonoides (TPC = 217,88 mg ácido gálico / 100 g amostra seca e TFC = 4,47 mg rutina / 100 g amostra seca) e baixa acidez (ATT = 1859,10 mg ácido cítrico / 100 g amostra seca), indicando que apesar de não apresentar os melhores resultados de bioativos dentre os experimentos analisados, é uma condição interessante obtida no estudo do SRRI, onde foi possível obter alta produção de material desidratado e teores satisfatórios de bioativos, em especial, a ficocianina.

4.1.4.5 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Mudanças físicas ao longo da secagem podem alterar de diferentes formas a qualidade final dos produtos obtidos. Formação de poros, endurecimento, enrugamento, colapso ou fraturas podem ser avaliados por meio do uso da microscopia, auxiliando na análise dos impactos de uma técnica de secagem sobre um material específico (CHEN, 2008; SABLANI & RAHMAN, 2008). Devido a isso, experimentos realizados em SRRI foram submetidos à microscopia eletrônica de varredura (MEV) com o intuito de verificar alguma alteração

estrutural nas amostras, as quais podem complementar as observações feitas nas análises anteriores, cujas imagens obtidas são apresentadas nas Figuras 4.21 e 4.22.

Comparando as imagens obtidas para a Spirulina *in natura* e para as amostras secas em SRRI (Figura 4.21), observou-se que a microalga sofreu uma alteração considerável em sua estrutura física. A estrutura dos tricomas deixou de existir, deixando a superfície dos grânulos de pó obtidos uniformes, com poucas deformações e ausência de poros ou canais. Esse aspecto “suave”, semelhante a uma “folha sólida” já havia sido previamente relatado por Desmorieux et al. (2010) na análise em MEV de amostras secas de Spirulina de forma convectiva.

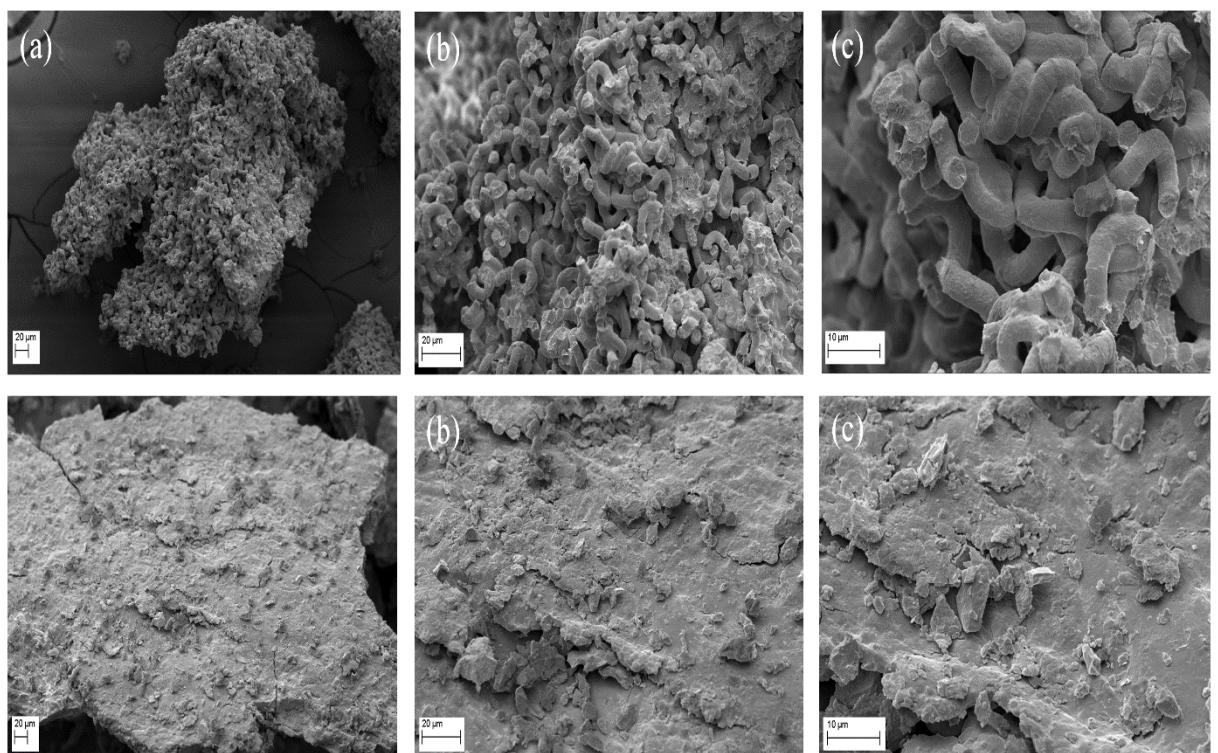


Figura 4.21 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) para amostras de Spirulina *in natura* (imagem superior) e secas (imagem inferior) em SRRI (Exp. 25): ampliação de 500 (a); 1500 (b) e 4000 (c) vezes.

Na Figura 4.22 são apresentados os impactos das diferentes condições operacionais sobre a Spirulina seca, em geral, comparando-se as condições centrais com as extremas do PCC (0 e $\pm\alpha$, respectivamente). Observou-se que praticamente nenhuma alteração significativa ocorreu, mesmo a microalga sendo submetida as mais variadas condições operacionais. Tal constatação reforça o potencial do secador na produção de um pó homogêneo com potencial de aproveitamento nas mais diversas indústrias.

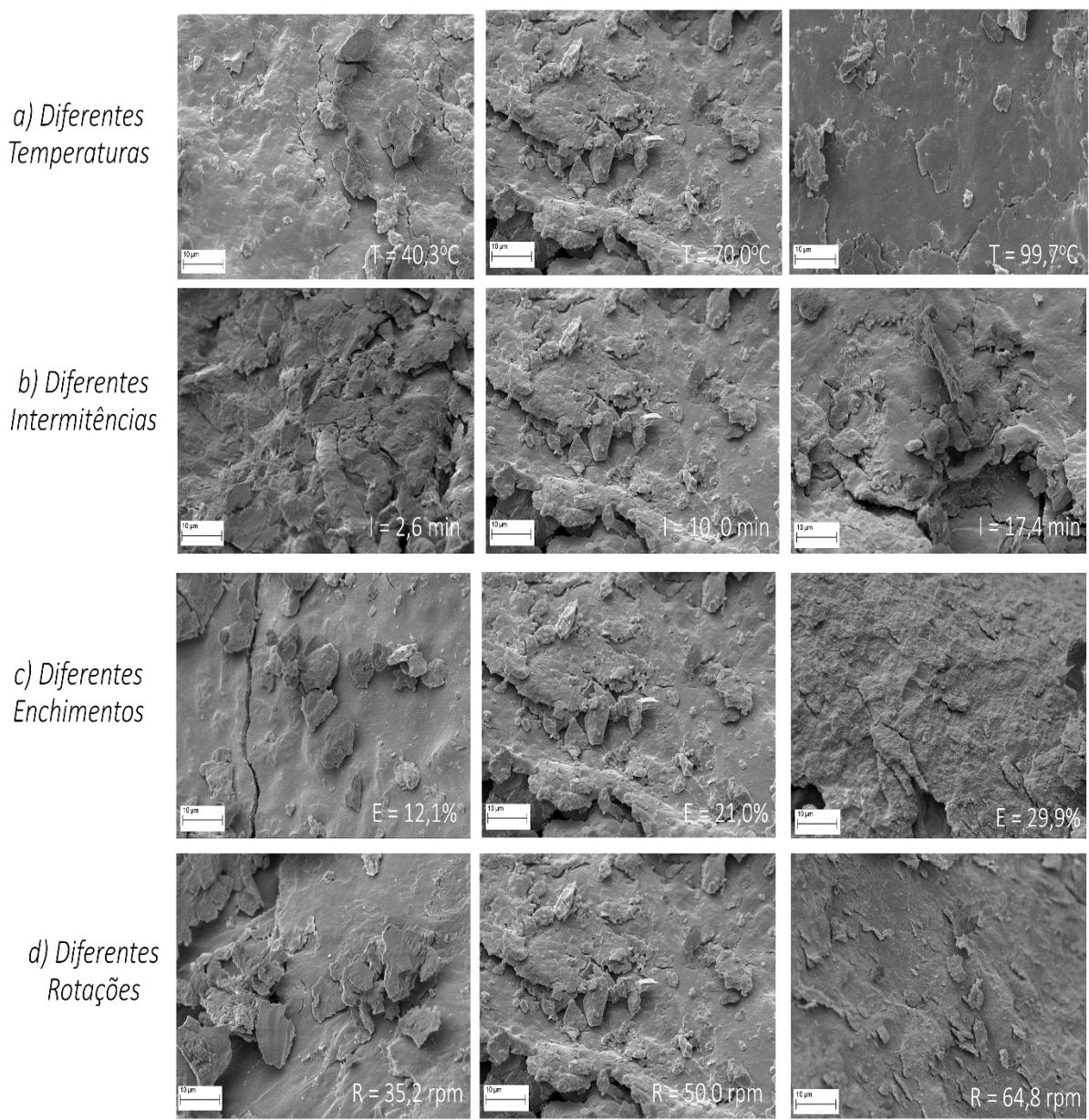


Figura 4.22 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) para amostras secas em SRRI: condição central do PCC (0) *versus* condições extremas ($\pm \alpha$).

4.1.5 – Infravermelho

4.1.5.1 – Considerações Gerais

O uso da radiação infravermelha pode ser uma alternativa interessante para a secagem da Spirulina, uma vez que essa metodologia tem se mostrado eficiente energeticamente e

produzido bons resultados em outros materiais, em comparação com os secadores convencionais (CENKOWSKI et al., 2008; RATTI & MUJUMDAR, 2007). Entretanto, dos trabalhos encontrado na literatura, apenas o de Desmorieux e Hernandez (2004) avaliou os efeitos do infravermelho nessa microalga, tornando necessário um estudo mais detalhado de como essa radiação afeta esse material e seus compostos bioativos.

A Spirulina desidratada por infravermelho é apresentada na Figura 4.23. O infravermelho fez com que a microalga seca apresentasse um aspecto especialmente polido e brilhante na superfície, como relatado anteriormente por Desmorieux e Hernandez (2004). Regiões de escurecimento também foram observadas no material, as quais se tornavam cada vez maiores e intensas conforme a temperatura do processo era aumentada. Semelhante ao observado na secagem por *refractance window*, foi preciso raspar o material do prato suporte após os experimentos, devido sua alta aderência.

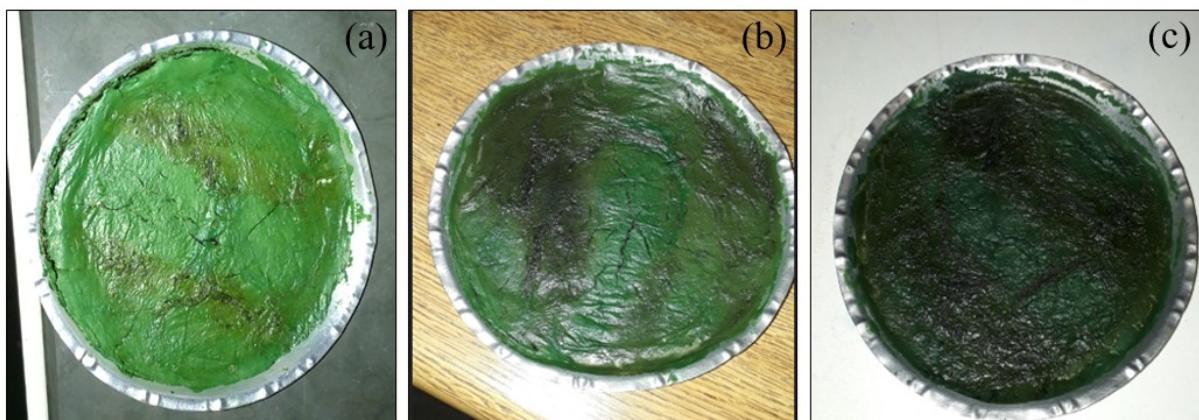


Figura 4.23 – Spirulina seca por infravermelho em diferentes temperaturas:
65°C (a), 80°C (b) e 110°C (c).

De todos os experimentos propostos, o único que não pôde ser realizado foi a secagem na temperatura de 50°C. O material ficou por cerca de 12 horas no secador e atingiu a variação mínima do equipamento (inferior a 0,1% de umidade removida por minuto) quando ainda estava com um teor de umidade elevado, de cerca de 28,72% e a_w de 0,736, o que impossibilitava seu aproveitamento devido a secagem insuficiente, como pode ser verificado na Figura 4.24.

Costa (2014) relatou que, em secadores de bandeja usando ar ambiente, o uso de temperaturas inferiores à 50°C na secagem de microalgas torna o processo inviável, uma vez que uma baixa umidade não é possível de ser atingida, pois o gradiente de pressão de vapor de água entre o interior do sólido e a corrente de ar não é suficiente para exercer a força motriz responsável pela remoção de umidade, tornando os tempos necessários para secagem

economicamente inviáveis. Tal comportamento provavelmente foi o que ocorreu nesse experimento em infravermelho à 50°C devido à baixa intensidade da radiação que não foi capaz de remover a água do material além de um certo ponto, controlado pelo equipamento. A formação de crosta que é visível na Figura 4.24 foi outro fator que possivelmente dificultou ainda mais a secagem nessas condições, sendo esse experimento descartado dos resultados.



Figura 4.24 – Aspecto final do experimento em infravermelho à 50°C

4.1.5.2 – Cinética de Desidratação

Os resultados de umidade, atividade de água (a_w) e tempo de secagem dos experimentos em infravermelho estão expostos na Tabela 4.8.

Tabela 4.8 – Secagem em infravermelho da Spirulina: umidade, a_w e tempo de secagem

Exp.	Temperatura (°C)	Umidade (%)	Atividade de Água (a_w)	Tempo de secagem (min)
1	65°C	12,92 ± 0,46 %	0,503	600
2	80°C	4,97 ± 0,39 %	0,444	330
3	95°C	4,38 ± 0,31 %	0,415	177
4	110°C	4,25 ± 0,08 %	0,348	117

Em todos os experimentos foi possível atingir um teor de umidade e a_w satisfatórios para armazenamento do material. Como esperado, quanto maiores as temperaturas, menores os tempos de processo. Além disso, observou-se que quando as temperaturas eram reduzidas de 80°C para 65°C, o tempo de processo praticamente dobrava, indicando que temperaturas mais baixas acabam por ocasionar tempos extremamente elevados de secagem, o que dificulta o

processo e aumenta o consumo energético, inviabilizando o uso dessa técnica. Tal comportamento ainda reforça o fato de o secador não ter conseguido uma secagem efetiva na temperatura de 50°C.

As curvas de cinética obtidas para secagem da Spirulina por infravermelho estão apresentadas na Figura 4.25. Assim como observado na secagem em *refractance window*, o modelo que melhor se ajustou aos dados experimentais foi o de Midilli et al. (2002) com R^2 médio de 0,9869. Os parâmetros obtidos para o modelo cinético podem ser observados na Tabela 4.9. O aumento do valor absoluto de k conforme as temperaturas são elevadas confirma o aumento na difusão do processo, justificando a redução considerável do tempo de secagem em temperaturas maiores.

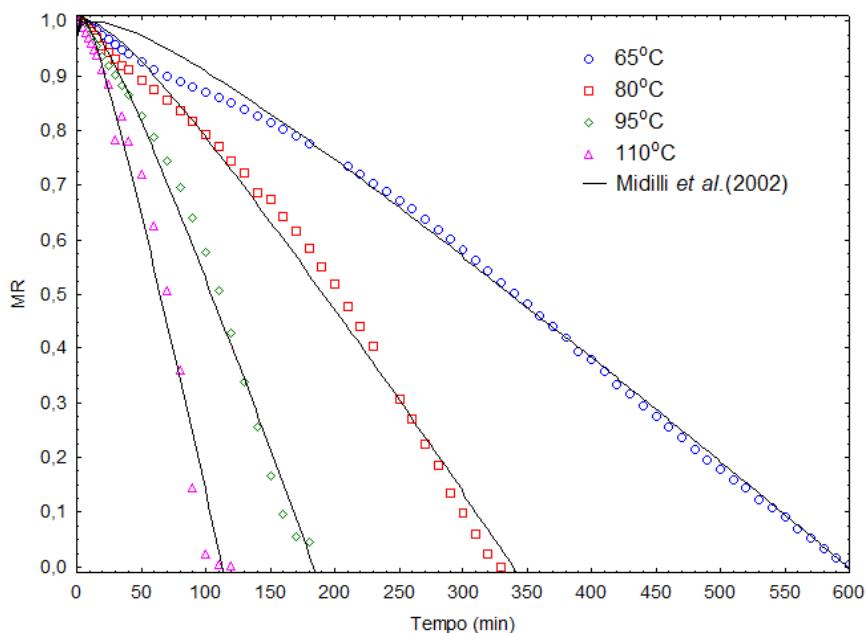


Figura 4.25 – Curvas de cinética da secagem por infravermelho da Spirulina

Tabela 4.9 – Parâmetros obtidos pelo modelo de Midilli et al. (2002) na secagem por infravermelho da Spirulina

Experimentos	k	n	A	B	R^2
65 °C	-1,62 x 10 ⁻²	0,54	0,9687	-2,72 x 10 ⁻³	0,9817
80 °C	-2,26 x 10 ⁻²	0,53	0,9689	-4,72 x 10 ⁻³	0,9918
95 °C	-3,29 x 10 ⁻²	0,53	0,9713	-8,98 x 10 ⁻³	0,9917
110 °C	-4,69 x 10 ⁻²	0,53	0,9711	-1,53 x 10 ⁻²	0,9825
R^2 médio					0,9869

4.1.5.3 – Teor de Compostos Bioativos

Os teores de compostos bioativos encontrados nas secagens em infravermelho são apresentados na Figura 4.26. Inicialmente, observou-se que, para todos os compostos analisados, houve uma redução considerável nos teores de bioativos quando comparados aos presentes na microalga *in natura*, indicando alta sensibilidade da Spirulina à essa metodologia de secagem. Isso pode ser justificado pelo fato que, uma vez que a Spirulina não possui celulose na sua parede celular como as plantas terrestres (CIFERRI, 1983; HABIB et al., 2008), suas células ficam mais vulneráveis à exposição da radiação infravermelha incidente durante a secagem, intensificando a degradação dos compostos.

Observando as condições experimentais avaliadas, pode-se afirmar que, de forma geral, os maiores teores de compostos bioativos foram obtidos nas temperaturas mais baixas de processo (65°C), indicando que a secagem foi muito mais afetada pela quantidade de energia fornecida do que pelo tempo de secagem em si, já que tais experimentos ocorreram em elevados tempos de processo.

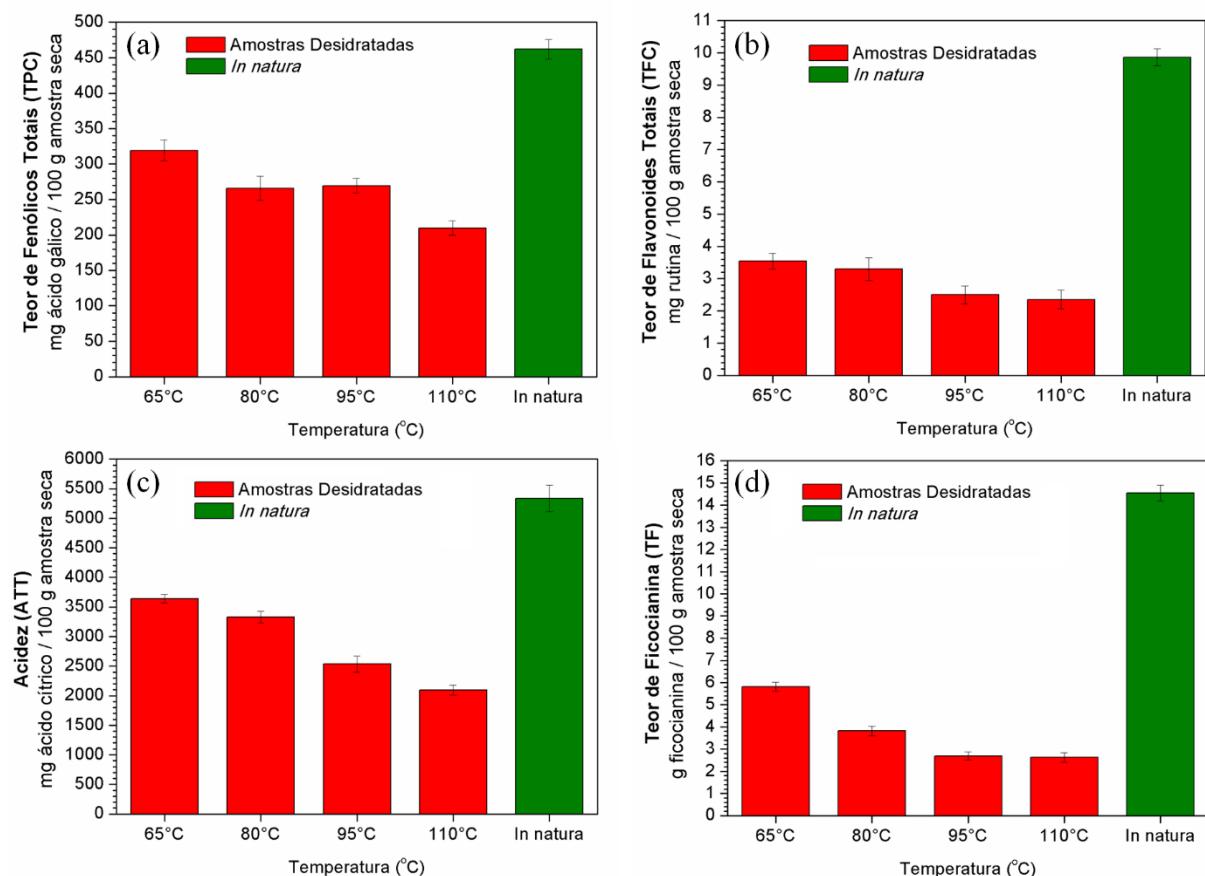


Figura 4.26 – Teores de compostos bioativos na secagem por infravermelho da Spirulina:

(a) TPC; (b) TFC; (c) ATT e (d) TF

Os teores de Fenólicos Totais (Figura 4.26a) apresentaram uma certa tolerância a variação de temperatura, se mantendo em seus valores mais elevados até por volta de 95°C. Mas mesmo em suas melhores condições, a degradação foi de cerca de 30% do TPC original. Já os compostos flavonoides (Figura 4.26b) foram muito mais sensíveis às temperaturas de processo, com o TFC se reduzindo a valores de no mínimo 64% menores que os presentes na microalga *in natura* nas condições à 65°C e 80°C. Em temperaturas acima de 80°C a degradação ainda foi maior para esse composto.

A Acidez (ATT) é apresentada na Figura 4.26c. Os resultados foram bastante semelhantes aos encontrados nos compostos anteriores, com maiores ATT nas amostras secas em menores temperaturas. Já a Ficocianina (Figura 4.26d) que já havia se mostrado termossensível nas metodologias anteriores de secagem, só confirmou esse comportamento. Entretanto, sua sensibilidade mesmo à 65°C foi elevada, tendo o composto se degradado a níveis de 40% do TF original.

Dessa forma, pode-se concluir que o uso de infravermelho na secagem da Spirulina não é a metodologia mais adequada para conservação desse material, uma vez que para se conseguir um teor razoável de compostos bioativos, ainda muito inferior ao presente inicialmente nas amostras, é preciso realizar as secagens com tempos extremamente elevados, dificultando a viabilidade do processo e aumentando o consumo energético do mesmo. Uma forma alternativa para minimizar tais problemas foi avaliada com a realização da secagem em infravermelho de forma intermitente, descrita na Seção 4.1.7.

4.1.5.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) nas amostras secas por infravermelho podem ser observadas na Figura 4.27. Diferentemente do observado na secagem em SRRI, as diferentes temperaturas alteraram a estrutura do material de forma mais visível. As amostras secas à 65°C (Figura 4.27b) apresentaram uma estrutura uniforme sem poros ou deformações, semelhantes às obtidas no secador rotatório. Entretanto, nota-se a presença de estruturas fusiformes residuais que tendem a aumentar de intensidade conforme a temperatura foi sendo elevada (Figuras 4.27c, 4.27d e 4.27e). Tais estruturas remetem à microalga *in natura* (Figura 4.27a), podendo indicar que por terem ocorrido em tempos menores de processo, o efeito sobre a estrutura inicial do material foi menor, já que o vapor de água era

mais facilmente transportado através do material, semelhante à formação de poros observada em outros materiais (SILVA, 2015).

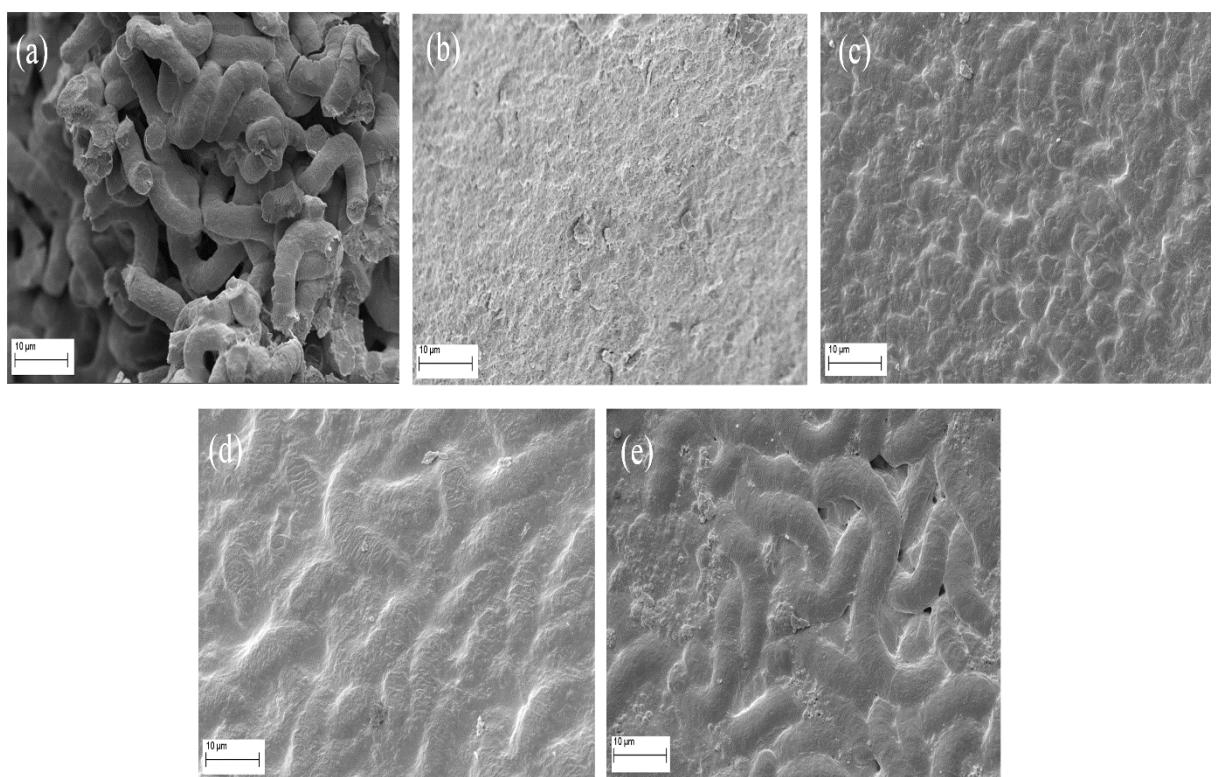


Figura 4.27 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 4000 vezes para a Spirulina *in natura* (a) e seca em infravermelho à 65°C (b); 80°C (c); 95°C (d) e 110°C (e).

4.1.6 – Micro-ondas

4.1.6.1 – Considerações Gerais

Após a secagem por micro-ondas, a Spirulina ficou com o aspecto apresentado na Figura 4.28. Foi possível observar uma redução de volume considerável, levando a um “espalhamento” da amostra sobre o prato suporte, além de um escurecimento mais intenso que o verificado na secagem por infravermelho, ocorrendo em toda extensão do material.

Tal comportamento foi ocasionado pela intensidade da secagem que fez com que a água deixasse as amostras de forma abrupta e intensa, já que o aquecimento ocorreu em mecanismos distintos da secagem em infravermelho ou *refractance window*, por exemplo (DATTA & ANANTHESWARAN, 2001; LI & RAMASWAMY, 2008; SCHIFFMANN,

2007). Outro ponto interessante é que a microalga não ficou fortemente aderida ao suporte como nos outros métodos, sendo facilmente removida para realização das análises.

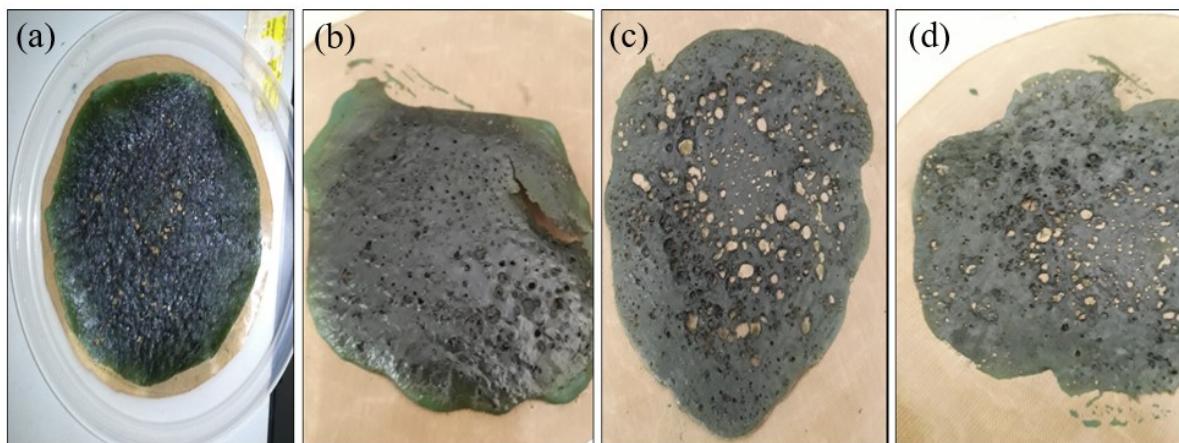


Figura 4.28 – Spirulina seca em micro-ondas em diferentes potências:
280 W (a); 480 W (b); 600 W (c) e 800 W (d)

4.1.6.2 – Cinética de Desidratação

Os resultados de umidade, atividade de água (a_w) e tempo de secagem dos experimentos realizados na secagem da Spirulina em micro-ondas estão expostos na Tabela 4.10.

Tabela 4.10 – Secagem em micro-ondas da Spirulina: umidade, a_w e tempo de secagem

Exp.	Potência (W)	Umidade (%)	Atividade de Água (a_w)	Tempo de secagem (min)
1	200 W	8,11 ± 0,03 %	0,429	70
2	280 W	6,62 ± 0,26 %	0,392	33
3	480 W	4,46 ± 0,19 %	0,347	18
4	600 W	4,10 ± 0,08 %	0,337	12
5	800 W	4,48 ± 0,23 %	0,342	11

Foi possível verificar, inicialmente, que os tempos de secagem foram extremamente reduzidos quando comparados com o RW e Infravermelho, o que já é relatado como um ponto extremamente positivo dessa metodologia (LI & RAMASWAMY, 2008; MASKAN, 2000). Em todos os experimentos realizados foi possível atingir um teor de umidade e a_w satisfatórios para armazenamento do material.

Para as maiores potências, os tempos de processo foram muito reduzidos e próximos, como pôde-se observar nos experimentos realizados à 600 e 800 W. Conforme a intensidade das micro-ondas foi sendo reduzida, os tempos de secagem aumentaram consideravelmente, praticamente dobrando de 480 W para 280 W e de 280 W para 200 W, de forma semelhante ao observado na secagem por infravermelho em baixas temperaturas. Provavelmente isso ocorre porque em condições de menor energia, falta força motriz para remover a água presente nas amostras, ainda mais dificultada pela formação da crosta na superfície do material. Dessa forma, os tempos de processo nessas condições são elevados, aumentando o consumo energético e dificultando a aplicação dessa metodologia nessas condições.

As curvas de cinética obtidas para os experimentos realizados são apresentadas na Figura 4.29. Mais uma vez, o modelo de Midilli et al. (2002) foi o que mais se ajustou aos dados experimentais, com um R^2 médio de 0,9977. Avaliando os parâmetros obtidos para o modelo (Tabela 4.11), observou-se um aumento considerável do k conforme a potência foi elevada, chegando o mesmo a ficar cerca de duas ordens de grandeza maior quando se comparou as potências de 280 W e 800 W, indicando a difusão intensa pela qual o material é submetido quando aquecido pelas micro-ondas em potências elevadas.

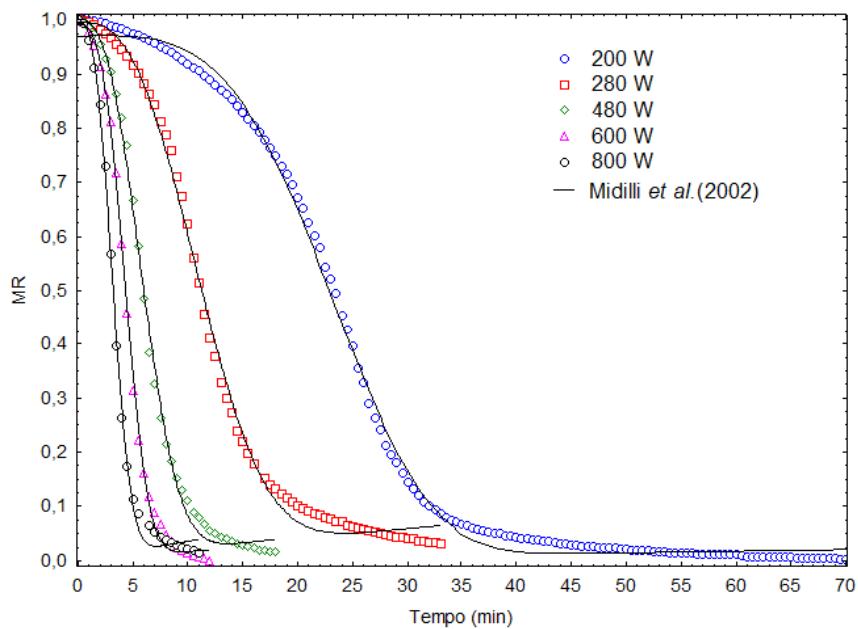


Figura 4.29 – Curvas de cinética da secagem por micro-ondas da Spirulina

Tabela 4.11 – Parâmetros obtidos pelo modelo de Midilli et al. (2002) na secagem em micro-ondas da Spirulina

Experimentos	k	n	A	B	R ²
200 W	$7,00 \times 10^{-6}$	3,67	0,9698	$2,93 \times 10^{-4}$	0,9980
280 W	$1,08 \times 10^{-3}$	2,69	0,9935	$1,97 \times 10^{-3}$	0,9969
480 W	$6,14 \times 10^{-3}$	2,66	0,9998	$2,19 \times 10^{-3}$	0,9975
600 W	$8,66 \times 10^{-3}$	2,99	0,9905	$1,70 \times 10^{-3}$	0,9982
800 W	$2,75 \times 10^{-2}$	2,79	0,9961	$3,58 \times 10^{-3}$	0,9981
R² médio					0,9977

4.1.6.3 – Teor de Compostos Bioativos

Os teores de compostos bioativos obtidos na secagem em micro-ondas são apresentados na Figura 4.30.

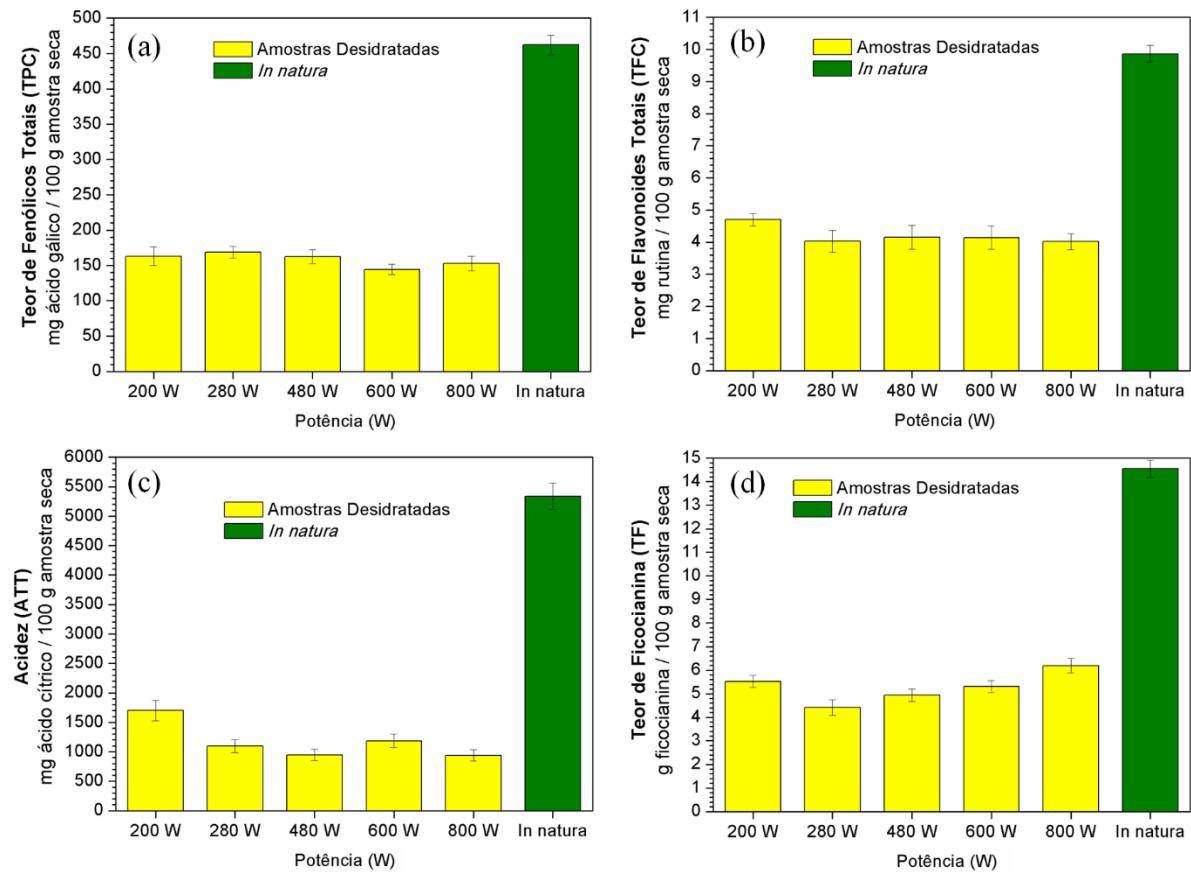


Figura 4.30 – Teores de compostos bioativos na secagem por micro-ondas da Spirulina:
(a) TPC; (b) TFC; (c) ATT e (d) TF

Observou-se que, apesar dos experimentos terem ocorrido em tempos muito inferiores aos observados em outras técnicas, ocorreu uma alta degradação dos compostos em relação à Spirulina *in natura*, semelhante ao observado na secagem por infravermelho. Tal constatação indica a sensibilidade que a microalga tem quando exposta à essas duas radiações eletromagnéticas, provavelmente devido a sua estrutura celular mais simples, como relatado anteriormente.

Os Teores de Fenólicos Totais (Figura 4.30a), Teores de Flavonoides Totais (Figura 4.30b) e Acidez (Figura 4.30c) se reduziram drasticamente a níveis próximos de 35%, 42 % e 22% do valor original das amostras antes da secagem, respectivamente. Entretanto, diferentemente da secagem por infravermelho, a intensidade das micro-ondas não influenciou nos resultados obtidos, atingindo-se praticamente as mesmas concentrações de bioativos, mesmo em potências mais baixas.

Comportamento levemente distinto foi apresentado somente para o Teor de Ficocianina (Figura 4.30d). Ao longo deste trabalho foi verificada a sensibilidade desse composto à altas temperaturas em todas as metodologias avaliadas, entretanto, ao se analisar os resultados obtidos em micro-ondas nota-se um leve aumento do TF para as potências mais altas. Tal resultado é interessante, uma vez que indica que, para esse composto, o tempo de exposição às micro-ondas se mostra mais impactante do que a potência em si, levando tempos menores à melhores teores de ficocianina no produto final. Entretanto, mesmo com tal constatação, a degradação foi extremamente evidente, com teores de ficocianina nas amostras secas de cerca de 43% do TF original da microalga.

Dessa forma, pode-se concluir que, assim como ocorrido na secagem por infravermelho, o uso das micro-ondas não se mostrou interessante para a secagem da Spirulina, uma vez que a degradação dos bioativos foi extremamente intensa, mesmo com os reduzidos tempos de processo que essa técnica proporciona. A secagem intermitente surge como uma alternativa para melhorar tais resultados, a qual será melhor detalhada na seção 4.1.7.

4.1.6.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As amostras de Spirulina secas por micro-ondas foram submetidas à microscopia eletrônica de varredura (MEV), cujas imagens são apresentadas na Figura 4.31. Comparando com a Spirulina *in natura* (Fig. 4.31a) fica visível o impacto da radiação de micro-ondas sobre

a estrutura da microalga, uma vez que o material apresentou a tendência de ficar homogêneo e liso, sem presença de poros ou canais. Foi possível verificar algumas estruturas residuais nas potências mais baixas (Figura 4.31b e 4.31c) por onde, provavelmente, a umidade deixou o material, mas conforme a potência foi sendo aumentada (Figuras 4.31d, 4.31e e 4.31f) as mesmas deixaram de existir e as amostras se tornaram mais homogênea, sem irregularidades visíveis, mesmo em altas ampliações como a utilizada (4000 vezes). Tais constatações reforçam o impacto causado pela secagem de micro-ondas no material, o qual se refletiu tanto no tempo de processo quanto nos compostos bioativos.

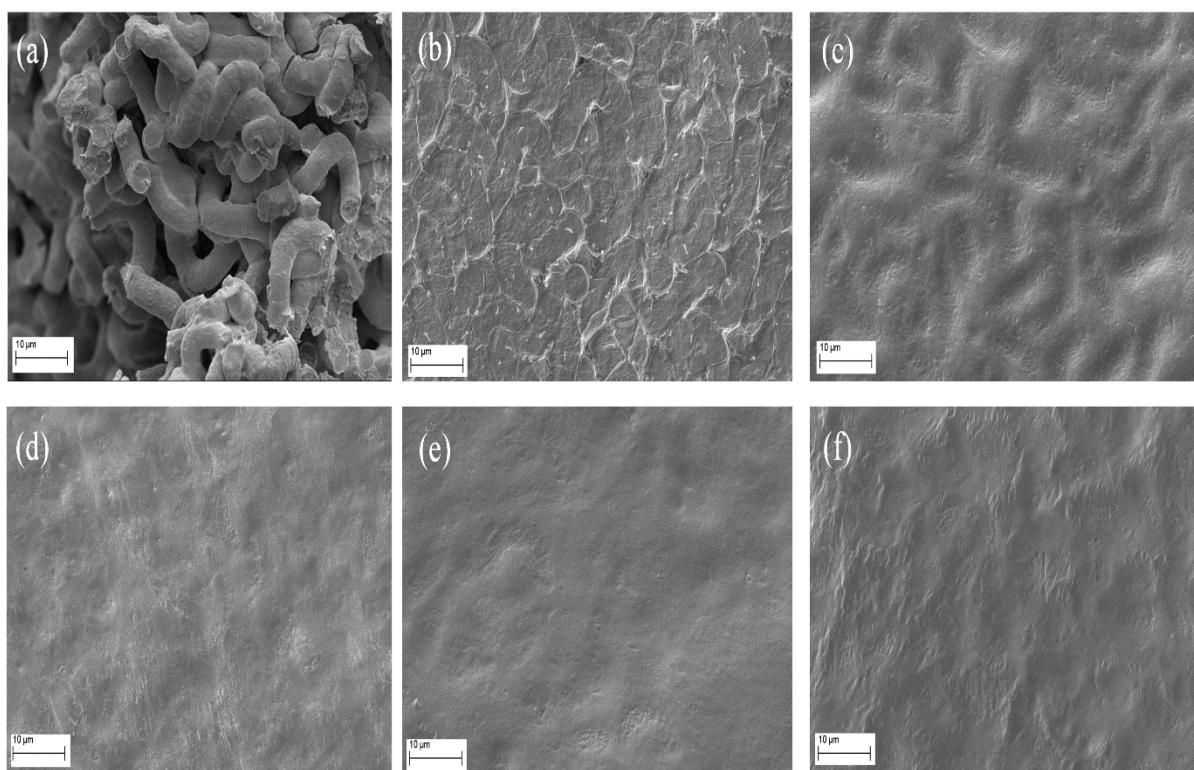


Figura 4.31 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 4000 vezes para a *Spirulina in natura* (a) e seca em micro-ondas à 200 W (b); 280 W (c); 480 W (d); 600 W (e) e 800 W (f).

4.1.7 – Secagem Intermittente

4.1.7.1 – Considerações Gerais

Uma vez que a secagem por infravermelho (Seção 4.1.5) e micro-ondas (Seção 4.1.6), apesar de eficientes na remoção de umidade, reduziram consideravelmente os compostos bioativos presentes na *Spirulina*, optou-se por utilizar a secagem intermitente como alternativa

para se melhorar a qualidade final da microalga seca obtida por essas técnicas. Uma série de trabalhos têm mostrado para os mais variados materiais que o uso da intermitência favoreceu os processos que envolviam essas duas radiações eletromagnéticas (CHUA & SHOW, 2005; KUMAR et al., 2014a).

Como relatado no Capítulo 3, testes preliminares indicaram que a melhor metodologia de intermitência seria aquela em que a quantidade de radiação fornecida fosse variável, se iniciando o processo de secagem em uma condição energética mais alta (aproveitando-se do alto teor de umidade ainda presente nas amostras) e depois reduzindo-se sua intensidade até o término do processo. Apesar de tal técnica ter sido utilizada por Dehghannya et al. (2018) na secagem de marmelo em micro-ondas, apresentando bons resultados, não há mais trabalhos na literatura que a tenham utilizado para essas radiações eletromagnéticas, favorecendo um estudo mais detalhado desse tipo de intermitência, o qual foi realizado neste trabalho.

4.1.7.2 – Secagem Intermitente por Infravermelho

Os resultados de umidade, atividade de água (a_w) e tempo de secagem com o uso da intermitência em infravermelho são mostrados na Tabela 4.12.

Tabela 4.12 – Secagem intermitente por infravermelho: umidade, a_w e tempo de secagem

Exp.	Condição de Intermitência	Umidade (%)	Atividade de Água (a_w)	Tempo de secagem (min)
1	110 → 95 °C	3,46 ± 0,33	0,273	156
2	110 → 80 °C	4,75 ± 0,23	0,341	216
3	110 → 65 °C	5,72 ± 0,13	0,391	336
4	110 → 50 °C	11,75 ± 0,54	0,562	446
5	95 → 80 °C	5,89 ± 0,09	0,356	207
6	95 → 65 °C	6,05 ± 0,27	0,365	364
7	95 → 50 °C	6,80 ± 0,14	0,416	341
8	80 → 65 °C	7,67 ± 0,09	0,403	366
9	80 → 50 °C	7,98 ± 0,45	0,441	482
10	65 → 50 °C	9,34 ± 0,48	0,359	711

Em todos os experimentos obteve-se um teor de umidade e a_w satisfatórios, inclusive naqueles onde a menor temperatura usada foi de 50°C, o que não ocorreu na secagem contínua.

Tal comportamento indica que ao se iniciar o processo em temperaturas mais altas, teve-se uma maior quantidade de energia fornecida e, logo, uma maior força motriz para remoção de umidade, facilitando as etapas seguintes onde a temperatura era reduzida. Tal efeito se refletiu diretamente nos tempos de processo que se reduziram consideravelmente quando comparados aos dos experimentos realizados de forma contínua (Tabela 4.8), se situando em valores intermediários para cada combinação de temperatura.

Na Figura 4.32 são apresentados os resultados obtidos para os teores de compostos bioativos submetidos à intermitência em infravermelho. Pôde-se verificar que a intermitência em determinadas condições permitiu alterar positivamente os teores de bioativos encontrados inicialmente na secagem continua.

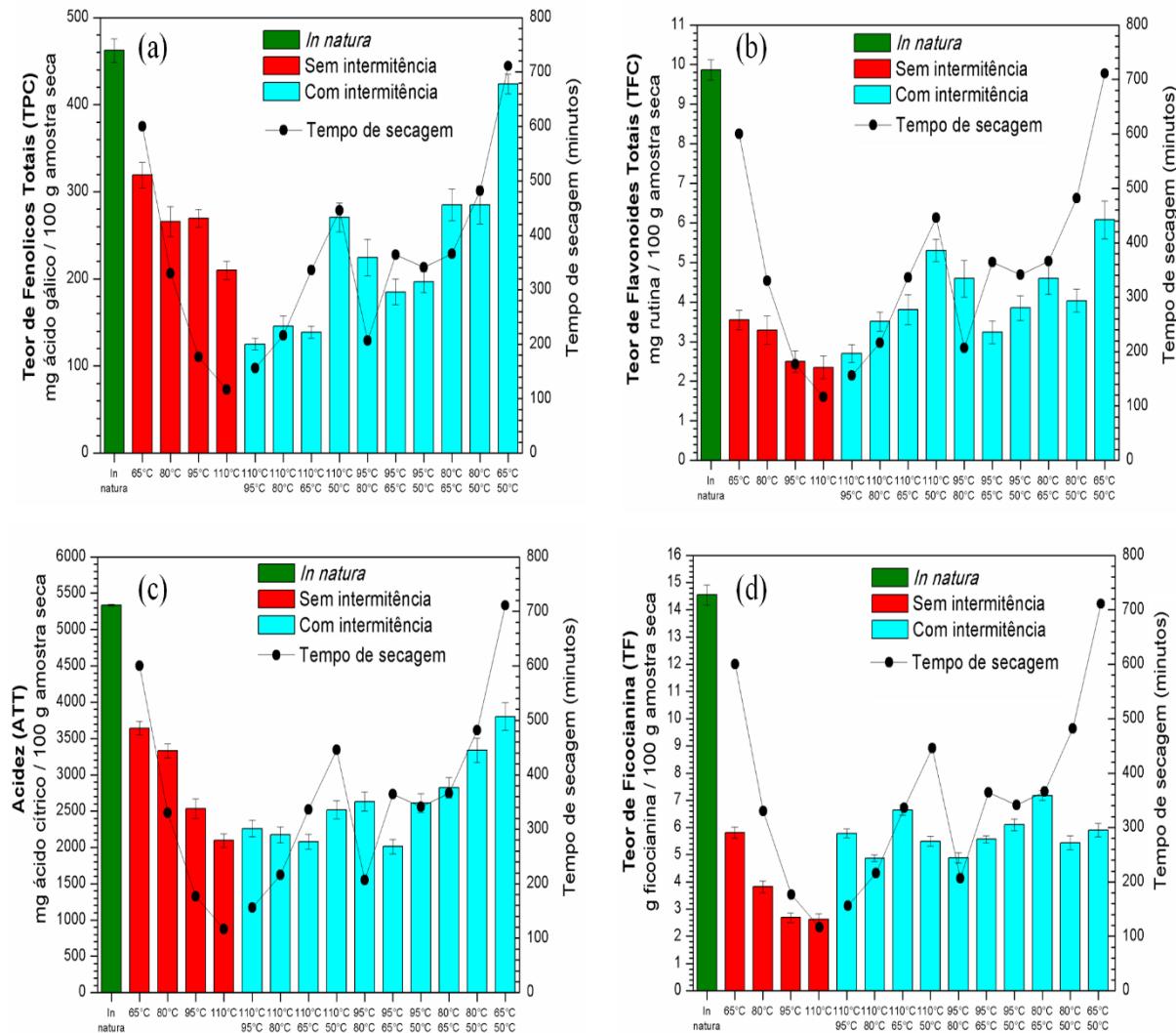


Figura 4.32 – Teores de compostos bioativos na secagem intermitente da Spirulina por infravermelho: (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT e (d) TF

Teores mais elevados de Fenólicos Totais (Figura 4.32a) puderam ser obtidos em experimentos realizados em combinações específicas de temperatura. O melhor resultado foi encontrado na combinação $65 \rightarrow 50^{\circ}\text{C}$, que apesar de ter ocorrido em um tempo um pouco maior que a secagem continua à 65°C , permitiu obter um TPC cerca de 33% superior, obtendo-se um teor de 423,67 mg ácido gálico / 100 g amostra seca, próximo inclusive ao obtido na microalga *in natura* (462,12 mg ácido gálico / 100 g amostra seca). Já as combinações $110 \rightarrow 50^{\circ}\text{C}$, $80 \rightarrow 65^{\circ}\text{C}$ e $80 \rightarrow 50^{\circ}\text{C}$ produziram teores próximos aos obtidos nas secagens contínuas à 80°C e 95°C , com tempos próximos ou levemente superiores a essas condições.

O uso da intermitência também se mostrou bastante eficiente para o Teor de Flavonoides Totais (Figura 4.32b), sendo que em praticamente todas as condições testadas, obteve-se TFC próximos e até mesmo superiores que os encontrados na melhor condição contínua (65°C). As combinações de $65 \rightarrow 50^{\circ}\text{C}$ e $110 \rightarrow 50^{\circ}\text{C}$ apresentaram os melhores resultados, sendo esta última ainda mais interessante pois permitiu um teor de flavonoides cerca de 50% maior que o obtido à 65°C (5,31 mg ácido gálico / 100 g amostra seca) em um tempo de secagem 25% menor (446 minutos). Entretanto, os valores obtidos ainda se situaram bastante distantes do composto *in natura* (9,86 mg rutina / 100 g amostra seca), indicando a sensibilidade desse composto à radiação utilizada.

A intermitência não impactou consideravelmente a acidez das amostras (Figura 4.32c), mantendo os resultados de ATT praticamente dentro da mesma faixa obtida para secagem contínua. O composto apresentou maior degradação nas secagens realizadas com combinações que incluíam as maiores temperaturas, aumentando gradativamente seus teores conforme temperaturas mais amenas eram combinadas.

O Teor de Ficocianina (Figura 4.32d) foi impactado positivamente pelo uso da intermitência, o que é um ponto extremamente positivo para o uso dessa técnica. Teores próximos e até mesmo superiores aos obtidos na melhor condição contínua (65°C) foram encontrados em praticamente todas as condições estudadas. As melhores condições foram $80 \rightarrow 65^{\circ}\text{C}$ e $110 \rightarrow 65^{\circ}\text{C}$, as quais permitiram TF cerca de 14 a 23% maiores que os obtidos na secagem à 65°C , com tempos de processo cerca de 40% menores. Nessas condições a presença da ficocianina foi máxima, indicando que a intermitência é uma ferramenta bastante útil para obter um produto final de melhor qualidade. Entretanto, assim como observado nos Teores de Flavonoides e Acidez, o Teor de Ficocianina obtido ainda foi consideravelmente inferior ao presente nas amostras antes da secagem (14,55 g ficocianina / 100 g amostra seca).

De uma forma geral, apesar de não preservar os teores de bioativos para valores próximos da microalga *in natura*, o uso da intermitência na secagem por infravermelho se mostrou uma técnica interessante para maximizar a presença desses compostos, desde que realizada em condições adequadas. Em determinadas combinações de temperatura foi possível obter melhores resultados tanto nos teores de fenólicos e flavonoides quanto a ficocianina, sendo que para esta última, observou-se reduções de tempo de processo consideráveis.

4.1.7.3 – Secagem Intermitente por Micro-ondas

Na tabela 4.13 são apresentados a umidade final, atividade de água (a_w) e tempos de processo dos experimentos realizados em micro-ondas usando-se a intermitência.

Tabela 4.13 – Secagem intermitente por micro-ondas: umidade, a_w e tempo de secagem

Exp.	Condição de Intermitência	Umidade (%)	Atividade de Água (a_w)	Tempo de secagem (min)
1	800 → 600 W	7,92 ± 0,08	0,451	7,5
2	800 → 480 W	5,58 ± 0,06	0,343	13,5
3	800 → 280 W	7,60 ± 0,18	0,407	18,0
4	800 → 200 W	7,79 ± 0,09	0,420	39,0
5	600 → 480 W	5,93 ± 0,09	0,355	12,0
6	600 → 280 W	9,05 ± 0,01	0,461	16,0
7	600 → 200 W	9,43 ± 0,12	0,463	33,5
8	480 → 280 W	10,57 ± 0,17	0,485	15,0
9	480 → 200 W	9,17 ± 0,17	0,449	35,0
10	280 → 200 W	7,19 ± 0,09	0,388	63,5

Assim como observado na intermitência por infravermelho, em todos os experimentos foi possível obter um teor de umidade e a_w satisfatórios. Comparando-se com os tempos de processo da secagem contínua (Tabela 4.10), em todas as variações de potência o tempo de secagem foi reduzido, sendo equivalente à valores intermediários de cada combinação usada, implicando desta forma, em menor consumo energético e menor tempo de exposição do material às micro-ondas, as quais já tinham se mostrado extremamente agressivas a qualidade da microalga desidratada.

Os teores de compostos bioativos encontrados na intermitência por micro-ondas são apresentados na Figura 4.33. Diferentemente do observado na secagem em micro-ondas de forma contínua, onde os resultados se mostraram praticamente estáveis independente da potência utilizada, o uso da intermitência permitiu algumas alterações interessantes nos teores de compostos bioativos obtidos.

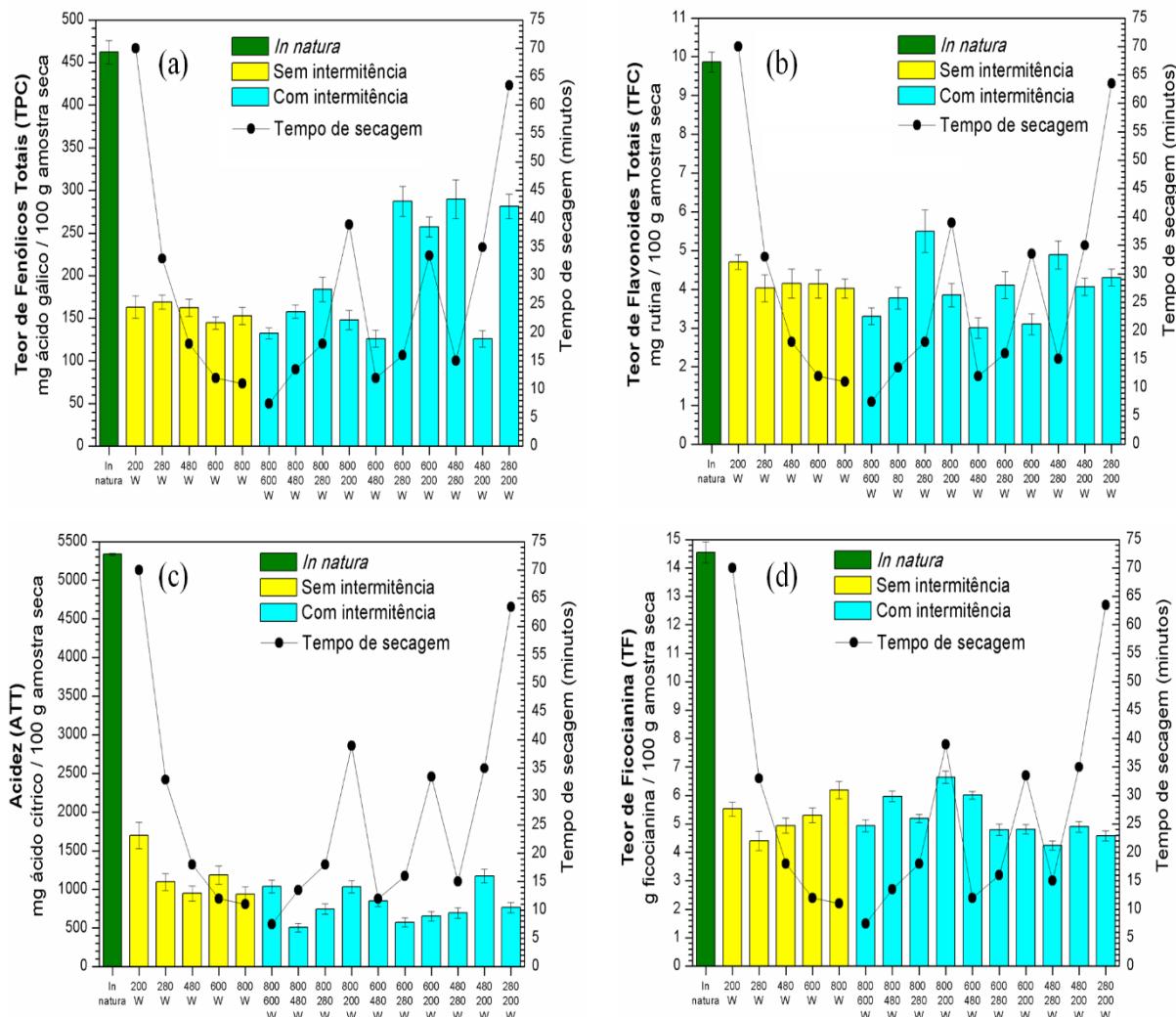


Figura 4.33 – Teores de compostos bioativos na secagem intermitente da Spirulina por micro-ondas: (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT e (d) TF

Os maiores teores de Fenólicos Totais (Figura 4.33a) foram encontrados nas combinações de 600→280 W, 480→280 W, 280→200 W e 600→200 W, que apresentaram um aumento de cerca de 80% dos valores de TPC obtidos em relação ao da secagem contínua. As duas primeiras condições inclusive foram obtidas em tempos de secagem de cerca de 15 minutos, indicando a eficiência dessa metodologia. Fica visível assim que combinações entre

potências intermediárias favoreceram os teores de fenólicos obtidos, permitindo aumentá-los consideravelmente, minimizando a degradação devido às micro-ondas.

O Teor de Flavonoides Totais encontrado nas amostras é apresentado na Figura 4.33b. Apesar do uso da intermitência não ter se provado tão efetivo quanto verificado para os compostos fenólicos, foi possível obter teores de TFC mais elevados que os encontrados na secagem contínua nas condições de $800 \rightarrow 280$ W e $480 \rightarrow 280$ W, que resultaram em TFC de cerca de 30% e 16% maiores, respectivamente, em tempos de processo entre 15 e 20 minutos.

A intermitência em micro-ondas ocasionou uma degradação do teor de ácido cítrico das amostras (Figura 4.32c), mantendo a Acidez das amostras em valores próximos aos menores teores obtidos em secagem contínua. De forma similar ao observado na intermitência em infravermelho, os teores de ácido cítrico das amostras não foram impactados pelas diferentes combinações de potências. Comportamento similar foi observado para o teor de ficocianina (Figura 4.32d) onde, apesar de testadas diversas combinações, o TF ficou próximo da faixa obtida na secagem contínua, não apresentando a mesma eficiência da intermitência na secagem em infravermelho.

Assim, a intermitência em micro-ondas, apesar de eficiente em ocasionar reduções nos tempos de secagem, só foi eficiente na retenção dos compostos fenólicos e flavonoides, não tendo impacto relevante nos demais. A melhor combinação foi a de $480 \rightarrow 280$ W, que permitiria maximizar esses compostos, sem aumentar o tempo de processo consideravelmente.

4.1.8 – Comparativo entre as Metodologias

As metodologias avaliadas neste trabalho permitiram avaliar a secagem da microalga *Spirulina platensis* nas mais variadas condições, gerando observações importantes sobre o comportamento da mesma durante o processo de remoção de umidade. Verificou-se que durante a secagem a Spirulina formou uma crosta em sua superfície, devido ao fenômeno de *case hardening*, o que pode dificultar a remoção de água e elevar os tempos de processo (Figura 4.4). Para obter um produto final com boa estabilidade para armazenamento, isto é, uma faixa de atividade de água (a_w) entre 0,3 e 0,5, a secagem da microalga deve ocorrer até o material atingir uma faixa entre 5% e 13% de umidade, considerada não muito restrita e fácil de ser obtida em condições adequadas.

Das técnicas avaliadas, sem dúvida, a que mais se destacou foi o secador rotatório com recheio de inertes (SRRI), o qual permitiu obter um produto final diretamente na forma de pó (Figura 4.8), de baixa umidade e a_w e com aspecto visual próximo ao da microalga *in natura*. Em condições adequadas das variáveis de processo, Rendimentos de Secagem próximos à 65% podem ser obtidos, tornando necessário apenas medidas corretivas para evitar perdas do material nas conexões e estruturas do secador e no ciclone.

A secagem por *refractance window* também permitiu obter um produto final de bom aspecto visual, entretanto, a alta aderência da microalga sobre o filme e papel alumínio dificultam seu aproveitamento de forma eficiente, uma vez que a microalga seca precisa ser removida manualmente após o processo. O mesmo ocorreu para a secagem por infravermelho a qual ainda gerou degradações no material assim como a secagem por micro-ondas, causando escurecimento do produto obtido, mesmo em condições onde houve o uso da intermitência para essas duas metodologias.

Ao compararmos os teores de compostos bioativos obtidos nas melhores condições de cada técnica de secagem, tem-se os resultados apresentados na Figura 4.34. Todos os resultados de bioativos podem ser encontrados no Apêndice C. Analisando os resultados obtidos, verificou-se que o SRRI e RW foram as técnicas que permitiram obter os produtos desidratados com maiores teores de compostos fenólicos (Figura 4.34a), flavonoides (Figura 4.34b) e ficocianina (Figura 4.34c), indicando que secar a Spirulina por essas duas metodologias permite obter um produto de alta qualidade final e com mínima degradação. Em termos de acidez (Figura 4.34c), o SRRI ainda permitiu reduzir consideravelmente os teores de ácido cítrico na amostra, minimizando uma das maiores dificuldades de aceitação da microalga desidratada, devido seus altos ATT.

Assim, pode-se concluir que tanto em termos de aspecto do produto final quanto em teores de bioativos, o uso do secador rotatório com recheio de inertes (SRRI) se mostrou a metodologia alternativa de secagem mais adequada para a Spirulina, permitindo um bom aproveitamento da mesma e reforçando seu potencial uso para as indústrias alimentícias, farmacêuticas, de pigmentos, dentre outras.

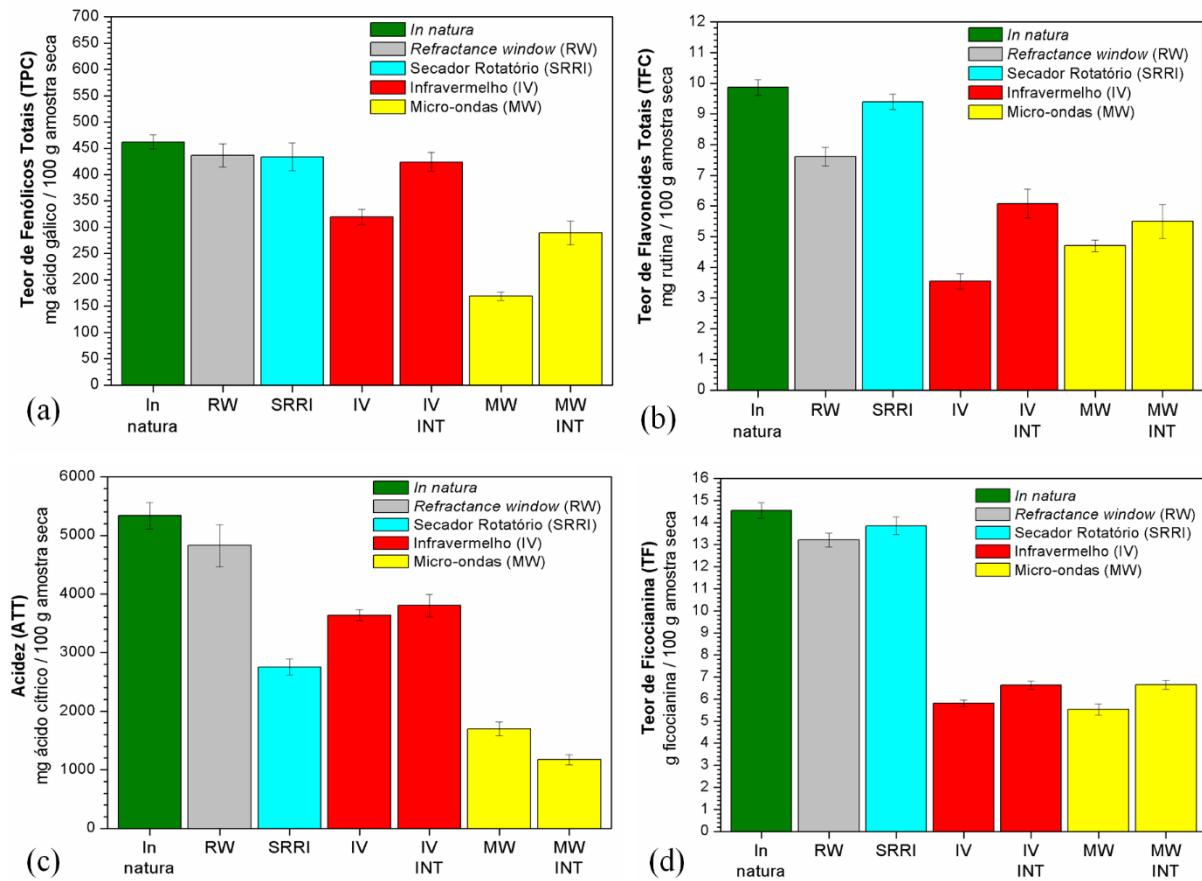


Figura 4.34 – Comparativo dos teores de compostos obtidas nas diferentes técnicas de secagem da Spirulina: (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT e (d) TF

4.2 – Camu-camu

4.2.1 – Caracterização da polpa do camu-camu

A polpa do camu-camu também foi submetida à análises de caracterização, com o objetivo de se verificar as propriedades da mesma e seu potencial de aproveitamento. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 4.14. Como pôde-se observar, o material apresentou um teor elevado de compostos bioativos, os quais tornam esse fruto uma potencial matéria-prima para indústrias alimentícias e farmacêuticas.

Tabela 4.14 – Resultados da caracterização da polpa de camu-camu

Análise	Resultados
Umidade	90,24 ± 0,30 %
Atividade de Água (a_w)	0,968
pH	3,23 ± 0,03
Densidade	1,47 ± 0,01 g/cm ³
Cinzas	3,31 ± 0,13 %
Teor de Fenólicos Totais (TPC)	774,07 ± 18,59 mg ácido gálico / 100 g*
Teor de Flavonoides Totais (TFC)	4,81 ± 0,42 mg rutina / 100 g*
Acidez (ATT)	24642,84 ± 347,08 mg ácido cítrico / 100 g*
Teor de Ácido Ascórbico (AA)	377,94 ± 17,69 mg ácido ascórbico / 100 g*
Temp. Transição Vítreia (Tg)	-4,27°C

*em base seca

A polpa do camu-camu *in natura*, como já relatado anteriormente, apresenta alta perecibilidade, o que é confirmado pelos elevados valores de umidade (90,24%) e atividade de água (0,968) encontrados, dificultando seu manuseio, transporte e armazenamento e justificando a necessidade de submeter esse material a um processo de secagem.

O pH obtido foi de 3,23, o que caracteriza o camu-camu como um fruto muito ácido, conforme exposto por Ribeiro e Seravalli (2007), justificando a dificuldade em seu consumo *in natura* (FUJITA et al., 2013). O resultado encontrado foi levemente superior ao observado na literatura, onde Silva et al. (2005), Fujita et al. (2017), Silva et al. (2006), Zapata e Dufour (1993) encontraram pHs de 2,95; 2,83; 2,60 e 2,56, respectivamente.

A Densidade encontrada no camu-camu foi de 1,47 g/cm³, próxima ao observado por Zapata e Dufour (1993) que encontraram 1,03 g/cm³. O Teor de Cinzas obtido foi de 3,31%, enquanto que Zapata e Dufour (1993) e Justi et al. (2000) observaram teores de 3,90% e 5,08%, respectivamente.

Ao se comparar os resultados de bioativos obtidos com outros trabalhos da literatura, observou-se um grande variação nos teores dos mesmos, a qual pode ser inicialmente justificada por características do solo, condições climáticas e grau de amadurecimento (SILVA et al., 2006), mas também pelas diferentes espécies que vêm sendo manipuladas e introduzidas nas mais variadas regiões do país, visando domesticar o camu-camuzeiro para cultivo em terra firme (NASCIMENTO & CARVALHO, 2012; RODRIGUES et al., 2001). Para se ter uma ideia dessa variação, enquanto o camu-camu amazônico apresenta TPCs entre 3738 e 10000 mg de ácido gálico / 100 g e AA entre 13220 e 45820 mg ácido ascórbico / 100 g (AZEVEDO et al., 2014; FUJITA et al., 2013; FUJITA et al., 2017), camu-camus coletados em Goiás, de clima mais seco, apresentaram um TPC de 171,01 mg ácido gálico / 100 g e AA de 15,09 mg ácido ascórbico / 100 g (BORTOLOTTI, 2012).

Avaliando-se os teores de bioativos do camu-camu usado neste trabalho, pode-se afirmar que seu Teor de Fenólicos Totais (TPC) de 774,07 mg ácido gálico / 100 g amostra seca, apresentou classificação intermediária conforme proposto por Vasco (2009). Já o Teor de Flavonoides Totais (TFC) de 4,81 mg rutina / 100 g foi próximo ao encontrado na polpa de acerola, fruta bastante popular por seus altos teores de bioativos (BORTOLOTTI, 2012).

A Acidez (ATT) encontrada na polpa pode ser considerada bastante elevada, com praticamente 25 g de ácido cítrico para cada 100 g do material seco, valores esses superiores até mesmo aos encontrados no camu-camu amazônico, que foi de 1440 a 2910 mg ácido cítrico / 100 g amostra seca (FUJITA et al., 2013; FUJITA et al., 2017). Apesar das propriedades antioxidantes desse composto, o sabor fortemente ácido que ele produz acaba por dificultar a aceitação do camu-camu, desencorajando seu consumo (SILVA et al., 2005; VIDIGAL et al., 2011).

O teor de 377,94 mg ácido ascórbico / 100 g (AA) encontrado no material, apesar de inferior ao do camu-camu amazônico (AZEVEDO et al., 2014; FUJITA et al., 2013), ainda foi bastante elevado, reforçando a necessidade de estudo de um método adequado de preservação desse fruto, visando seu aproveitamento de forma eficiente.

A polpa de camu-camu apresentou uma Temperatura de Transição Vítreia (Tg) de -4,27°C, valor bastante reduzido, o qual pode ser atribuído às altas concentrações de ácidos cítrico e ascórbico presentes no material, uma vez que o camu-camu apresenta baixas concentrações de açúcares quando comparado com outras frutas, os quais são conhecidos em ocasionar baixas temperaturas de transição vítreia (SILVA et al., 2006). Tal informação sobre a

Tg implica na formação de pegajosidade (*stickiness*) nesse material durante os processos de secagem, o que dificulta a remoção de umidade, fazendo-se necessária a alteração das condições de secagem e/ou o uso de agentes carreadores, como a maltodextrina (CANO-CHAUCA et al., 2005; JAYASUNDERA et al., 2011).

Na Figura 4.35 tem-se as imagens obtidas por análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) da polpa do camu-camu *in natura* em diferentes ampliações. O material se mostrou extremamente poroso, cheio de canais e ramificações, os quais podem influenciar o processo de secagem.

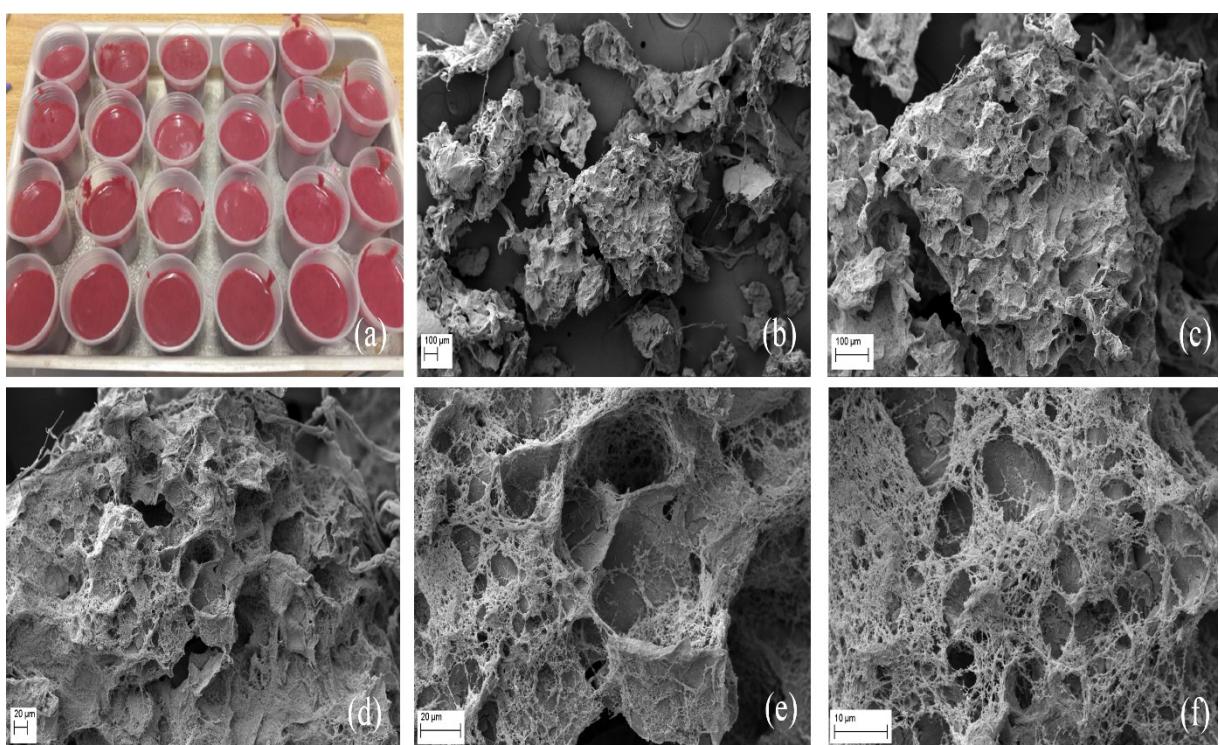


Figura 4.35 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) do camu-camu *in natura* (a), com ampliações de 100 (b), 250 (c), 500 (d), 1500 (e) e 4000 (f) vezes.

4.2.2 – Secagem do camu-camu em SRRI

4.2.2.1 – Considerações Gerais

Além de todo potencial do camu-camu, seu processamento no secador rotatório com recheio de inertes (SRRI) se mostrou como uma alternativa interessante, uma vez que o mesmo permitiu obter o material diretamente na forma de pó, o qual pode ser utilizado nas mais variadas aplicações. Entretanto, ao secar a polpa em sua forma natural sem aditivos, obteve-se

um pó heterogêneo, altamente aderente aos inertes e estruturas internas do secador, como pode ser observado na Figura 4.36. Tal comportamento foi justificado pela análise da Temperatura de Transição Vítreo (T_g), que se mostrou muito reduzida ($-4,27^{\circ}\text{C}$), causando pegajosidade e aglomeração do material, levando a superaquecimento e escurecimento (FUJITA et al., 2013).

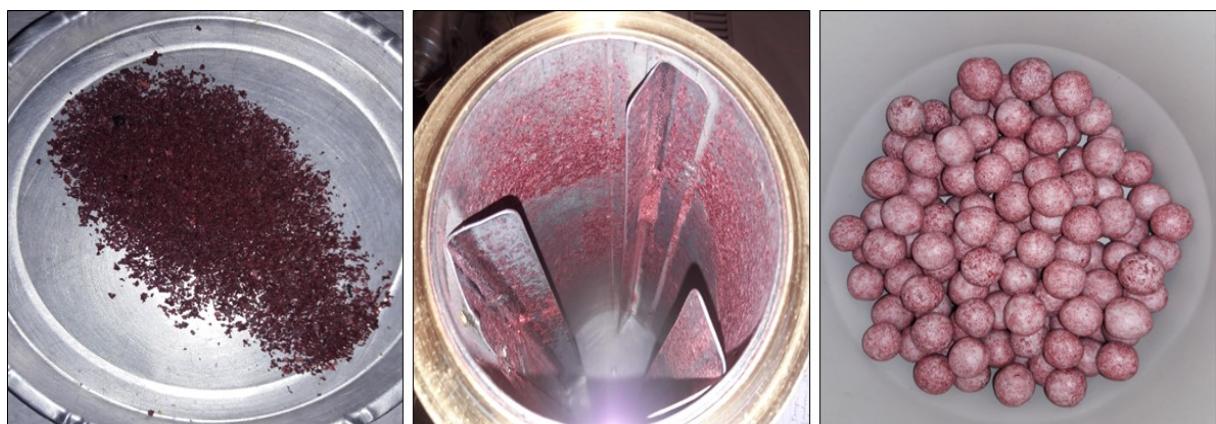


Figura 4.36 – Camu-camu obtido inicialmente na secagem em SRRI e seu acúmulo nas estruturas internas do secador e nos inertes.

Dessa forma, optou-se por utilizar a maltodextrina como agente carreador no processo, avaliando-se inicialmente o efeito de diferentes concentrações da mesma na polpa e seus impactos no Rendimento de Secagem. Após determinada a melhor concentração do agente carreador, avaliou-se a melhor Temperatura (T), Enchimento (E) e Rotação (R), visando identificar a condição na qual o Rendimento de Secagem fosse maximizado. Feito isso, verificou-se os efeitos de todas as condições estudadas nos compostos bioativos. Será nessa sequência que os experimentos serão apresentados nos itens a seguir.

4.2.2.2 – Rendimento de Secagem

A adição da maltodextrina ao processo permitiu a obtenção de um pó mais claro, fino, homogêneo e com menor pegajosidade que o obtido sem o agente carreador, fazendo com que o secador e os inertes ficassem com uma menor quantidade de material residual após a secagem, como pode ser observado na Figura 4.37.



Figura 4.37 – Camu-camu obtido no SRRI após a adição de maltodextrina

O efeito das diferentes concentrações de maltodextrina no Rendimento de Secagem, umidade, atividade de água (a_w) e temperatura de transição vítreia (T_g) pode ser observado na Tabela 4.15. Em todos os experimentos realizados, a umidade e a_w estiveram dentro da faixa de valores desejada, indicando a eficiência de remoção de umidade do SRRI para esse material, da mesma maneira que observado na secagem da Spirulina.

Tabela 4.15 – Efeito da concentração de maltodextrina na secagem de camu-camu em SRRI

Exp.	<i>T</i> (°C)	<i>E</i> (%)	<i>R</i> (RPM)	<i>Malto.</i> (%)	Rendimento (%)	Umidade (%)	Ativ. água (a_w)	<i>Tg</i> (°C)
M1	70,0	28,0	65,0	0 %	38,23 %	10,82 ± 0,78	0,369	-4,27°C
M2	70,0	28,0	65,0	10 %	49,84 %	6,20 ± 0,10	0,327	36,05°C
M3	70,0	28,0	65,0	15 %	52,32 %	5,39 ± 0,03	0,293	41,43°C
M4	70,0	28,0	65,0	20 %	52,08 %	4,59 ± 0,20	0,276	48,79°C
M5	70,0	28,0	65,0	30 %	46,73 %	3,66 ± 0,11	0,240	43,86°C

Observou-se que a adição de maltodextrina se mostrou bastante favorável ao processo, uma vez que elevou o Rendimento consideravelmente de 38,23% (Exp. M1) para 52,32% (Exp. M3), um aumento de cerca de 37% na produção de camu-camu desidratado. Tal resultado se mostrou diretamente relacionado com aumento considerável na T_g devido à presença da maltodextrina na polpa (T_g de -4,27°C para cerca de 40°C). Assim como observado na secagem de camu-camu em leito de jorro (FUJITA et al., 2013) e *spray-dryer* (FUJITA et al., 2015), a maltodextrina influenciou diretamente e positivamente nos rendimentos de processo, reduzindo a pegajosidade do material e facilitando sua remoção tanto da superfície dos inertes quanto do tambor.

Avaliando o efeito das diferentes concentrações de maltodextrina nota-se que há um limite na quantidade desse aditivo no material, já que em concentrações acima de 15% o Rendimento começou a se reduzir. Em paralelo, altas concentrações de maltodextrina (como 30%), ocasionaram também uma redução nas Tgs obtidas, indicando a perda do efeito desse agente carreador, e logo, diretamente ligada a queda no Rendimento. Dessa forma, a concentração de 15% foi definida como a mais adequada ao processo.

Burjaili (1996) já havia relatado que altas quantidades de maltodextrina acabam por tornar o material bastante fluido, o que reduz a eficiência do SRRI, uma vez que ocorre o escorrimento da pasta pelo leito de inertes, comprometendo o recobrimento dos mesmos. Importante ressaltar também que conforme a concentração de maltodextrina foi sendo aumentada, houve uma redução na umidade e a_w do produto final obtidos, provavelmente ocasionada pela maior presença desse material inerte no produto final.

Com a concentração de maltodextrina definida como 15%, realizou-se experimentos em três Temperaturas distintas: 70°C, 90°C e 110°C. Os resultados obtidos estão na Tabela 4.16. Verificou-se que a secagem a temperaturas mais altas, como 90°C (Exp. T2), permitiu um leve aumento no Rendimento obtido (cerca de 6%), o qual se manteve estável na secagem à 110°C (Exp. T3). Uma vez que operar o secador a temperaturas muito elevadas aumenta o consumo energético, optou-se pela condição T2 como a melhor para os experimentos seguintes.

Tabela 4.16 – Efeitos da Temperatura (T) na secagem de camu-camu em SRRI

Exp.	T (°C)	E (%)	R (RPM)	Maltodext (%)	Rendimento (%)	Umidade (%)	Ativ. água (a_w)
T1	70,0	28,0	65,0	15 %	52,32 %	5,39 ± 0,03	0,293
T2	90,0	28,0	65,0	15 %	55,33 %	4,44 ± 0,24	0,229
T3	110,0	28,0	65,0	15 %	55,36 %	3,56 ± 0,13	0,251

Diferentes graus de Enchimento (E) foram avaliados (Tabela 4.17) com o intuito de verificar se havia algum efeito positivo da quantidade de inertes no Rendimento obtido, tal como foi observado na secagem da Spirulina em SRRI. Enquanto que para a microalga o Enchimento apresentou um valor limite de operação, acima do qual o mesmo começou a decrescer, no caso da polpa de camu-camu o Rendimento aumentou até atingir um valor estável em graus de Enchimento de 28% e 35%, não sendo assim tão impactado pela quantidade de

inertes no tambor. Dessa forma, definiu-se o Enchimento de 28% (Exp. E2) como ideal para o processo.

Tabela 4.17 – Efeitos do Enchimento (E) na secagem de camu-camu em SRRI

Exp.	T (°C)	E (%)	R (RPM)	Maltodext (%)	Rendimento (%)	Umidade (%)	Ativ. água (a _w)
E1	90,0	21,0	65,0	15 %	50,82 %	4,56 ± 0,10	0,234
E2	90,0	28,0	65,0	15 %	55,33 %	4,44 ± 0,24	0,229
E3	90,0	35,0	65,0	15 %	55,40 %	4,80 ± 0,08	0,267

O efeito da velocidade de Rotação (R) do tambor no Rendimento de Secagem pode ser observado na Tabela 4.18. Verificou-se que o aumento na Rotação, o qual implica diretamente no número de colisões dos inertes (Seção 4.1.4.3) favoreceu um aumento no Rendimento obtido. Entretanto, assim como verificado na secagem da Spirulina, há um limite para a velocidade do tambor, uma vez que ao elevar-se a Rotação para 75 RPM o Rendimento se reduziu em 10% em relação à 65 RPM. Dessa forma, a melhor condição de secagem, englobando todas as variáveis estudadas foi a obtida no experimento R2, cujo Rendimento foi máximo (55,33%) dentre todos os experimentos realizados.

Tabela 4.18 – Efeitos da Rotação (R) na secagem de camu-camu em SRRI

Exp.	T (°C)	E (%)	R (RPM)	Maltodext (%)	Rendimento (%)	Umidade (%)	Ativ. água (a _w)
R1	90,0	28,0	55,0	15 %	53,86 %	4,18 ± 0,11	0,232
R2	90,0	28,0	65,0	15 %	55,33 %	4,44 ± 0,24	0,229
R3	90,0	28,0	75,0	15 %	49,51 %	3,88 ± 0,06	0,211

4.2.2.3 – Teor de Compostos Bioativos

Uma vez definida a melhor condição experimental para o Rendimento de Secagem, avaliou-se também os efeitos das condições estudadas nos teores de compostos bioativos presentes na polpa de camu-camu em relação ao material *in natura*. Tal análise se torna necessária uma vez que vários trabalhos na literatura relataram a degradação dos bioativos presentes no camu-camu após o processo de secagem (AZEVEDO et al., 2014; FUJITA et al., 2013). Cabe ressaltar que a quantidade de agente carreador usada foi retirada do cálculo dos

teores de bioativos com o objetivo de avaliar o real impacto das condições operacionais nos mesmos.

O efeito das diferentes concentrações de maltodextrina nos teores de compostos bioativos é apresentado na Figura 4.38. Em geral, grandes quantidades de maltodextrina são necessárias para converter sucos de frutas em uma forma de pó estável, entretanto tal adição acaba por alterar a qualidade do pó resultante, gerando riscos de desaprovação por parte dos consumidores (JAYASUNDERA et al., 2011). Dessa forma, avaliar o quanto o agente carreador afetou os compostos obtidos foi de extrema importância.

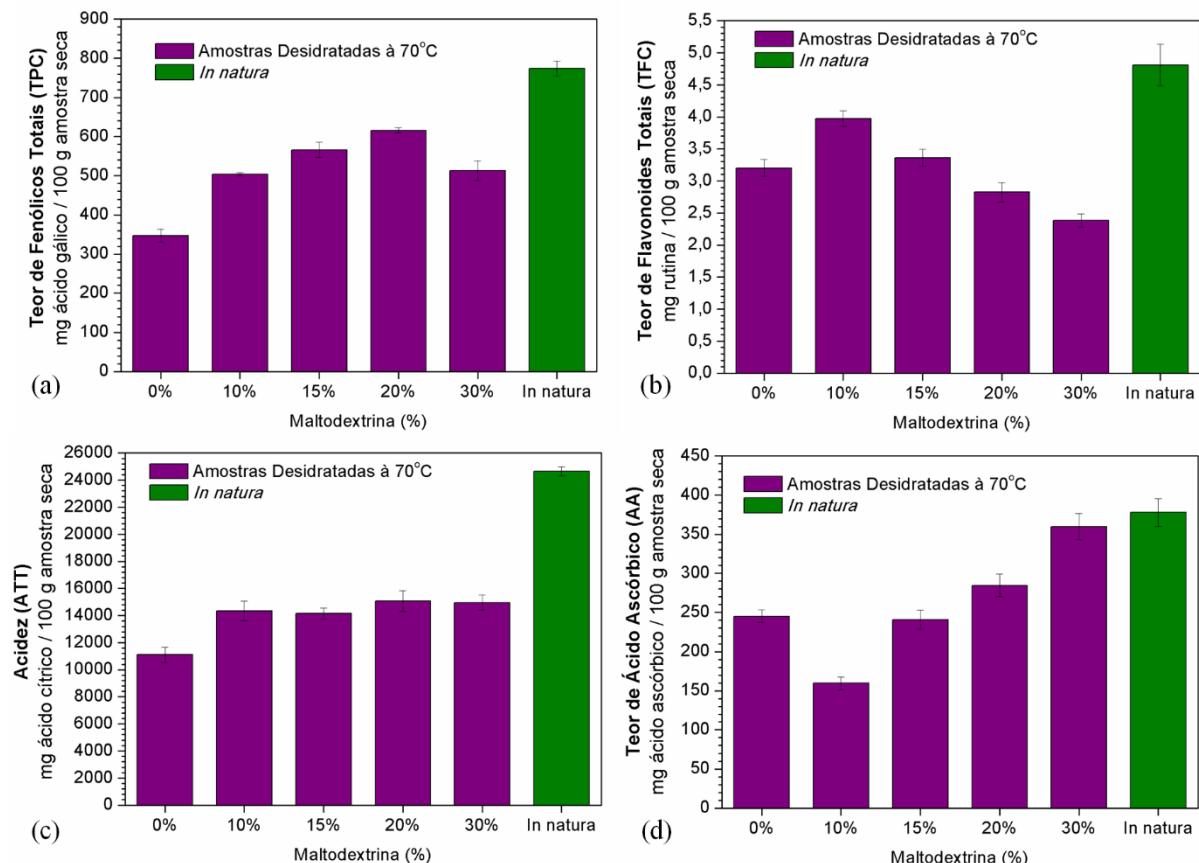


Figura 4.38 – Teores de compostos bioativos na secagem de camu-camu em SRRI – Efeito da maltodextrina: (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT e (d) AA

Verificou-se que a presença da maltodextrina influenciou diretamente nos resultados obtidos assim como o foi no Rendimento de Secagem, indicando que as concentrações utilizadas desse agente carreador precisam ser avaliadas corretamente para impedir uma degradação dos bioativos devido sua ausência ou um excesso desnecessário da mesma no processo, o que pode prejudicar o produto final.

O Teor de Fenólicos Totais (Figura 4.38a) obtido nos experimentos indicou que a retenção desses compostos aumentou gradualmente e consideravelmente em relação as amostras sem maltodextrina até atingir a faixa dos 20% de concentração, onde o TPC obtido foi de 615,33 mg ácido gálico / 100 g amostra, cerca de 21% menor que o presente na polpa *in natura* (774,07 mg ácido gálico / 100 g amostra seca). Acima dessa faixa de concentração, o excesso de maltodextrina tornou-se negativo para o processo, apesar de ainda manter os resultados de TPC acima dos obtidos no experimento sem a mesma.

Os compostos Flavonoides Totais (Figura 4.38b) apresentaram um comportamento bem semelhante aos dos fenólicos, com a maltodextrina reduzindo levemente a degradação dos bioativos. Entretanto, nesse caso, a concentração limite foi de 10%, onde obteve-se um TFC de 3,97 mg rutina / 100 g, cerca de 17% menor que o do material *in natura* (4,81 mg rutina / 100 g amostra seca). Em concentrações acima de 10%, o TFC das amostras se reduziu, atingindo inclusive valores abaixo das amostras sem maltodextrina, quando as concentrações desta estiveram acima de 15%.

Os teores de ácido cítrico (Figura 4.38c) também se reduziram após a secagem do camu-camu em SRRI, sendo levemente impactados de forma positiva pela presença da maltodextrina. As variações na concentração do agente carreador pouco influenciaram no processo, mantendo os resultados em uma faixa média de 14628 mg ácido cítrico / 100 g amostra, cerca de 60% do ATT original do camu-camu (24642,84 mg ácido cítrico / 100 g).

Na Figura 4.38d são apresentados os teores de Vitamina C (AA) das amostras após a secagem. O ácido ascórbico sempre se mostrou bastante influenciado pelas condições de secagem, uma vez que sua degradação pode estar associada à luz, nível de atividade de água e oxigênio dissolvido, temperatura de processo e até mesmo à presença de metais pesados como cobre e ferro (SOKHANSANJ & JAYAS, 2007).

De acordo com os resultados obtidos, verificou-se que cerca de 35% da vitamina C presente originalmente na polpa sofreu degradação durante a secagem sem o uso de maltodextrina. Conforme a concentração da mesma aumentou, os teores de ácido ascórbico encontrados no material desidratado foram maiores, atingindo um AA muito próximo do obtido na polpa *in natura* (377,94 mg ácido ascórbico / 100 g amostra seca), para uma concentração de maltodextrina de 30%: 359,95 mg ácido ascórbico / 100 g amostra. Entretanto, a maltodextrina só apresentou esse efeito de proteção do composto à degradação quando adicionada em concentrações acima de 20%, uma vez que abaixo destas os resultados de AA

foram iguais (15% de maltodextrina) ou até mesmo piores (10%) que os obtidos na secagem do camu-camu sem o aditivo.

Na Figura 4.39 são apresentados os resultados obtidos nos experimentos onde houve variação de temperatura (Exp. T1, T2 e T3). Verificou-se que os teores de Fenólicos Totais (Figura 4.39a) e Acidez (Figura 4.39c) se mantiveram praticamente estáveis nas diferentes temperaturas avaliadas, o que provavelmente foi favorecido pela presença da maltodextrina nas amostras (15%). Já para os teores de Flavonoides Totais (Figura 4.39b), observou-se uma leve degradação quando as temperaturas foram elevadas, com um TFC ligeiramente maior à 70°C. Tal resultado é bastante favorável ao Rendimento do processo, uma vez que a temperatura de 90°C foi a que permitiu a maior produção de camu-camu desidratado, sendo passível de ser adotada também como a ideal para esses compostos.

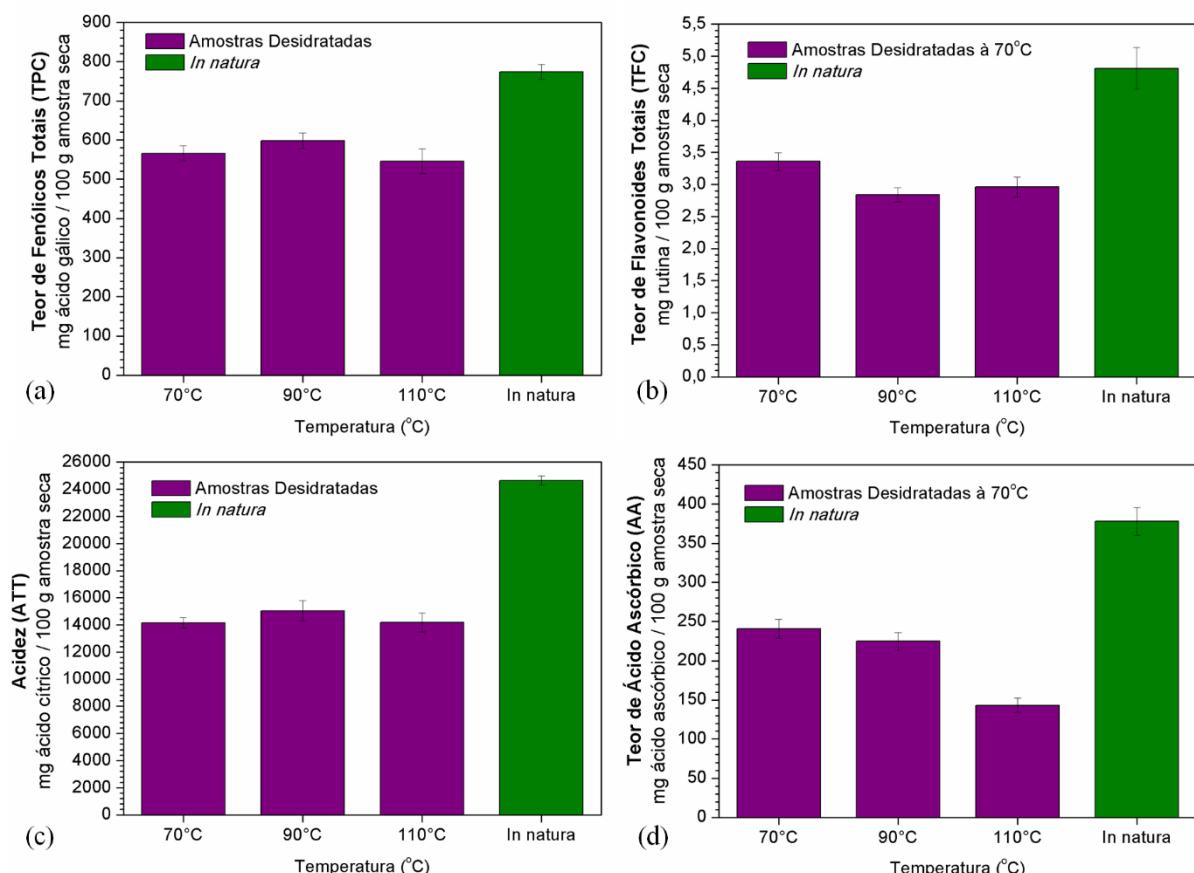


Figura 4.39 – Teores de compostos bioativos na secagem de camu-camu em SRRI – Efeito da Temperatura: (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT e (d) AA

O único bioativo que se mostrou mais fortemente influenciado pelo aumento na temperatura foi o ácido ascórbico (Figura 4.39d), cuja sensibilidade térmica já havia sido

relatada anteriormente. Os teores desse composto se mostraram estáveis tanto nas temperaturas de 70°C quanto 90°C, mas se reduziram consideravelmente quando o experimento foi realizado à 110°C. Isso indica que apesar da presença da maltodextrina, o excesso de calor dessa condição experimental reduziu os teores de vitamina C do produto obtido.

Os efeitos das variações no grau de Enchimento (E) e Rotação (R) nos teores de compostos bioativos podem ser observados na Figura 4.40. Observou-se que o aumento no grau de Enchimento se mostrou favorável aos Teores de Fenólicos Totais (Figura 4.40a), permitindo obter valores próximos aos do camu-camu *in natura* (774,07 mg ácido gálico / 100 g amostra seca) quando o Enchimento foi de 35% (733,49 mg ácido gálico / 100 g amostra). Entretanto, para esse composto, as variações na Rotação não surtiram impacto, mantendo os TPCs praticamente intactos, independente da velocidade adotada.

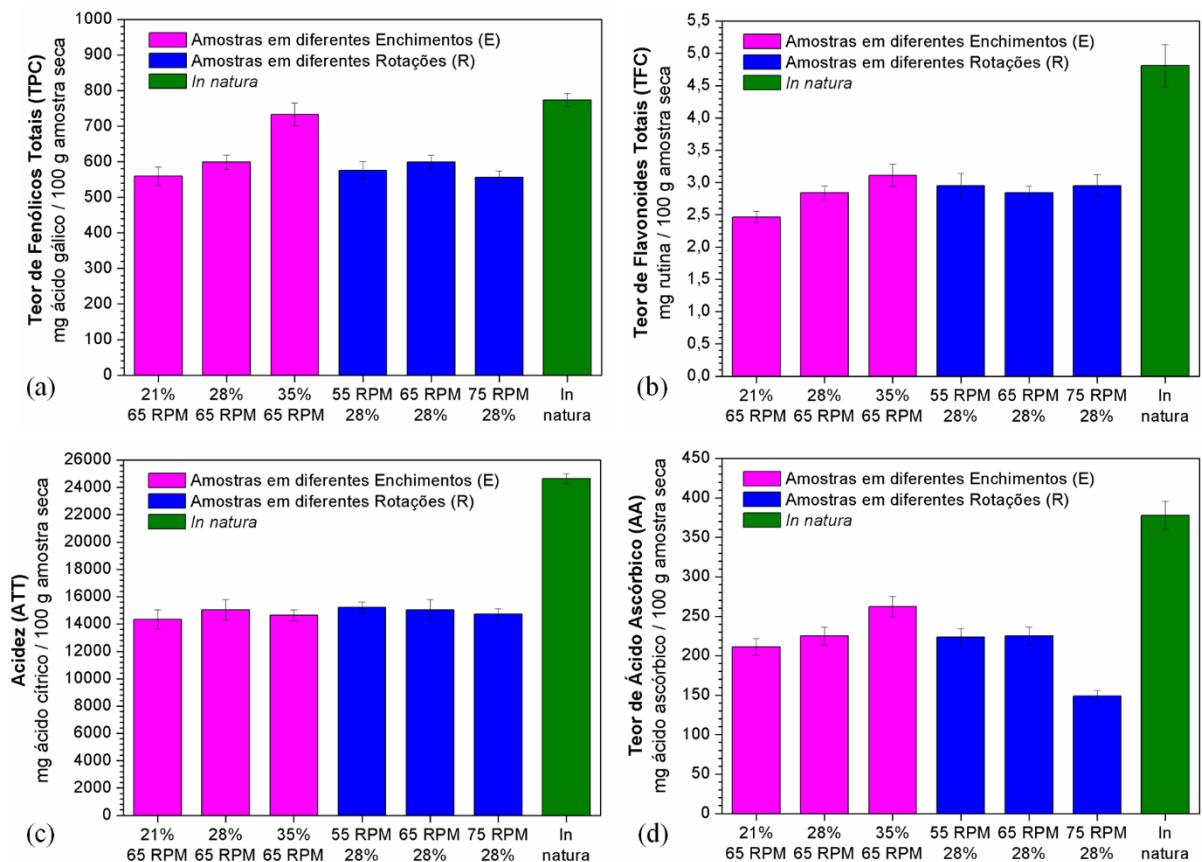


Figura 4.40 – Teores de compostos bioativos na secagem de camu-camu em SRRI – Efeito do Enchimento (E) e Rotação (R): (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT e (d) AA

Comportamento semelhante ao dos fenólicos foi observado para os Teores de Flavonoides Totais (Figura 4.40b), com a diferença que o aumento provocado pelo Enchimento

foi menos intenso para o TFC que o observado nos fenólicos. Variações na Rotação, mais uma vez, não produziram alterações significativas no teor de flavonoides.

A Acidez (Figura 4.40c), por sua vez, não foi influenciada nem pelo Enchimento ou Rotação adotados, mantendo-se estável em todas as condições experimentais avaliadas. Quanto ao Teor de Ácido Ascórbico (Figura 4.40d), o mesmo se mostrou positivamente influenciado pelo aumento do Enchimento, mas se reduziu drasticamente quanto a Rotação foi elevada para 75 RPM, indicando sensibilidade desse composto a essa variável.

Avaliando-se como um todo os resultados obtidos para os compostos bioativos, pode-se concluir que a concentração de maltodextrina foi a variável que mais influenciou nos resultados obtidos. Uma vez que a concentração desse agente carreador é definida, as demais variáveis (Temperatura, Enchimento e Rotação) pouco influenciaram nos resultados obtidos de praticamente todos os compostos, com exceção da vitamina C, que mostrou sensibilidade nas condições mais elevadas dessas variáveis.

De forma geral, pode-se concluir que o secador rotatório com recheio de inertes foi bastante eficiente na secagem da polpa de camu-camu desde que seja, obrigatoriamente, utilizado um agente carreador como a maltodextrina, na concentração adequada, para reduzir a pegajosidade característica desse material. A produção desse material diretamente em pó e com teores satisfatórios de bioativos permite um potencial aproveitamento do mesmo para as mais variadas indústrias, o que incentiva o estudo e aprimoramento dessa técnica para esse fruto tão pouco explorado.

4.2.2.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As amostras de camu-camu que foram secas em SRRI também foram submetidas à microscopia eletrônica de varredura (MEV). Tal análise, como comentado anteriormente, auxiliou a verificar os impactos estruturais sofridos pelo material ao longo da secagem, os quais podem auxiliar a confirmar ou justificar as observações das análises discutidas anteriormente.

As imagens obtidas para os experimentos realizados em diferentes concentrações de maltodextrina (M1 a M5) estão mostradas na Figura 4.41. Através das mesmas foi possível observar que a polpa *in natura* (Figura 4.41a) sofreu alterações consideráveis em sua estrutura após a secagem em SRRI, com sua superfície se tornando mais uniforme e homogênea, similar ao observado na microalga Spirulina (Seção 4.1.4.5). Conforme a maltodextrina foi sendo

adicionada ao processo (Figura 4.41c à 4.41f), foi possível ver a presença de grânulos do agente carreador em volta do camu-camu, cuja presença se intensificou, obviamente, quanto maior foi a concentração utilizada.

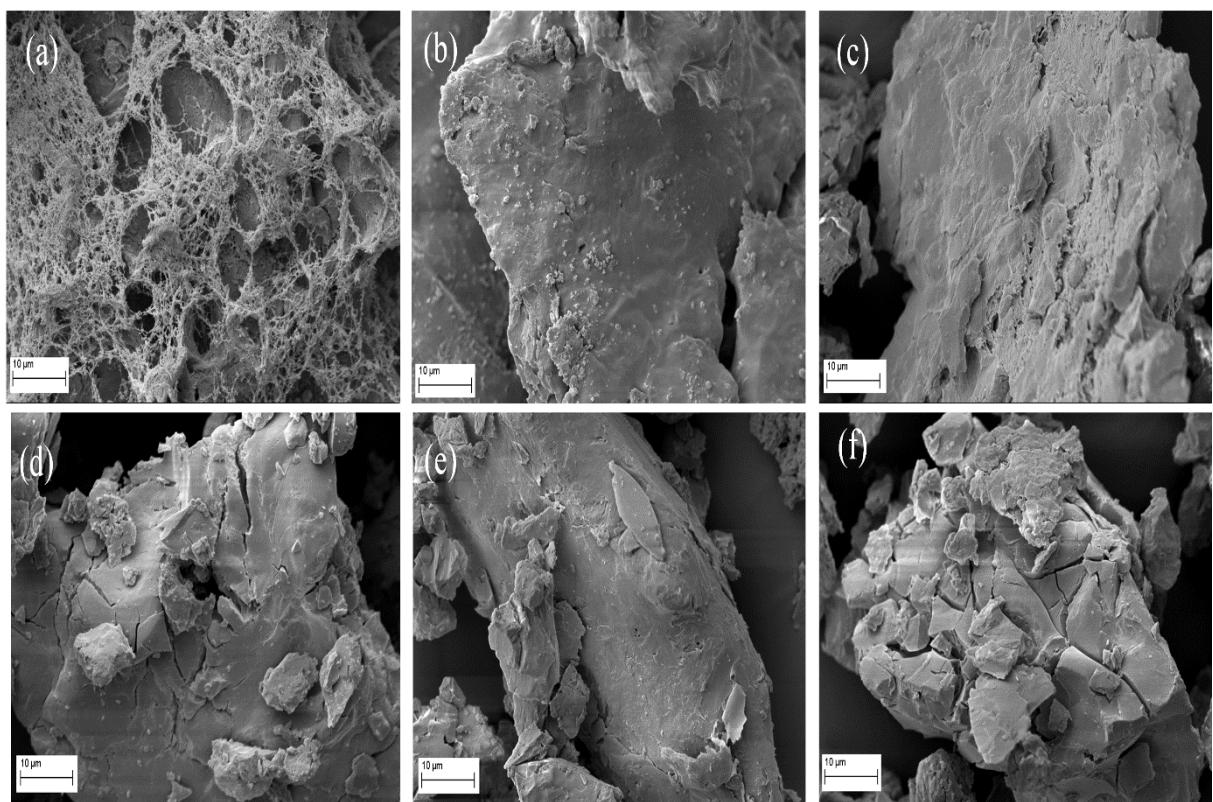


Figura 4.41 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 4000 vezes para a polpa de camu-camu *in natura* (a) e seca em SRRI à 70°C com 0% (a), 10% (c), 15% (d), 20% (e) e 30% (f) de maltodextrina.

Quando a Temperatura é variada, como pode ser observado na Figura 4.42, não há alteração significativa da estrutura do material. O mesmo pode ser observado para variações no Enchimento e Rotação, como exposto na Figura 4.43. Em tais condições a estrutura física das amostras obtidas é praticamente a mesma, o que pode justificar a pouca variação encontrada nos resultados da maioria dos compostos bioativos. De maneira geral, o SRRI gera produtos bastante homogêneos estruturalmente, tanto na Spirulina quanto para o camu-camu, o que foi confirmado nas análises de MEV.

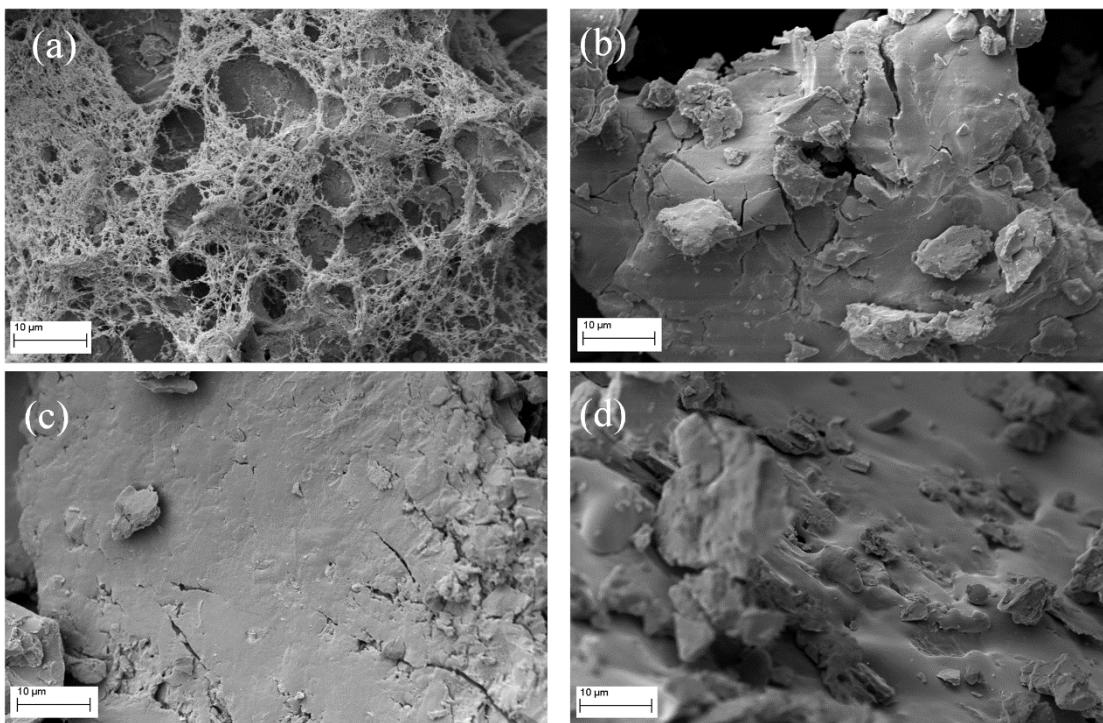


Figura 4.42 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 4000 vezes para a polpa de camu-camu *in natura* (a) e seca em diferentes Temperaturas: (b) 70°C; (c) 90°C e 110°C (d).

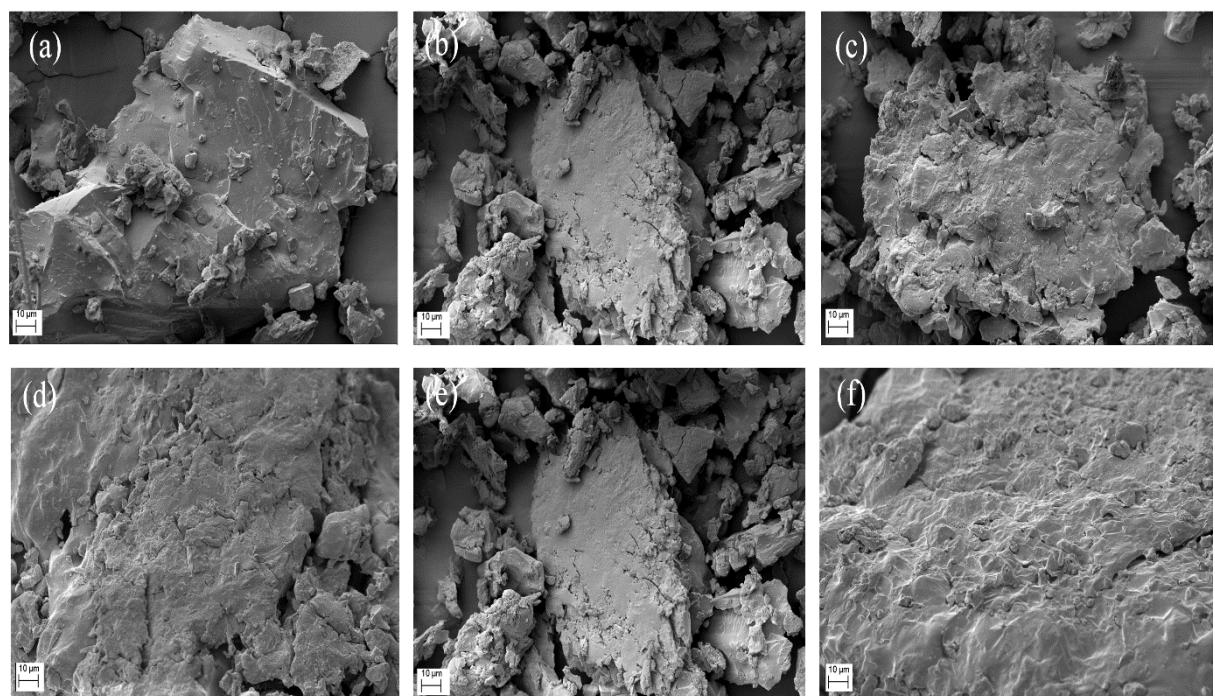


Figura 4.43 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 1500 vezes para a polpa de camu-camu seca em diferentes Enchimentos (E): 21% (a); 28% (b); 35% (c) e Rotações (R): 55 RPM (d); 65 RPM (e); 75 RPM (f).

4.3 – Bagaço de Malte

4.3.1 – Caracterização do Bagaço de Malte

O bagaço de malte também foi submetido a análises de caracterização para avaliação do potencial do mesmo e como base de comparação para os resultados obtidos na secagem por *refractance window*. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 4.19.

Tabela 4.19 – Resultados de caracterização do bagaço de malte

Análise	Resultados
Umidade	75,89 ± 1,31 %
Atividade de Água (a_w)	0,977
pH	6,30 ± 0,07
Densidade	1,40 ± 0,01 g/cm ³
Cinzas	3,19 ± 0,01 %
Teor de Fenólicos Totais (TPC)	136,57 ± 5,78 mg ácido gálico / 100 g*
Teor de Flavonoides Totais (TFC)	2,45 ± 0,16 mg rutina / 100 g*
Acidez (ATT)	402,42 ± 20,12 mg ácido cítrico / 100 g*
Teor de Ácido Ascórbico (AA)	8,19 ± 0,20 mg ácido ascórbico / 100 g*
Temp. Transição Vítreia (Tg)	49,41°C

*em base seca

Apesar da umidade encontrada no bagaço de malte (75,89%) ter sido menor que a verificada nos outros materiais desse estudo, a alta atividade de água (a_w) do mesmo (0,977) confirma sua elevada perecibilidade. Amostras de bagaço descongeladas e mantidas por mais de 8 horas em temperatura ambiente apresentaram um forte cheiro de azedo e degradação visível, justificando a necessidade da secagem desse material para um melhor aproveitamento de seu potencial.

O pH próximo à 7,0, similar ao observado na Spirulina, torna o bagaço de malte *in natura* ainda mais propenso a proliferação de micro-organismos (RIBEIRO & SERAVALLI, 2007). Enquanto que o material estudado apresentou pH de 6,30, Almeida (2014), Mello et al. (2013) e Mathias et al. (2015) obtiveram valores de 5,93; 5,73 e 5,41, respectivamente.

A Densidade do bagaço foi de 1,40 g/cm³, bastante próxima aos materiais avaliados neste estudo. O Teor de Cinzas obtido foi de 3,19%, resultado este bastante coerente com os encontrados na literatura. Santos et al. (2003) avaliaram oito diferentes lotes de bagaço

cervejeiro, encontrando teores de cinzas entre 3,4 e 4,0%. Celus et al. (2006) e Zhaoxia et al. (2012) por sua vez, encontraram teores de 3,3% e 4,4%, respectivamente.

Os teores de compostos bioativos encontrados no bagaço de malte foram bem inferiores aos observados para a Spirulina (Seção 4.1.1) e camu-camu (Seção 4.2.1). Entretanto, o elevado teor de fibras e proteínas do mesmo (LYNCH et al., 2016; MUSSATTO et al., 2006) reforça seu potencial para um melhor aproveitamento. É relevante também analisar como tais compostos se comportam ao longo do processo de secagem, pois pode auxiliar na geração de um produto final de maior qualidade.

Com um Teor de Fenólicos Totais de 136,57 mg ácido gálico / 100 g amostra em base seca, o bagaço pode ser classificado como de intermediária concentração desse composto, já que o mesmo está levemente acima da faixa inferior de classificação intermediária definida por Vasco (2009), entre 100 e 1000 mg de ácido gálico / 100 g amostra base seca. Os Teores de Flavonoides Totais (2,45 mg rutina / 100 g amostra) também foram baixos, de cerca de 25% e 50% do que foi observado de TFC para Spirulina e camu-camu *in natura*, respectivamente. A baixa acidez desse material (402,42 mg de ácido cítrico) auxilia na sua aceitação pelo mercado consumidor, uma vez que o mesmo já vem sendo usado com sucesso na fabricação de pães, bolos e biscoitos (MUSSATTO et al., 2006). Já um teor de vitamina C de cerca de 8,19 mg ácido ascórbico / 100 g amostra, reforça a presença de compostos importantes nesse resíduo, incentivando seu melhor estudo para aproveitamento na indústria alimentícia ou até mesmo farmacêutica.

O bagaço de malte apresentou uma Temperatura de Transição Vítreia (Tg) de 49,41°C, intermediária entre a observada para o camu-camu e Spirulina (Tg de -4,27°C e 64,33°C, respectivamente). Isso se deve ao fato de que o bagaço, ao mesmo tempo em que é rico em proteínas e fibras de alto peso molecular (que elevam a Tg), possui uma grande quantidade de açúcares de baixo peso molecular, oriundos da mosturação, aderidos em sua superfície, o que reduziria a sua transição vítreia (KUNZE, 2010). Cabe ressaltar que nos trabalhos encontrados na literatura, nenhum deles verificou valores de Tg para o bagaço, os quais são de fundamental importância para o estudo de secadores alternativos para um melhor aproveitamento desse material.

Na Figura 4.44 podem ser observadas as imagens obtidas do bagaço de malte por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em diferentes ampliações. Através das mesmas foi possível verificar em detalhes as estruturas das cascas de malte e outras formações residuais

que compõem esse material. Em sua superfície não foram observados poros ou deformações aparentes, senda a mesma bastante lisa e homogênea, provavelmente devido à alta presença de celulose e fibras desse material (LYNCH et al., 2016; MUSSATTO et al., 2006).

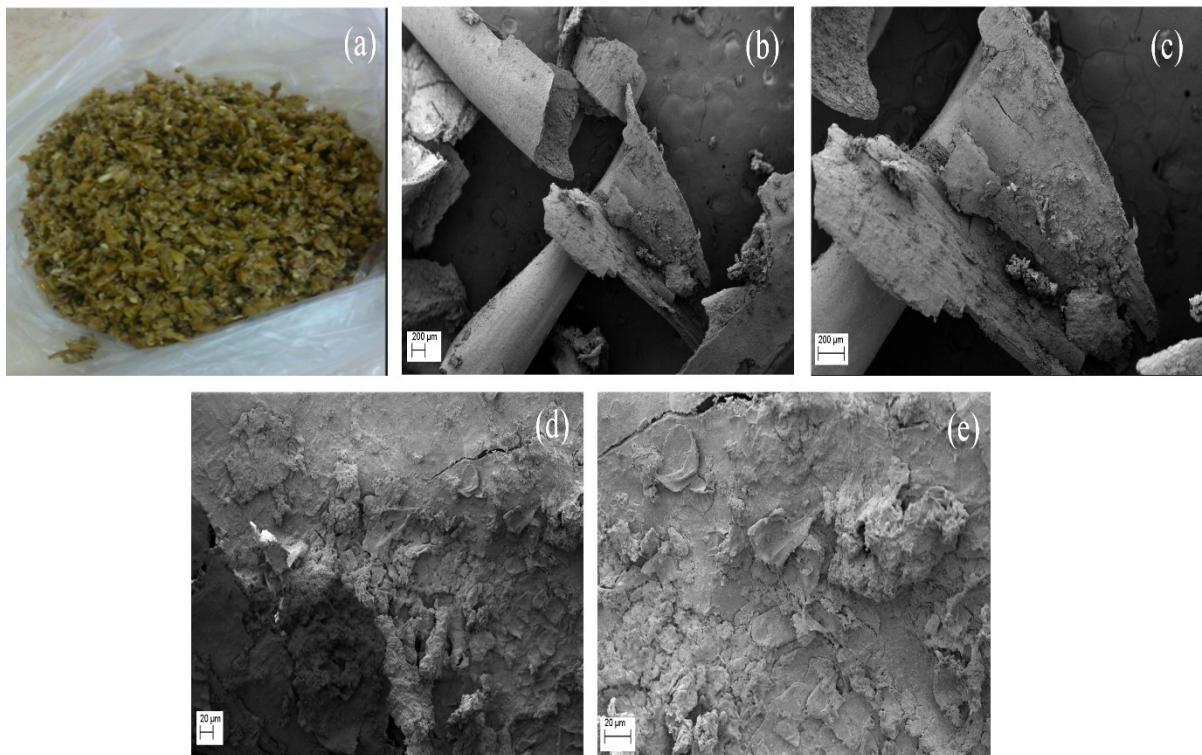


Figura 4.44 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) do bagaço de malte *in natura* (a), com ampliações de 50 (b), 100 (c), 500 (d) e 1000 (e) vezes.

4.3.2 – Secagem do bagaço de malte por *Refractance Window* (RW)

4.3.2.1 – Considerações Gerais

De forma semelhante ao observado para a Spirulina (Seção 4.1.3), a secagem do bagaço de malte por *refractance window* (RW) produziu amostras de aspecto visual próximo ao do material *in natura*, como pode ser observado na Figura 4.45. O material apresentou um bom comportamento de secagem ao longo do processo, reduzindo sua umidade de forma visível, sem enrugamento ou aderência à folha de papel alumínio, sendo facilmente removido e convertido em pó ao término dos experimentos. Outro ponto interessante é que mesmo com a secagem sendo conduzida à temperaturas superiores que 60°C, o bagaço não apresentou regiões de carbonização ou liberação de odores indesejáveis, problemas comumente

encontrados no uso de secadores convencionais nessa faixa de temperaturas (LYNCH et al., 2016; MUSSATTO et al., 2006; SANTOS et al., 2003).



Figura 4.45 – Secagem de bagaço de malte por RW e aspecto final do produto obtido

Dessa forma, o uso da técnica de RW para a secagem desse material, mostra-se como uma alternativa interessante para conservação do mesmo dentro da própria indústria onde é gerado, já que essa metodologia utiliza água quente como fonte de energia, a qual é um subproduto do próprio processo cervejeiro e é gerada em grandes quantidades diariamente, devido a necessidade de resfriamento do mosto (KUNZE, 2010).

4.3.2.2 – Experimentos Preliminares

Na Tabela 4.20 são apresentados os resultados obtidos de umidade, atividade de água (a_w) e tempo de secagem dos testes preliminares realizados às temperaturas de 60°C, 70°C e 80°C. De forma similar ao observado para a microalga, o RW permitiu remover a umidade do material até uma faixa de atividade de água aceitável para seu armazenamento e aproveitamento (abaixo de 0,600) sendo que, como esperado, quanto maior a temperatura utilizada, menores os tempos de secagem necessários para tal.

Tabela 4.20 – Resultados dos testes preliminares da secagem de bagaço de malte por RW

Exp.	Temperatura	Umidade (%)	Atividade de Água (a_w)	Tempo de secagem (min)
1	60°C	$8,36 \pm 0,18\%$	0,527	250
2	70°C	$5,85 \pm 0,46\%$	0,425	170
3	80°C	$5,10 \pm 0,22\%$	0,352	140

Um ponto interessante a se destacar foi a variação considerável de a_w em uma faixa bastante estreita de umidade (entre 5 e 8%, praticamente), o que indica que esse material apresenta uma faixa de secagem ideal bastante estreita, a qual deve ser monitorada ao longo dos processos com o intuito de prevenir tanto tempos de secagem insuficientes, que poderiam levar à degradação do material devido às a_w elevadas, quanto tempos de processo excessivos, que poderiam ocasionar reações indesejáveis como a oxidação lipídica e escurecimento enzimático, por exemplo.

As curvas de cinética obtidas para os experimentos com bagaço no RW são apresentadas na Figura 4.46. Dentre todos os modelos avaliados (Tabela 3.1), o que mais se adequou aos dados experimentais foi o de Midilli et al. (2002), assim como ocorreu com a microalga.

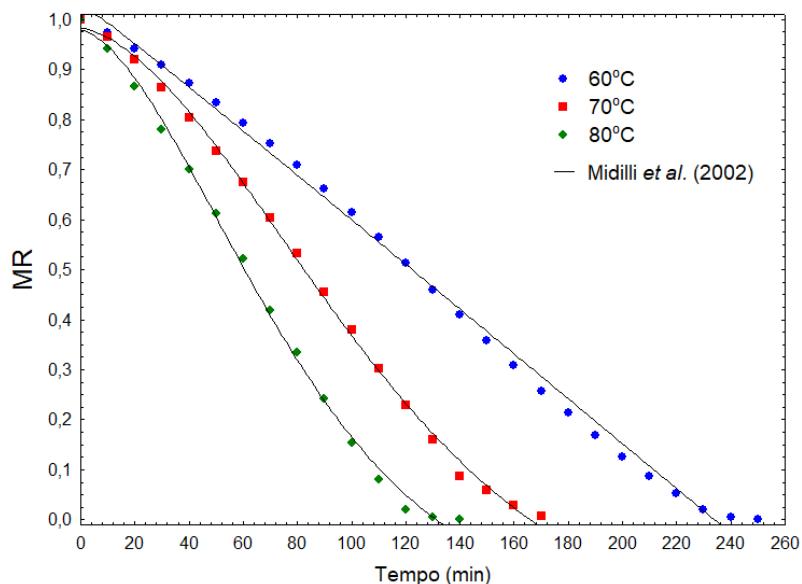


Figura 4.46 – Cinética de Secagem em RW do bagaço de malte

O R^2 médio obtido para o modelo de Midilli foi de 0,9972 e na Tabela 4.21 podem ser observados os parâmetros obtidos para o modelo nas três temperaturas avaliadas. O parâmetro k se elevou consideravelmente com o aumento de temperatura, indicando maior difusão da água pelo material e logo, mais uma vez, uma boa adequação desse modelo da literatura ao comportamento experimental apresentado pelo material.

Tabela 4.21 – Parâmetros obtidos pelo modelo de Midilli et al. (2002) na secagem do bagaço de malte em RW

Experimentos	k	n	A	B	R ²
60°C	8,70 x 10 ⁻⁵	1,13	0,9995	-8,60 x 10 ⁻⁴	0,9954
70°C	1,80 x 10 ⁻⁴	1,82	0,9832	-8,50 x 10 ⁻⁴	0,9986
80°C	4,81 x 10 ⁻⁴	1,73	0,9787	-8,28 x 10 ⁻⁴	0,9975
R² médio					0,9972

Os teores de compostos bioativos obtidos nos testes preliminares estão expostos na Figura 4.47. Observou-se que a secagem ocasionou uma certa degradação dos compostos originalmente presentes no material *in natura*, tornando ainda mais necessária a definição das melhores condições de processo para atenuar o máximo possível tais efeitos.

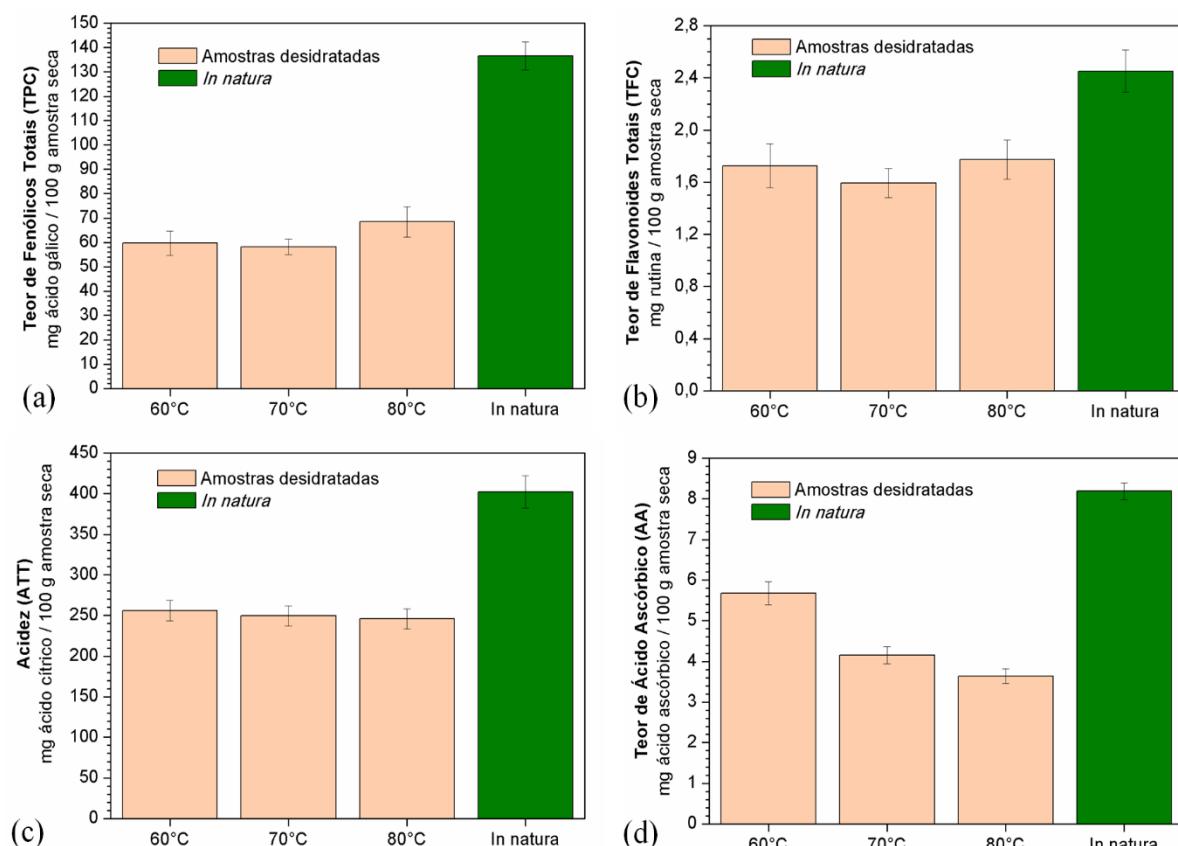


Figura 4.47 – Teores de compostos bioativos na secagem de bagaço de malte em RW:
(a) TPC; (b) TFC; (c) ATT; (d) AA

Os Teores de Fenólicos Totais (Figura 4.47a) se reduziram consideravelmente em relação ao bagaço *in natura* (136,57 mg ácido gálico / 100 g amostra seca), com TPC nas

amostras de cerca de 45% do valor inicial. Os resultados obtidos nas três temperaturas de processo foram bastante próximos, com a secagem à 80°C apresentando um TPC ligeiramente maior que as demais (68,45 mg ácido gálico / 100 g amostra), favorecido possivelmente pelos tempos reduzidos de processo obtidos a essa temperatura.

Melhores resultados foram encontrados para o Teor de Flavonoides Totais (Figura 4.47b), onde a degradação foi menor em relação ao bagaço *in natura* (2,45 mg rutina / 100 g amostra seca). Não houve diferença significativa entre os resultados obtidos nas diferentes temperaturas adotadas, os quais atingiram valores de TFC de cerca de 69% do encontrado no bagaço *in natura*. Assim como observado para os compostos flavonoides, a Acidez das amostras (Figura 4.47c) também não foi influenciada pelas diferentes temperaturas utilizadas. Fica visível que tal composto se degradou a cerca de 62% do valor original das amostras (402,42 mg ácido cítrico / 100 g amostra seca), se mantendo estável independente das condições adotadas.

Diferentemente do observado nos outros compostos, o Teor de Ácido Ascórbico (Figura 4.47d) foi diretamente influenciado pela temperatura de processo, reduzindo-se consideravelmente seu valor original (8,19 mg ácido ascórbico / 100 g amostra seca) conforme essa foi sendo elevada. A termossensibilidade dessa vitamina já havia sido relatada e observada também na secagem do camu-camu (Seção 4.2.2.3), tornando-se um fator limitante para a secagem do bagaço de malte.

Dessa forma, torna-se necessária uma melhor avaliação do comportamento dos bioativos do bagaço de malte ao longo da secagem por RW, visando encontrar uma condição interessante para seu aproveitamento. Devido a isso, um planejamento composto central foi realizado visando quantificar os efeitos das variáveis temperatura (T) e tempo (t) no processo, cujos resultados estão expressos no próximo tópico.

As amostras de bagaço de malte secas por RW também foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), sendo que as imagens obtidas estão apresentadas na Figura 4.48. Através das imagens obtidas foi possível observar que o material passa de uma estrutura compacta e homogênea (Figura 4.48a) para estruturas com poros e canais por onde a umidade foi removida durante a secagem em RW. É possível observar uma presença maior de canais na secagem à 60°C (Figura 4.48b) os quais vão reduzindo sua profundidade e quantidade à 70°C (Figura 4.48c), até praticamente existirem somente na superfície do material e em quantidade reduzida nas amostras secas à 80°C (Figura 4.48d).

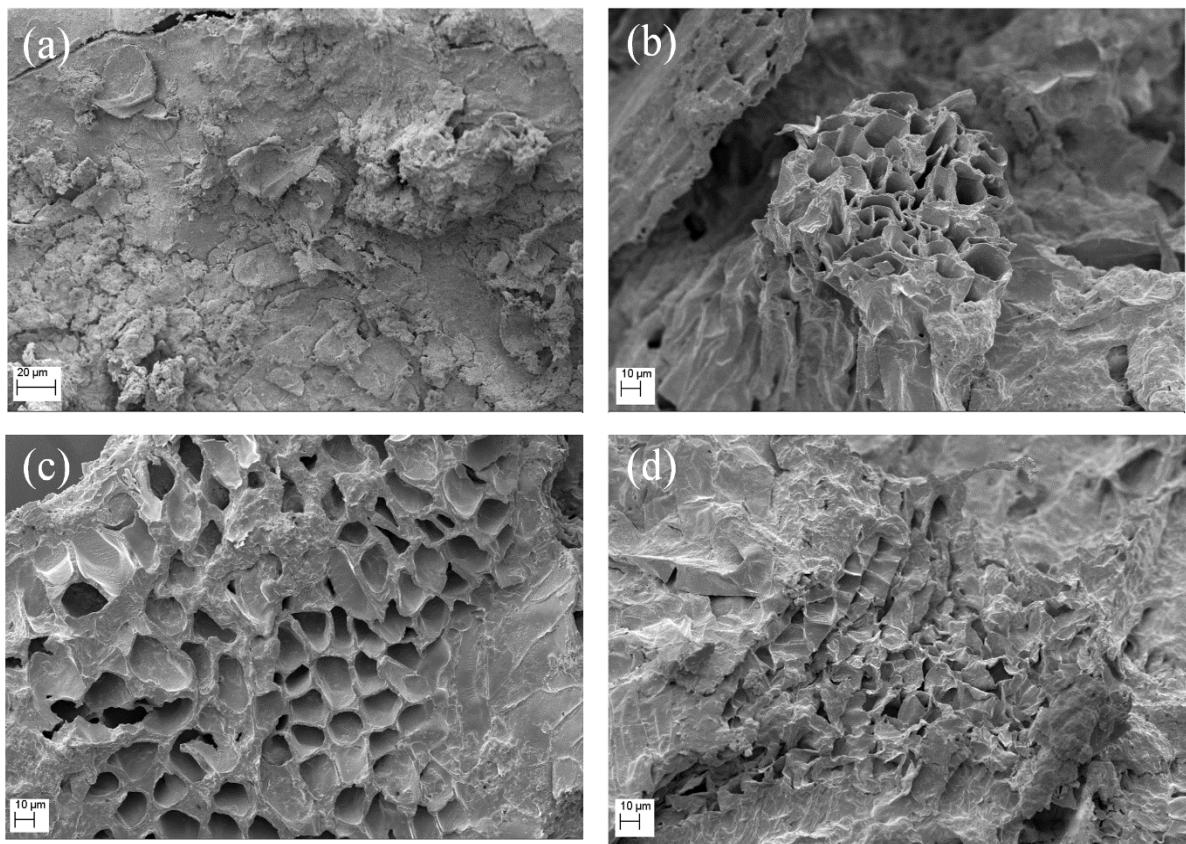


Figura 4.48 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 1000 vezes para o bagaço de malte *in natura* (a) e seco em RW à 60°C (b); 70°C (c) e 80°C (d).

4.3.2.3 – Planejamento Composto Central (PCC)

Os resultados obtidos para umidade e atividade de água (a_w) dos experimentos do Planejamento Composto Central (PCC) são apresentados na Tabela 4.22. Como as condições analisadas originaram amostras com diferentes valores de umidade final, diferentes observações puderam ser realizadas.

Confirmou-se o observado nos testes preliminares que a atividade de água é extremamente sensível a pequenas variações de umidade, atingindo valores satisfatórios (entre 0,4 e 0,5) em uma faixa muito estreita de cerca de 5 a 6% de umidade, como verificado nos Exp. 3, 9 e 10. Muito pouco abaixo dessa faixa, como observado nos Exp. 4, 6 e 8 cujos resultados ficaram entre 2 e 5% de umidade, a a_w atingiu valores abaixo de 0,2, a qual pode ocasionar reações indesejadas no produto final.

Tabela 4.22 – Resultados da secagem de bagaço de malte por RW: PCC

Exp.	Temp. (T) °C	Tempo (t) hs	Umidade Final (%)	Atividade de Água (a_w)
1	60,0	2,0	35,20 ± 0,59	0,947
2	60,0	4,0	10,80 ± 0,09	0,648
3	80,0	2,0	5,75 ± 0,24	0,448
4	80,0	4,0	2,87 ± 0,12	0,151
5	55,9	3,0	21,27 ± 0,28	0,876
6	84,1	3,0	2,92 ± 0,12	0,188
7	70,0	1,6	26,00 ± 0,71	0,919
8	70,0	4,4	4,85 ± 0,05	0,195
9	70,0	3,0	6,31 ± 0,06	0,505
10	70,0	3,0	5,35 ± 0,30	0,428

Já para valores próximos à 10% de umidade, como no Exp. 2, a a_w encontrada foi superior à 0,6, acima do valor aceitável para armazenamento, e aumentou consideravelmente para valores entre 0,8 e 0,9 quando o material possuía cerca de 25% de umidade (Exp. 5 e 7). Com 35% de umidade (Exp. 1) a atividade de água do material já era próxima de 1,0. Tais resultados são importantes pois mostram o quanto o bagaço é sensível a pequenas variações de umidade, justificando sua alta deterioração, mesmo quando já se apresenta visivelmente seco, como no caso de amostras com umidade por volta de 20%.

Quanto a influência das variáveis de processo no comportamento dos teores de compostos bioativos, os resultados estão expostos nas superfícies de resposta apresentadas na Fig. 4.49 e em suas respectivas equações de regressão (Equações 4.10 a 4.13). O nível de significância adotado para os parâmetros significativos foi de 10% ($\alpha = 0,10$).

O Teor de Fenólicos Totais (TPC) foi expresso pela Equação 4.10 ($R^2 = 0,8295$) e Figura 4.49a. Tanto a Temperatura (T) quanto o tempo (t) se mostraram estatisticamente significativos nos resultados, tanto de forma independente quanto combinada. Observa-se que apesar do TPC não ter grandes variações nos experimentos, é possível obter maiores teores de fenólicos se os experimentos forem realizados em temperaturas na faixa de 65 à 75°C e tempos de processo entre 2,5 e 3,5 horas. Isso é confirmado pelo Exp. 9 (70°C e 3 hs) que apresentou um TPC de 85,49 mg ácido gálico / 100 g amostra seca, o maior dentre os experimentos realizados.

$$TPC = 84,76 - 7,81 \cdot T^2 - 5,91 \cdot t^2 + 6,17 \cdot T \cdot t \quad (4.10)$$

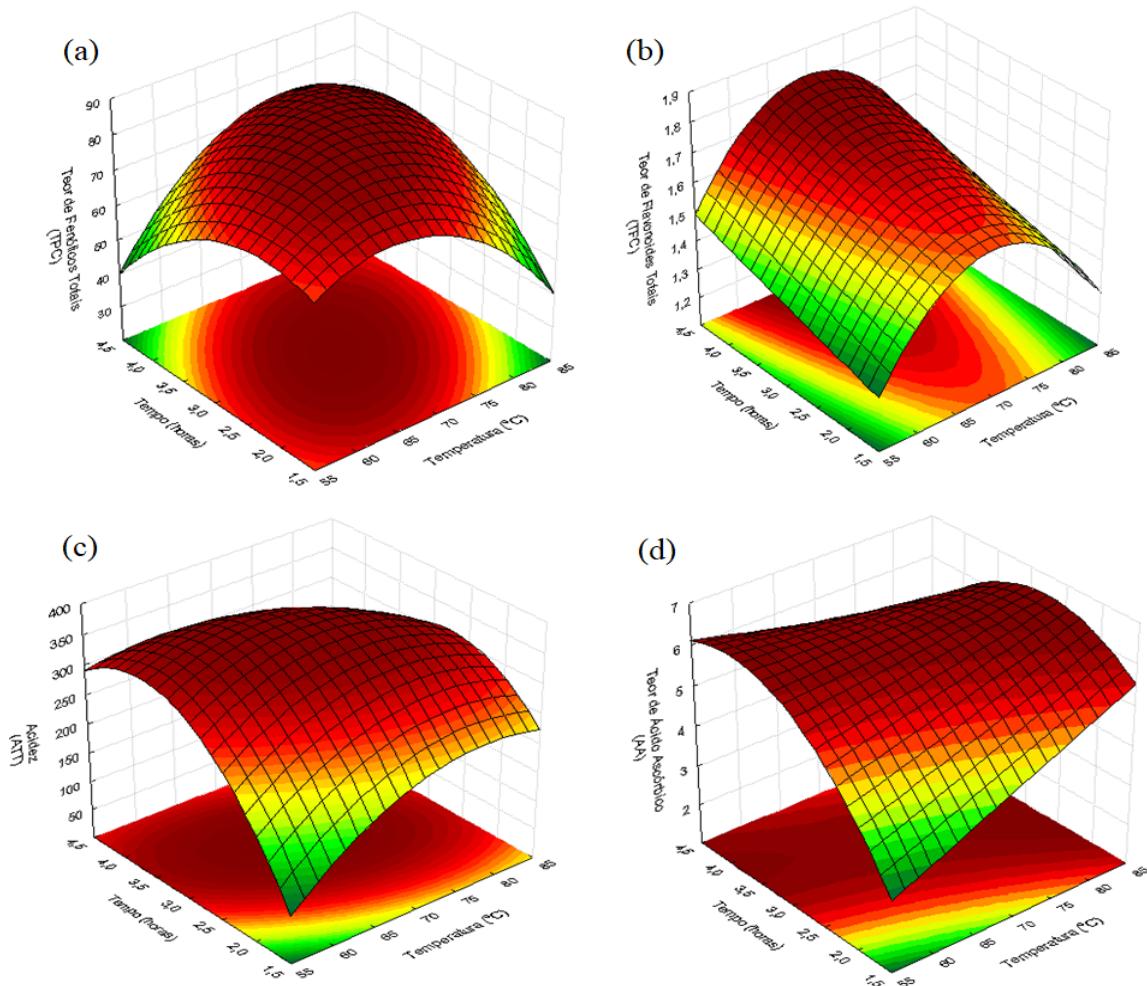


Figura 4.49 –Teores de compostos bioativos na secagem de bagaço de malte em RW (PCC):
 (a) TPC; (b) TFC; (c) ATT; (d) AA

O Teor de Flavonoides Totais (TFC) também se mostrou influenciado pela Temperatura e tempo de secagem, como pode ser observado na Equação 4.11 ($R^2 = 0,7695$). Ao analisar a Figura 4.49b, novamente a faixa de 65 à 75°C se mostrou a mais indicada para os experimentos, com o TFC aumentando conforme os tempos de secagem foram maiores. O Experimento 8 (70°C e 4,4 hs) foi o que apresentou os melhores resultados, com um TFC de 1,76 mg rutina / 100 g amostra seca. Entretanto, tempos elevados de secagem podem ocasionar umidades e a_w muito baixas, que podem não ser interessantes ao produto final, como já discutido.

$$TFC = 1,71 - 0,1422 \cdot T^2 + 0,07 \cdot t \quad (4.11)$$

Já para a acidez (ATT), observou-se o impacto das duas variáveis analisadas, assim como sua interação (Equação 4.12: $R^2 = 0,8284$). Assim como foi observado nos experimentos preliminares, a Acidez tende a se estabilizar em uma faixa entre 200 e 300 mg ácido cítrico / 100 g, conforme o tempo de processo foi sendo elevado (Figura 4.49c). Em tempos superiores à 3,0 horas de secagem, a acidez é praticamente a mesma até valores de temperaturas por volta de 75°C, iniciando uma leve queda na ATT acima das mesmas, devido à degradação por exposição térmica.

$$ATT = 373,28 - 28,51 \cdot T^2 + 22,34 \cdot t - 54,59 \cdot t^2 - 31,28 \cdot T \cdot t \quad (4.12)$$

O teor de ácido ascórbico (AA) também foi influenciado pela Temperatura e tempo de processo, de forma individual e em interação (Equação 4.13: $R^2 = 0,9314$). Enquanto os experimentos preliminares indicaram que baixas temperaturas levariam à maiores valores de AA, vemos que tal comportamento ocorreu em uma faixa entre 55 e 65°C, desde que os tempos de processo sejam superiores à 3,0 horas (Figura 4.49d). Essa faixa de tempo inclusive, permitiu obter os maiores valores de AA, mesmo com aumento da temperatura.

$$AA = 6,17 + 0,22 \cdot T + 0,42 \cdot t - 0,61 \cdot t^2 - 0,45 \cdot T \cdot t \quad (4.13)$$

Assim, pode-se concluir que a técnica de *refractance window* para secagem de bagaço de malte é uma alternativa interessante para aproveitamento desse material. Apesar da redução dos bioativos em relação ao bagaço *in natura*, o processo permitiu obter um material de teor de umidade e a_w reduzidos, facilitando seu manuseio, transporte e outras aplicações. A estreita faixa de umidade onde o material é adequado ao armazenamento torna importante que a secagem seja conduzida em condições específicas de processo, visando aproveitar todo potencial presente nesse resíduo, muitas vezes simplesmente descartado pelas indústrias cervejeiras.

Capítulo 5

CONCLUSÕES

Os resultados apresentados neste trabalho confirmaram a necessidade de se desenvolver e aprimorar metodologias alternativas de secagem, não apenas para proporcionar eficiência energética e produtos de qualidade final superior, tão requisitados pelos consumidor atualmente, mas também para explorar o potencial de materiais que vêm tendo dificuldade de serem aproveitados plenamente, seja por técnicas inadequadas de processamento, desconhecimento técnico ou até mesmo falta de popularização dos mesmos.

A microalga *Spirulina platensis* foi um exemplo desse tipo de material. Com elevados teores de compostos bioativos e ao mesmo tempo, uma alta perecibilidade e dificuldade de manuseio, a mesma foi desidratada nas mais diferentes técnicas, onde foi possível verificar seu comportamento perante as diversas variáveis de processo.

Em geral, a Spirulina apresentou a tendência de formar uma crosta superficial (*case hardening*) durante o processo de secagem, a qual dificulta a remoção de umidade e faz com que o produto final fique fortemente aderido na superfície ou suporte dos secadores. Seus compostos bioativos se mostraram sensíveis às variações de temperatura e tempos excessivos de processo. De uma forma geral, foi possível obter teores de compostos fenólicos e flavonoides satisfatórios em uma faixa de temperatura entre 60 e 70°C, enquanto que a acidez e ficocianina, composto encontrado em elevadas concentrações na Spirulina, se mostraram termossensíveis para temperaturas superiores à 60°C.

Dentre os secadores avaliados para processamento da Spirulina, o secador rotatório com recheio de inertes (SRRI) foi o que produziu o material desidratado com as melhores características e já na forma de pó, minimizando o problema da formação de crosta e facilitando um possível uso direto da microalga produzida para as mais variadas aplicações. Todas as variáveis operacionais estudadas (Temperatura, Intermittência, Enchimento e Rotação) influenciaram diretamente os resultados obtidos, com o Enchimento e Rotação impactando significativamente os Rendimentos de Secagem, o que foi comprovado inclusive por simulação DEM, uma ferramenta extremamente importante para avaliar o comportamento fluidodinâmico desse secador. Foram definidas também as melhores condições operacionais para obtenção dos teores de bioativos, cujos resultados encontrados foram próximos aos presentes na microalga

in natura. A melhor condição operacional, tanto em termos de Rendimento quanto teores de bioativos foi a $T = 40,3^{\circ}\text{C}$; $I = 6,7$ min; $E = 27,9\%$ e $R = 66,0$ RPM.

A secagem da microalga por *refractance window* (RW) também permitiu obter um produto com alta retenção de bioativos, em tempos de processo satisfatórios, quando comparados às metodologias convencionais. Um dos problemas encontrados nessa técnica foi a alta aderência da microalga sobre o filme do secador, tornando necessário o uso de um suporte (como a folha de papel alumínio) para o material sobre o secador e a remoção manual do mesmo ao término da secagem. As melhores condições operacionais foram encontradas para temperaturas intermediárias (cerca de 70°C) e tempos elevados de processo (6,6 horas), que permitiram obter os melhores teores de compostos bioativos, próximos aos presentes na microalga *in natura*.

O uso de radiações eletromagnéticas como o infravermelho e micro-ondas na secagem da Spirulina não apresentou bons resultados. Apesar dessas metodologias serem mais eficientes energeticamente e/ou diminuir os tempos de processo consideravelmente (como no caso do micro-ondas), as mesmas reduziram drasticamente os teores de compostos bioativos presentes na microalga, afetando a qualidade do produto obtido. Dessa forma, optou-se por usar técnicas de intermitência nessas duas metodologias, com o intuito de atenuar tal problema, combinando diferentes temperaturas e potências. Apesar de, em certas combinações, os teores de bioativos terem se preservado mais, os mesmos ainda foram inferiores aos presentes na microalga *in natura* e aos obtidos em SRRI e RW, fazendo com que essas técnicas não fossem as mais indicadas para secagem desse material.

O camu-camu foi outro material que apresentou grande potencial de aproveitamento devido a seus altos teores de compostos bioativos, em especial, os ácidos cítrico e ascórbico. Sua secagem em SRRI foi eficiente, mas para tal, fez-se necessário o uso de maltodextrina como agente carreador para reduzir a pegajosidade do material obtido e impedir que o mesmo ficasse aderido sobre as paredes e estruturas do secador assim como nos inertes, reduzindo o Rendimento de Secagem. Assim como observado na Spirulina, é necessário operar o SRRI em condições adequadas, uma vez que as variáveis analisadas (Temperatura, Enchimento e Rotação) e, em especial, a concentração de maltodextrina, influenciaram nos resultados obtidos. A melhor condição operacional em termos de Rendimento e teores de bioativos foi obtida com a concentração de 15% de maltodextrina e $T = 90^{\circ}\text{C}$; $E = 28\%$ e $R = 65$ RPM.

Dentre os materiais analisados, o bagaço de malte foi o que apresentou os menores teores de compostos bioativos. Entretanto, suas elevadas concentrações de proteínas e fibras justificam a sua secagem, a qual deve ser realizada até uma faixa bastante estreita de umidade final, entre 5 e 6%, com o intuito de se atingir a atividade de água desejável para armazenamento. A metodologia de *refractance window* (RW) se mostrou bastante satisfatória para secagem do bagaço, permitindo remover eficientemente a umidade do mesmo sem afetar a aparência final do produto obtido. Apesar da redução nos teores de bioativos durante a secagem, foi possível identificar condições interessantes de processo para o mesmo, obtendo-se bons resultados em faixas intermediárias de temperatura (65°C a 75°C) e tempos elevados de secagem (cerca de 6,0 horas).

Assim, conclui-se que o uso de metodologias alternativas é mais que necessário para o desenvolvimento da secagem e seu uso adequado para os mais variados materiais. As novas abordagens e combinações propostas neste trabalho permitiram um melhor conhecimento das condições operacionais, seus limites e variações, o que foi fundamental para obtenção de produtos de qualidade e com alto potencial de aproveitamento industrial.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- ✓ Análise nutricional e sensorial dos produtos obtidos nas melhores condições de cada secador, com o intuito de avaliar seu aproveitamento e aplicação como alimento;
- ✓ Secagem da microalga *Spirulina platensis*, camu-camu e bagaço de malte por outras metodologias alternativas;
- ✓ Uso do *refractance window* (RW) para outros materiais, analisando a influência de variáveis como a espessura, eficiência térmica, mecanismos de transferência de calor e/ou combinação com outras técnicas de secagem, como o infravermelho e/ou secagem convectiva;
- ✓ Uso do secador rotatório com recheio de inertes (SRRI) para a desidratação de outros materiais e usando, caso necessário, diferentes agentes carreadores (goma arábica, amido, etc.). Avaliar também os efeitos da velocidade do ar e quantificar a taxa de produção de material desidratado nesse equipamento ao longo do tempo;
- ✓ Automação e otimização dos sistemas de monitoramento e controle do RW e SRRI;
- ✓ Análises dos teores de compostos bioativos por outras metodologias como a cromatografia líquida (HPLC) e investigação detalhada da presença de outros compostos bioativos relevantes;
- ✓ Modelagem matemática e simulação computacional dos processos de secagem avaliados neste trabalho, ampliando a quantidade de variáveis e condições estudadas;
- ✓ Estudo mais aprofundado dos efeitos das variáveis operacionais do SRRI na secagem do camu-camu (uso de PCC) e seus efeitos no Rendimento e teores de compostos bioativos;
- ✓ Análise da capacidade evaporativa e consumo energético dos secadores avaliados e seu comparativo com os métodos convencionais.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABONYI, B. I.; FENG, H.; TANG, J.; EDWARDS, C. G.; CHEW, B. P.; MATTINSON, D. S.; FELLMAN, J. K. Quality Retention in Strawberry and Carrot Purees Dried with Refractance WindowTM System. *Journal of Food Science*, v. 67 (3), p. 1051-1056, 2002. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2002.tb09452.x>

ABUL-FADL, M. M.; GHANEM, T. H. Effect of Refractance-Window (RW) Drying Method on Quality Criteria of Produced Tomato Powder as Compared to the Convection Drying Method. *World Applied Sciences Journal*, v. 15(7), p. 953-965, 2011.

ADHIKARI, B.; HOWES, T.; BHANDARI, B.; TRUONG, V. *In situ* characterization of stickiness of sugar-rich foods using a linear actuator driven stickiness testing device. *Journal of Food Engineering*, v. 58(1), p. 11-22, 2003. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(02\)00328-X](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(02)00328-X)

AGUSTINI, T. W.; SUZERY, M.; SUTRINANTO, D.; MA'RUF, W. F.; HADYANTO. Comparative Study of Bioactive Substances Extracted from Fresh and Dried Spirulina sp. *Procedia Environmental Sciences*, v. 23, p. 282-289, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.proenv.2015.01.042>

AKTER, M. S.; OH, S.; EUN, J.-B.; AHMED, M. Nutritional compositions and health promoting phytochemicals of camu-camu (*Myrciaria dubia*) fruit: A review. *Food Research International*, v. 44, p. 1728-1732, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2011.03.045>

ALLAF, K.; MOUNIR, S.; NEGM, M.; ALLAF, T.; FERRASSE, H.; MUJUMDAR, A. S. Intermittent Drying. Em: MUJUMDAR, A. S., *Handbook of Industrial Drying*, Cap 22, p. 491-501, 4a Edição, CRC Press - Taylor & Francis Group, Boca Raton-EUA, 2015. <https://doi.org/10.1201/b17208-25>

ALMEIDA, A. R. *Compostos Bioativos do Bagaço de Malte: Fenólicos, Capacidade Antioxidante in Vitro e Atividade Antibacteriana*. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação de Engenharia de Alimentos, Universidade Federal do Paraná (UFPR), Curitiba-PR, 76 p., 2014.

ÁLVARES, C. M. *Secagem de Melaço de Cana de Açúcar em Secador Rotatório com Recheio de Inertes*. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Uberlândia (UFU), Uberlândia-MG, 123 p., 1990.

ANVISA, *Agência Nacional de Vigilância Sanitária*. Portaria 19 de 15/03/1995: Alimentos com Alegações de Propriedades Funcionais e/ou de Saúde, Novos Alimentos/Ingredientes, Substâncias Bioativas e Probióticos, 1995.

ANVISA, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução 17/1999, <http://portal.anvisa.gov.br/alimentos/quadro-1> (Acessado em 18/Junho/2019), 1999.

AOAC. *Official methods of analysis*. Association of Official Analytical Chemists, Gaithersburg, MD, 1995.

ASTM, *American Society for Testing and Materials*. Standard Test Method for Determination of Ash Content of Particulate Wood Fuels, E-1534 (93), 1998.

AZEVÊDO, J. C. S.; FUJITA, A.; OLIVEIRA, E. L.; GENOVESE, M. I.; CORREIA, R. T. P. Dried camu-camu (*Myrciaria dubia* H.B.K. McVaugh) industrial residue: A bioactive-rich Amazonian powder with functional attributes. *Food Research International*, v. 62, p. 934-940, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2014.05.018>

BAEGHBALI, V.; NOAKOUSARI, M.; FARAHNAKY, A. Refractance Window Drying of pomegranate juice: Quality retention and energy efficiency. *LWT - Food Science and Technology*, v. 66, p. 34-40, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.10.017>

BENDICH, A.; LANGSETH, L. The health effects of vitamin C supplementation, a review. *Journal American College Nutrition*, v. 14, p. 124-136, 1995. <https://doi.org/10.1080/07315724.1995.10718484>

BENNAMOUN, L.; AFZAL, M. T.; LÉONARD, A. Drying of alga as a source of bioenergy feedstock and food supplement - A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 50, p. 1203-1212, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.04.196>

BENNETT, A.; BOGORAD, L. Complimentary chromatic adaptation in a filamentous blue-green alga. *The Journal of Cell Biology*, v. 58, p. 419-435. 1973. <https://doi.org/10.1083/jcb.58.2.419>

BHANDARI, B. R.; ADHIKARI, B. P. Water activity in food processing and preservation. Em: CHEN, X. D.; MUJUMDAR, A. S., *Drying Technologies in Food Processing*, Cap. 2, p. 55-89, Blackwell Publishing Ltd, John Wiley & Sons, Inglaterra, 2008.

BHANDARI, B. R.; HOWES, T. Implication of glass transition for the drying and stability of dried foods. *Journal of Food Engineering*, v. 40, p. 71-79, 1999. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(99\)00039-4](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(99)00039-4)

BOBBIO, F. O; BOBBIO, P. A. *Introdução à química de alimentos*, 2^a Ed. São Paulo, 1995.

BORTOLOTTI, C. T., *Estudo Experimental da Fluidodinâmica de Mistura de Resíduo de Acerola e Soja em Leito de Jorro*. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia-MG, 120 p., 2012.

BROOKER, D. B.; BAKKER-ARKEMA, F. W; HALL, C. W. *Drying Cereal Grains*, Westport, CT, USA, 1974. <https://doi.org/10.1002/food.19760200143>

BURJAILI, M. M. *Desenvolvimento de um Secador Rotatório com Recheio de Inertes*. Tese de Doutorado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas-SP, 240 p., 1996.

BURJAILI, M. M.; FINZER, J. R. D.; LIMAVERDE, J. R. Secador rotatório com recheio de Inertes, Registro de Patente PI8804812-8 A2, 14/set/1988. *Revista da Propriedade Industrial*, n. 1217, p. 36, Rio de Janeiro-RJ, 1994.

BURJAILI, M. M.; LIMAVERDE, J. R.; FINZER, J. R. Secador rotatório com recheio de inertes: 1 - Desempenho do Equipamento. *Anais do XV Encontro Nacional sobre Escoamento em Meios Porosos*, Uberlândia-MG, p. 493-499, 1987.

BUTTERFIELD, D. A.; CASTEGNA, A.; POCERNICH, C. B.; DRAKE, J.; SCAPAGNINIB, G.; CALABRESEC, V. Nutritional approaches to combat oxidative stress in Alzheimer's disease. *Journal Nutritional Biochemistry*, v. 13, p. 444-461, 2002. [https://doi.org/10.1016/S0955-2863\(02\)00205-X](https://doi.org/10.1016/S0955-2863(02)00205-X)

CANO-CHAUCA, M.; STRINGHETA, P. C.; RAMOS, A. M.; CAL-VIDAL, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, v. 6, p. 420-428, 2005. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2005.05.003>

CAPARINO, O. A.; TANG, J.; NINDO, C. I.; SABLANI, S. S.; POWERS, J. R.; FELLMAN, J. K. Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (*Philippine 'Carabao' Vr.*) powder. *Journal of Food Engineering*, v. 111, p. 135-148, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.01.010>

CARGILL, 2018. Disponível em <https://www.cargill.com/food-bev/la/acidulants/citric-acid> , acessado em 09 de outubro de 2018.

CARROLL, M. B.; CHURCHILL, S. W. A numerical study of periodic on-off versus continuous heating by conduction. *Numerical Heat Transfer*, v. 10, p. 297-310, 1986. <https://doi.org/10.1080/10407788608913521>

CASTOLDI, M.; ZOTARELLI, M. F.; DURIGON A.; CARCIOFI, B. A. M.; LAURINDO, J. B. Production of tomato powder by refractance window drying. *Drying Technology*, v. 33(12), p. 1463-1473, 2015. <https://doi.org/10.1080/07373937.2014.989327>

CELLI, G. B.; KHATTAB, R.; GHANEM, A.; BROOKS, M. S. Refractance WindowTM drying of haskap berry - Preliminary results on anthocyanin retention and physicochemical properties. *Food Chemistry*, v. 194, p. 218-221, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.08.012>

CELUS, I.; BRIJS, K.; DELCOUR, J. A. The effects of malting and mashing on barley protein extractability. *Journal of Cereal Science*, v. 44, p. 203-211, 2006. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2006.06.003>

CENKOWSKI, S.; ARNTFIELD, S. D.; SCANLON, M. G. Far Infrared Dehydration and Processing. Em: HUI, Y. H.; CLARY, C.; FARID, M. M.; FASINA, O. O.; NOOMHORM, A.; WELTI-CHANES, J., *Food Drying Science and Technology*, Cap. 7, p. 157-202, DEStech Publication, Inc, Lancaster-EUA, 2008.

CHEN, C. -L.; CHANG, J. -S.; LEE, D. -J. Dewatering and Drying Methods for Microalgae. *Drying Technology*, v. 33, p. 443-454, 2015. <https://doi.org/10.1080/07373937.2014.997881>

CHEN, X. D. Food Drying Fundamentals. Em: CHEN, X. D.; MUJUMDAR, A. S., *Drying Technologies in Food Processing*, Cap 1, p. 1-54, Blackwell Publishing Ltd, John Wiley & Sons, Inglaterra, 2008.

CHEN, X. D.; PATEL, K. C. Biological changes during food drying processes. Em: CHEN, X. D.; MUJUMDAR, A. S., *Drying Technologies in Food Processing*, Cap 3, p. 90-112, Blackwell Publishing Ltd, John Wiley & Sons, Inglaterra, 2008.

CHHABRA, R. P.; RICHARDSON, J. F. *Non-newtonian flow and applied rheology*. Editora Elsevier, 2a Edição, 536 p., 2008. <https://doi.org/10.1016/B978-0-7506-8532-0.X0001-7>

CHIRINOS, R.; GALARZA, J.; BETALLELUZ-PALARDEL, I.; PEDRESCHI, R.; CAMPOS, D. Antioxidant compounds and antioxidant capacity of Peruvian camu camu (*Myrciaria dubia* (H.B.K.) McVaugh) fruit at different maturity stages. *Food Chemistry*, v. 120, p. 1019-1024, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.11.041>

CHUA, K. J.; CHOU, S. K. A comparative study between intermittent microwave and infrared drying of bioproducts. *International Journal of Food Science and Technology*, v. 40, p. 23-39, 2005. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2004.00903.x>

CHUA, K. J.; CHOU, S. K.; HO, J. C.; MUJUMDAR, A. S.; HAWLADER, M. N. A. Cyclic air temperature drying of guava pieces: effects on moisture and ascorbic acid contents. *Food and Bioproducts Processing*, v. 78(2), p. 72-78, 2000. <https://doi.org/10.1205/096030800532761>

CHUA, K. J.; MUJUMDAR, A. S.; CHOU, S. K. Intermittent drying of bioproducts - an overview. *Bioresource Technology*, v. 90, p. 285-295, 2003. [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(03\)00133-0](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(03)00133-0)

CIFERRI, O. *Spirulina platensis*, the edible microorganism. *Microbiological reviews*, v. 47(4), p. 551-578, 1983.

CLARKE, P. T. Refractance Window™ - "Down Under". *Proceedings of the International Drying Symposium (IDS 2004)*, v. B, p. 813-820, 2004.

CLEARY, P. W.; MORRINSSON, R.; MORRELL, S. Comparison of DEM and experimental for a scale model SAG mill. *International Journal of Mineral Processing*, v. 68, p. 129-165, 2003. [https://doi.org/10.1016/S0301-7516\(02\)00065-0](https://doi.org/10.1016/S0301-7516(02)00065-0)

COLLARES, F. P. *Desprendimento de filmes de pastas alimentícias durante a secagem sobre superfícies de sólidos e sua relação com a Transição Vítrea*. Tese de Doutorado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Campinas (UNICAMP), Campinas-SP, 216 p., 2001.

COSTA, B. R. *Secagem da Microalga Spirulina em Camada Delgada Utilizando Secador com Bomba de Calor*. Tese de Doutorado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos. Universidade Federal do Rio Grande - FURG, Rio Grande - RS, 121 p., 2014.

COSTA, B. R.; ROCHA, S. F.; RODRIGUES, M. C. K.; POHNDORF, R. S.; LARROSA, A. P. Q.; PINTO, L. A. A. Physicochemical characteristics of the Spirulina sp. Dried in heat pump and conventional tray dryers. *International Journal of Food Science and Technology*, v. 50, p. 2614-2620, 2015. <https://doi.org/10.1111/ijfs.12930>

COSTA, B. R.; RODRIGUES, M. C. K.; ROCHA, S. F.; POHNDORF, R. S.; LARROSA, A. P. Q.; PINTO, L. A. A. Optimization of Spirulina sp. Drying in heat pump: Effects on the physicochemical properties and color parameters. *Journal of Food Processing and Preservation*, v. 40, p. 934-942, 2016. <https://doi.org/10.1111/jfpp.12672>

CROWE, K. M.; FRANCIS, C.; ACADEMY OF NUTRITIONS AND DIETETICS. Position of the Academy of Nutrition and Dietetics: Functional Foods. *Journal of The Academy of Nutrition and Dietetics*, v. 113(8), p. 1096-1103, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.jand.2013.06.002>

DATTA, A. K.; ANANTHESWARAN, R.C. *Handbook of Microwave Technology for Food Applications*; Marcel Dekker: New York, 2001. <https://doi.org/10.1201/9781482270778>

DEFRAEYE, T. Towards more efficient intermittent drying of fruit: Insights from combined hygrothermal-quality modelling. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, v. 38, p. 262-271, 2016, <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2016.10.003>

DEGASPARI, C. H.; WASZCZYNSKY, N. Propriedades antioxidantes de compostos fenólicos. *Visão Acadêmica*, v. 5(1), p. 33-40, 2004. <https://doi.org/10.5380/acd.v5i1.540>

DEHGHANNYA, J.; HOSSEINLAR, S.-H.; HESHMATI, M. K. Multi-stage continuous and intermitente microwave drying of quince fruit coupled with osmotic dehydration and low

temperature hot air drying. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, v. 45, p. 132-151, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2017.10.007>

DESMORIEUX, H.; DECAEN, N. Convective drying of spirulina in thin layer. *Journal of Food Engineering*, v. 66, p. 497-503, 2005. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.04.021>

DESMORIEUX, H.; HERNANDEZ, F. Biochemical and Physical Criteria of Spirulina After Different Drying Processes. *Drying 2004 - Proceedings of the 14th International Drying Symposium (IDS 2004)*, São Paulo-Brasil, vol. B, p. 900-907, 2004.

DESMORIEUX, H.; MADIOULI, J.; HERRAUD, C.; MOUAZIZ, H. Effects of size and form of *Arthospira Spirulina* biomass on the shrinkage and porosity during drying. *Journal of Food Engineering*, v. 100, p. 585-595, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2010.03.021>

DI RENZO, A.; DI MAIO, F. P. Comparison of contact-force models for the simulation of collisions in DEM-based granular flow codes. *Chemical Engineering Science*, v. 59, p. 525-541, 2004. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2003.09.037>

DIPLOCK, A. T.; CHARLEUX, J. L.; CROZIER-WILLI, G.; KOK, F. J.; RICE-EVANS, C.; ROBERFROID, M.; STAHL, W.; VINÃ-RIBES, J. Functional food science and defense against reactive oxidative species. *British Journal of Nutrition*, v. 80, p. 77-112, 1988. <https://doi.org/10.1079/BJN19980106>

DISSA, A. O.; DESMORIEUX, H.; SAVADOGO, P. W.; SEGDA, B. G.; KOULIDIATI, J. Shrinkage, porosity and density behavior during convective drying of spirulina. *Journal of Food Engineering*, v. 97, p. 410-418, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2009.10.036>

DOKE JR., J. M. An Improved and Efficient Method for the Extraction of Phycocyanin from *Spirulina sp.* *International Journal of Food Engineering*, v. 1(5), p. 1-13, 2005. <https://doi.org/10.2202/1556-3758.1037>

DURIGON, A.; PARISOTTO, E. I. B.; CARCIOFI, B. A. M.; LAURINDO, J. B. Heat transfer and drying kinetics of tomato pulp processed by cast-tape drying. *Drying Technology*, v.36(2), p. 160-168, 2017. <https://doi.org/10.1080/07373937.2017.1304411>

DURIGON, A.; SOUZA, p. g.; CARCIOFI, B. A. M.; LAURINDO, J. B. Cast-tape drying of tomato juice for the production of powdered tomato. *Food and Bioproducts Processing*, v. 100, p. 145-155, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2016.06.019>

ESTRADA, J. E. P.; BESCÓS, P. B.; FRENO, A. M. V. Antioxidant activity of different fractions of *Spirulina platensis* protein extract. *II Farmaco*, v. 56, p. 497-500, 2001. [https://doi.org/10.1016/S0014-827X\(01\)01084-9](https://doi.org/10.1016/S0014-827X(01)01084-9)

FAGUNDES, F. M. *Estudo da Estabilidade da Suspensão Constituinte do Fluido Br-Mul/Petrobrás*. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia (UFU), Uberlândia-MG, 112 p., 2015.

FELLOWS, P. J. *Tecnologia de Processamento de Alimentos: Princípios e Prática*. Tradução de Olivera et al., 2^a Edição, 602 p., Porto Alegre-RS, Ed. ARTMED, 2006.

FERGUSON, L. R. Role of plant polyphenols in genomic stability. *Mutation Research*, v. 475, p. 89-111, 2001. [https://doi.org/10.1016/S0027-5107\(01\)00073-2](https://doi.org/10.1016/S0027-5107(01)00073-2)

FINZER, J. R. D.; BURJAILI, M. M.; LIMAVERDE, J. R. Alternativa tecnológica de secagem de materiais pastosos: secador rotatório com recheio de inertes. *Ciência & Engenharia*, Universidade Federal de Uberlândia (UFU), v. 2(2), p. 97-120, 1993.

FRABETTI, A. C. C.; DURIGON, A.; LAURINDO, J. B. Effect of process variables on the drying of guava pulp by cast-tape drying. *LWT - Food Science and Technology*, v. 96, p. 620-626, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.06.021>

FU, M.; QU, Q.; YANG, X.; ZHANG, X. Effect of intermittent oven drying on lipid oxidation, fatty acids composition and antioxidant activities of walnut. *LWT - Food Science and Technology*, v. 65, p. 1126-1132, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.10.002>

FUJITA, A.; BORGES, K.; CORREIA, R.; FRANCO, B. D. G. M.; GENOVESE, M. I. Impact of spouted bed drying on bioactive compounds, antimicrobial and antioxidant activities of commercial frozen pulp of camu-camu (*Myrciaria dubia Mc. Vaugh*). *Food Research International*, v. 54, p. 495-500, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2013.07.025>

FUJITA, A.; SOUZA, V. B.; DAZA, L. D.; FÁVARO-TRINDADE, C. S.; GRANATO, D.; GENOVESE, M. I. Effects of Spray-Drying Parameters on In Vitro Functional Properties of Camu-Camu (*Myrciaria dubia Mc. Vaugh*): A Typical Amazonian Fruit. *Food Science*, v. 82(5), p. 1083-1091, 2017. <https://doi.org/10.1111/1750-3841.13668>

GINZBURG, A. S. Application of Infrared Radiation in Food Processing. *Chemical and Process Engineering Series*, Leonard Hill, London, 1969.

GREENWELL, H. C.; LAURENS, L. M. L.; SHIELDS, R. J.; LOVITT, R. W.; FLYNN, K. J. Placing microalgae on the biofuels priority list: a review of the technological challenges. *Journal of the American Oil Chemist's Society*, Berlin, v. 7, p. 703-26, 2010. <https://doi.org/10.1098/rsif.2009.0322>

HABIB, M. A. B.; PARVIN, M.; HUNTINGTON, T. C.; HASAN, M. R. *A Review on culture, production and use of Spirulina as food for humans and feeds for domestic animals and fish*. FAO - Organização das Nações Unidas para a Agricultura e Alimentação, FIMA/C1034, Roma-Itália, 41 p., 2008.

HANSULD, M. K., BRIANT, A. M. The effect of citric acid on selected edible starches and flours. *Journal of Food Science*, v. 19, p. 581-589, 1954. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1954.tb17491.x>

HASLER, C. M. Function foods: Their role in disease prevention and health promotion. *Food Technology*, v. 52(11), 1998.

HEBBAR, H. U.; ROSTAGI, N. K. Mass transfer during infrared drying of cashew kernel. *Journal of Food Engineering*, v. 47, p. 1-5, 2001. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(00\)00088-1](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(00)00088-1)

HONORATO, G. C. *Concepção de um Secador Rotatório para Secagem do Cefalotórax do Camarão*. Tese de Doutorado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Natal-RN, 185 p. 2006.

HRAZDINA, G.; BORZEL, A. J.; ROBINSON, W. B. Studies on the stability of the anthocyanidin-3,5-diglucosides. *American Journal of Enology and Viticulture*, v. 21, p. 201-204, 1970.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. *Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*, v. 1, 3a Edição, 533 p, São Paulo-SP, 1985.

ISHIMOTO, E. Y.; FERRARI, C. K. B.; BASTOS, D. H. M.; TORRES, E. A. F. S. *In vitro* antioxidant activity of Brazilian wines and grapes juices. *Journal of Wine Research*, v. 17(2), p. 107-115, 2006. <https://doi.org/10.1080/09571260601004203>

JAYASUNDERA, M.; ADHIKARI, B.; ADHIKARI, R.; ALDRED, P. The effect of protein types and low molecular weight surfactants on spray drying of sugar-rich foods. *Food Hydrocolloids*, v. 25, p. 459-469, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2010.07.021>

JULIANO, P.; BARBOSA-CÁNOVAS, G. V. Food Powders Flowability Characterization: Theory, Methods, and Applications. *Annual Review of Food Science and Technology*, v. 1, p. 211-239, 2010. <https://doi.org/10.1146/annurev.food.102308.124155>

JUMAH, R.; AL-KTEIMAT, E.; AL-HAMAD, A.; TELFAH, E. Constant and intermittent drying characteristics of olive cake. *Drying Technology*, v. 25(9), p. 1421-1426, 2007. <https://doi.org/10.1080/07373930701536668>

JUSTI, K. C.; VISENTAINER, J. V.; EVELÁZIO, S. N.; MATSUSHITA, M. Nutritional composition and vitamin C stability in stored camu-camu (*Myrciaria dubia*) pulp. *Archivos Latinoamericanos de Nutrición*, v. 50(4), p. 405-408, 2000.

KEPEKÇİ, R. A.; SAYGİDEGER, S. D. Enhancement of phenolic compound production in *Spirulina platensis* by two-step batch mode cultivation. *Journal of Applied Phycology*, v. 24, p. 897-905, 2012. <https://doi.org/10.1007/s10811-011-9710-3>

KIM, D. J.; SHIN, D. H.; AHN, B.; KANG, J. S.; NAM, K. T.; PARK, C. B.; KIM, C. K.; KIM, Y. B.; TUN, Y. W.; JANG, D. D.; YANG, K. H. Chemoprevention of colon cancer by Korean food plant components. *Mutation Research - Fundamental and Molecular Mechanisms of Mutagenesis*, v. 523-524, p. 99-107, 2003. [https://doi.org/10.1016/S0027-5107\(02\)00325-1](https://doi.org/10.1016/S0027-5107(02)00325-1)

KOWALSKI, S. J.; PAWLOWSKI, A. Energy consumption and quality aspect by intermittent drying. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, v. 50 (4), p. 384-390, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2011.02.012>

KROKIDA, M.; MARINOS-KOURIS, D.; MUJUMDAR, A. S. Rotary Drying. Em: MUJUMDAR, A. S., *Handbook of Industrial Drying*, Cap 7, p. 151-172, 3a Edição, CRC Press - Taylor & Francis Group, Boca Raton-EUA, 2007. <https://doi.org/10.1201/9781420017618.ch7>

KUDRA, T.; MUJUMDAR, A. S. *Advanced Drying Technologies*. 2a Edição, CRC Press - Taylor & Francis Group, Boca Raton-EUA, 2009. <https://doi.org/10.1201/9781420073898>

KUDRA, T.; MUJUMDAR, A. S. Special Drying Techniques and Novel Dryers. Em: MUJUMDAR, A. S., *Handbook of Industrial Drying*, Cap 20, p. 454-515, 3a Edição, CRC Press - Taylor & Francis Group, Boca Raton-EUA, 2007. <https://doi.org/10.1201/9781420017618.ch20>

KUMAR, C.; JOARDER, M. U. H.; KARIM, A.; MILLAR, G. J.; AMIN, Z. Temperature redistribution modelling during intermittent microwave convective heating. *Procedia Engineering*, v. 90, p. 544-549, 2014a. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2014.11.770>

KUMAR, C.; KARIM, M. A.; JOARDER, M. U. H. Intermittent drying of food products: A critical review. *Journal of Food Engineering*, v. 121, p. 48-57, 2014b. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.08.014>

KUMAR, D.; DHAR, D. W.; PABBI, S.; KUMAR, N.; WALIA, S. Extraction and purification of C-phycocyanin from *Spirulina platensis* (CCC540). *Indian Journal of Plant Physiology*, v. 19(2), p. 184-188, 2014c. <https://doi.org/10.1007/s40502-014-0094-7>

KUNZE, W. *Technology Brewing & Malting*, International Edition, 4^a Edição, VLB Berlim, Alemanha, 1057 p., 2010.

LARROSA, A.; DA SILVA, K. T.; LAMAS, G.; SOARES, V.; PINTO, L. Secagem de Spirulina sp. em leito de jorro: efeito da temperatura nas características do produto desidratado. *Blucher Chemical Engineering Proceedings*, v. 1 (2), p. 3955-3961, 2015. <https://doi.org/10.5151/chemeng-cobeq2014-0776-24032-155357>

LAW, A. M.; KELTON, D. W. *Simulation modeling and analysis*, 2 ed., New York: McGraw-Hill, 1991.

LEWIS, W. K. The rate of drying of solid materials. *Indian Chemical Engineer*, v. 13, p. 427, 1921. <https://doi.org/10.1021/ie50137a021>

LI, H.; RAMASWAMY, H. S. Microwave Drying. Em: HUI, Y. H.; CLARY, C.; FARID, M. M.; FASINA, O. O.; NOOMHORM, A.; WELTI-CHANES, J., *Food Drying Science and Technology*, Cap. 6, p. 127-156, DEStech Publication, Inc, Lancaster-EUA, 2008.

LIMAVERDE JR, J. R. *Secador Rotatório com Recheio de Inertes Aplicado a Secagem de Materiais Pastosos*. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia (UFU), Uberlândia-MG, 78 p., 2000.

LISBOA, M. H. *Estudo de Secadores Rotatórios na Secagem de Fertilizantes*. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia (UFU), Uberlândia-MG, 121 p., 2005.

LYNCH, K. M.; STEFFEN, E. J.; ARENDT, E. K. Brewers' spent grain: a review with an emphasis on food and health. *Journal of the Institute of Brewing*, v. 122, p. 553-568, 2016. <https://doi.org/10.1002/jib.363>

MACHADO, J. C. V. *Reologia e Escoamento de Fluidos. Ênfase da Indústria do Petróleo*. Editora Interciênciam, p. 21-37, 2002.

MACHADO, M. V. C. *Estudo Experimental e Numérico da Dinâmica de Corpos Moedores em Moinhos de Bola*. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia (UFU), Uberlândia-MG, 99 p., 2016.

MACHADO, M. V. C.; NASCIMENTO, S. M.; DUARTE, C. R.; BARROZO, M. A. S. Boundary conditions effects on the particle dynamic flow in a rotary drum with a single flight. *Powder Technology*, v. 311, p. 341-349, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.01.076>

MAGOON, R. E. *Method and apparatus for drying fruit pulp and the like*. Patente 4631837 EUA, 1986.

MAIONE, R.; DE RICHTER, S.; MAUVIEL, G. WILD, G. DEM investigation of granular flow and binary mixture segregation in a rotating tumbler: Influence of particle shape and

internal baffles. *Powder Technology*, v. 286, p. 732-739, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.09.011>

MANACH, C.; SCALBERT, A.; MORAND, A.; RÉMÉSY, C.; JIMÉNEZ, L. Polyphenols: Food sources and bioavailability. *American Journal of Clinical Nutrition*, v. 79, p. 727-747, 2004. <https://doi.org/10.1093/ajcn/79.5.727>

MANI, S.; SOKHANSANJ, S. Rotary Drum Dryers. Em: HUI, Y. H.; CLARY, C.; FARID, M. M.; FASINA, O. O.; NOOMHORM, A.; WELTI-CHANES, J., *Food Drying Science and Technology*, Cap. 5, p. 99-126, DEStech Publication, Inc, Lancaster-EUA, 2008.

MARTÍNEZ-VALVERDE, I.; PERIAGO, M. J.; ROS, G. Significado nutricional de los compostos fenólicos de la dieta. *Archivos Latinoamericanos de Nutricion*, v. 50(1), p. 5-18, 2000.

MASAMURA, A.; SADO, H.; HONDA, T.; SHIMIZU, M.; NABETHANI, H.; HAKAJIMA, M. Drying of potato by far infrared radiation, *Nippon Shokuhin Kogyo Gakkaishi*, v.35, p. 309-314, 1988. <https://doi.org/10.3136/nskkk1962.35.309>

MASKAN, M. Microwave/air and microwave finish drying of banana. *Journal of Food Engineering*, v. 44, p. 71-78, 2000. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(99\)00167-3](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(99)00167-3)

MATHIAS, T. R. S.; ALEXANDRE, V. M. F.; CAMMAROTA, M. C.; MELLO, P. P. M.; SÉRVULO, E. F. C. Characterization and determination of brewer's solid wastes composition. *Journal of the Institute of Brewing*, v. 121, p. 400-404, 2015. <https://doi.org/10.1002/jib.229>

MELLO, L. R. P. F.; VERGÍLIO, R. M.; MALI, S. Caracterização Química e Funcional do Resíduo Fibroso da Indústria Cervejeira. *BBR - Biochemistry and Biotechnology Reports*, v. 2(3), p. 191-194, 2013. <https://doi.org/10.5433/2316-5200.2013v2n3espp191>

MELO, P. C. *Cinética de Secagem e Armazenamento de Spirulina platensis*. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Goiás (UEG), Anápolis-GO, 78 p., 2016.

MENESES, N. G. T.; MARTINS, S.; TEIXEIRA, J. A.; MUSSATTO, S. I. Influence of extraction solvents on the recovery of antioxidant phenolic compounds from brewer's spent grains. *Separation and Purification Technology*, v. 108, p. 152-158, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2013.02.015>

MIDLILLI, A.; KUCUK, H.; YAPAR, Z. A new model for single-layer drying. *Drying Technology*, v. 20, p. 1503-1513, 2002. <https://doi.org/10.1081/DRT-120005864>

MORAES, C. C.; BURKERT, J. F. M.; KALIL, S. J. C-phycocyanin extraction process for large-scale use. *Journal of Food Biochemistry*, v. 34, p. 133-148, 2010. <https://doi.org/10.1111/j.1745-4514.2009.00317.x>

MOREIRA, M. F. P. *Secagem de gel Agar*, Dissertação de Mestrado, Faculdade de Engenharia Química, Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), São Carlos-SP, 104 p., 2000.

MOSES, J. A.; NORTON, T.; ALAGUSUNDARAM, K.; TIWARI, B. K. Novel Drying Techniques for the Food Industry. *Food Engineering Reviews*, v. 6, p. 43-55, 2014. <https://doi.org/10.1007/s12393-014-9078-7>

MOURA, B. D. *Automação de um Sistema Rotatório para Secagem do Rejeito de Maracujá*. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Natal-RN, 76 p. 2009.

MOURA, B. D. *Estudo da Dinâmica de Secagem em um Secador Rotatório com Alimentação Intermittente*. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Natal-RN, 123 p. 2016.

MOURA, M. J.; FIGUEIREDO, M. M. Aplicação das Técnicas de Picnometria de Gás e de Porosimetria de Mercúrio à Caracterização da Madeira de *E. globulus*. *Silva Lusitana*, Lisboa, v. 2, n. 10, p. 207-216, 2002.

MUJUMDAR, A. S. Principles, Classification and Selection of Dryers. Em: MUJUMDAR, A. S., *Handbook of Industrial Drying*, Cap 1, p. 1-32, 3a Edição, CRC Press - Taylor & Francis Group, Boca Raton-EUA, 2007. <https://doi.org/10.1201/9781420017618.pt1>

MUSSATTO, S. I. *Aproveitamento integral de subproduto da indústria cervejeira em processos químicos e biotecnológicos*. Tese de Doutorado, Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia Industrial, Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo (USP), Lorena-SP, 173 p., 2007.

MUSSATTO, S. I.; DRAGONE, G.; ROBERTO, I. C. Brewer' spent grain: generation, characteristics and potential applications. *Journal of Cereal Science*, v. 43, p. 1-14, 2006. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2005.06.001>

NAKAGAWA, K.; RITCHAROEN, W.; SRI-UAM, P.; PAVASANT, P.; ADACHI, S. Antioxidant properties of convective-air-dried *Spirulina maxima*: Evaluation of phycocyanin retention by a simple mathematical model of air-drying. *Food and Bioproducts Processing*, v. 100, p. 292-302, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2016.07.014>

NASCIMENTO, S. M.; SANTOS, D. A.; BARROZO, M. A. S.; DUARTE, C. R. Solids holdup in flighted rotating drums: An experimental and simulation study. *Powder Technology*, v. 280, p. 18-25, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.04.038>

NASCIMENTO, W. M. O.; CARVALHO, J. E. U. A cultura do camu-camu. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA), *Coleção Plantar*, v. 71, 81 p., Brasília-DF, 2012.

NINDO, C. I.; FENG, H.; SHEN, G. Q.; TANG, J.; KANG, D. H. Energy utilization and microbial reduction in a new film drying system. *Journal of Food Processing Preservation*, v. 27, p. 117-136, 2003a. <https://doi.org/10.1111/j.1745-4549.2003.tb00506.x>

NINDO, C. I.; POWERS, J. R.; TANG, J. Influence of Refractance Window evaporation on quality of juices from small fruits. *LWT - Food Science and Technology*, v. 40, p. 1000-1007, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2006.07.006>

NINDO, C. I.; SUN, T.; WANG, S. W.; TANG, J.; POWERS, J. R. Evaluation of drying technologies for retention of physical quality and antioxidants in asparagus (*Asparagus officinalis*, L.). *LWT - Food Science and Technology*, v. 36(5), p. 507-516, 2003b. [https://doi.org/10.1016/S0023-6438\(03\)00046-X](https://doi.org/10.1016/S0023-6438(03)00046-X)

NINDO, C. I.; TANG, J. Refractance Window dehydration technology: A novel contact drying method. *Drying Technology*, v. 25(1), p. 37-48, 2007. <https://doi.org/10.1080/07373930601152673>

NINDO, C. I.; TANG, J.; POWERS, J. R.; BOLLAND, K. Energy consumption during Refractance Window® evaporation of selected berry juices. *International Journal of Energy Research*, v. 28, p. 1089-1100, 2004. <https://doi.org/10.1002/er.1017>

NOWAK, D.; LEWICKI, P. P. Infrared drying of apple slices. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, v. 5, p. 353-360, 2004. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2004.03.003>

OCHOA-MARTÍNEZ, C. I.; QUINTERO, A. A.; AYALA, M. J.; ORTIZ-JEREZ, M. Drying characteristics of mango slices using the Refractance Window™ technique. *Journal of Food Engineering*, v. 109, p. 69-75, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.09.032>

OLAIZOLA, M. Commercial development of microalgal biotechnology: from the test tube to the marketplace. *Biomolecular Engineering*, v. 20, p. 459-466, 2003. [https://doi.org/10.1016/S1389-0344\(03\)00076-5](https://doi.org/10.1016/S1389-0344(03)00076-5)

OLIVEIRA, E. G.; DUARTE, J. H.; MORAES, K.; CREXI, V. T.; PINTO, L. A. A. Optimization of *Spirulina platensis* convective drying: evaluation of phycocyanin loss and lipid oxidation. *International Journal of Food Science and Technology*, v. 45, p. 1572-1578, 2010. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2010.02299.x>

OLIVEIRA, E. G.; ROSA, G. S.; MORAES, M. A.; PINTO, L. A. A. Characterization of thin layer drying of *Spirulina platensis* utilizing perpendicular air flow. *Bioresource Technology*, v. 100, p. 1297-1303, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2008.05.052>

OLIVEIRA, E. G.; ROSA, G. S.; MORAES, M. A.; PINTO, L. A. A. Phycocyanin content of *Spirulina platensis* dried in spouted bed and thin layer. *Journal of Food Process Engineering*, v. 31, p. 34-50, 2008. <https://doi.org/10.1111/j.1745-4530.2007.00143.x>

ORTIZ-JEREZ, M. J.; GULATI, T.; DATTA, A. K.; OCHOA-MARTÍNEZ, C. I. Quantitative understanding of Refractance WindowTM Drying. *Food and Bioproducts Processing*, v. 95, p. 237-253, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2015.05.010>

ORTIZ-JEREZ, M. J.; OCHOA-MARTÍNEZ, C. I. Heat transfer mechanisms in conductive hydro-drying of pumpkin (*Cucurbita maxima*) pieces, *Drying Technology: An International Journal*, v. 33 (8), p. 965-972, 2015. <https://doi.org/10.1080/07373937.2015.1009538>

OVERHULTS, D. G.; WHITE, G. M.; HAMILTON, H. E.; ROSS, I. J. Drying soybeans with heated air, *Transactions of the ASAE*, v. 16, p. 112-113, 1973. <https://doi.org/10.13031/2013.37459>

PADILLA, R. Y. C. *Produção de Farinha de Banana em Secador Rotativo com Recheio de Inertes*. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia (UFU), Uberlândia-MG, 116 p., 2003.

PAGE, G. E. *Factors influencing the maximum rates of air drying shelled corn in thin-layer*. Purdue University, West Lafayette, IN, USA, 1949.

PALLAI, E.; SZENTMARJAV, T.; MUJUMDAR, A. S. Spouted Bed Drying. Em: MUJUMDAR, A. S., *Handbook of Industrial Drying*, Cap 14, p. 363-385, 3^a Edição, CRC Press - Taylor & Francis Group, Boca Raton-EUA, 2007. <https://doi.org/10.1201/9781420017618.ch14>

PARRY, J. L. Mathematical modeling and computer simulation of heat and mass transfer in agricultural grain drying: A Review. *Journal of Agricultural Engineering Research*, v. 32(1), p. 1-29, 1985. [https://doi.org/10.1016/0021-8634\(85\)90116-7](https://doi.org/10.1016/0021-8634(85)90116-7)

PAVAN, M. A.; SCHMIDT, S. J.; FENG, H. Water sorption behavior and thermal analysis of freeze-dried, Refractance Window-dried and hot-air dried açaí (*Euterpe oleracea Martius*) juice. *LWT - Food Science and Technology*, v. 48, p. 75-81, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2012.02.024>

PELZER, L. E.; GUARDIA, T.; JUAREZ, O. A.; GUERREIRO, E. Acute and chronic anti-inflammatory effects of plant flavonoids, *Farmaco*, v. 53, p. 421-424, 1998. [https://doi.org/10.1016/S0014-827X\(98\)00046-9](https://doi.org/10.1016/S0014-827X(98)00046-9)

PERRY, R. H.; GREEN, D. W. *Perry's Chemical Engineers' Handbook*. McGraw-Hill, 7th Ed. Nova York, Estados Unidos, 1999.

PIETTA, P. G. Flavonoids as antioxidants, *Journal of Natural Products*, v. 63, p. 1035-1042, 2000. <https://doi.org/10.1021/np9904509>

PRICE, K; STORN, R. Differential evolution - a simple evolution strategy for fast optimization. *Dr. Dobb's Journal*, v. 22, p. 18-24, 1997.

RAGHAVI, L. M.; MOSES, J. A.; ANANDHARAMAKRISHNAN, C. Refractance window drying of foods: A review. *Journal of Food Engineering*, v. 222, p. 267-275, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2017.11.032>

RATTI, C.; MUJUMDAR, A. S. Infrared Drying. Em: MUJUMDAR, A. S., *Handbook of Industrial Drying*, Cap 18, p. 423-438, 3^a Edição, CRC Press - Taylor & Francis Group, Boca Raton-EUA, 2007. <https://doi.org/10.1201/9781420017618.ch18>

RIBEIRO, E. P.; SERAVALLI, E. A. G. Química de Alimentos. *Revista Instituto Mauá de Tecnologia*, 2^a Edição, Editora Blucher, 183 p., 2007.

RICE-EVANS, C.; NICOLAS, J.; MILLER, J.; PAGANGA, G. Structure-antioxidant activity relationships of flavonoids and phenolic acids. *Free Radical Biology & Medicine*, v. 20, p. 933-956, 1996. [https://doi.org/10.1016/0891-5849\(95\)02227-9](https://doi.org/10.1016/0891-5849(95)02227-9)

RICHMOND, A. *Handbook of Microalgal Culture: biotechnology and applied phycology*. Oxford: Blackwell Science, 566 p. 2004.

RING, E. F. J. The historical development of temperature measurement in medicine. *Infrared Physics & Technology*, v. 49, p. 297-301, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.infrared.2006.06.029>

RODRIGUES, R. B.; MENEZES, H. C.; CABRAL, L. M. C.; DORNIER, M.; REYNES, M. An Amazonian fruit with a high potential as a natural source of vitamin C: the camu-camu (*Myrciaria dubia*). *Fruits*, v. 56, p. 345-354, 2001. <https://doi.org/10.1051/fruits:2001135>

ROOS, Y. H. Glass transition temperature and its relevance in food processing. *Annual Review of Food Science and Technology*, v. 1, p. 469-496, 2010. <https://doi.org/10.1146/annurev.food.102308.124139>

ROSS, J. A.; KASUM, C. M. Dietary flavonoids: Bioavailability, metabolic effects, and safety. *Annual Reviews of Nutrition*, v. 22, p. 19-34, 2002. <https://doi.org/10.1146/annurev.nutr.22.111401.144957>

SABLANI, S. S.; RAHMAN, M. S. Fundamentals of Food Dehydration. Em: HUI, Y. H.; CLARY, C.; FARID, M. M.; FASINA, O. O.; NOOMHORM, A.; WELTI-CHANES, J. *Food Drying Science and Technology*, Cap. 1, p. 1-42, DEStech Publication, Inc, Lancaster-EUA, 2008.

SANDU, C. Infrared radiative drying in food engineering: a process analysis. *Biotechnology Process*, v. 2(3), p. 109-119, 1986. <https://doi.org/10.1002/btpr.5420020305>

SANTOS, D. A.; BARROZO, M. A. S.; DUARTE, C. R.; WEIGLER, F.; MELLMANN, J. Investigation of particle dynamics in a rotary drum by means of experiments and numerical simulations using DEM. *Advanced Powder Technology*, v. 27, p. 692-703, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.apt.2016.02.027>

SANTOS, M.; JIMÉNEZ, J. J.; BARTOLOMÉ, B.; GÓMEZ-CORDOVÉZ, C.; DEL NOZAL, M. J. Variability of brewers' spent grain within a brewery. *Food Chemistry*, v. 80, p. 17-21, 2003. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(02\)00229-7](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(02)00229-7)

SARADA, R.; PILLAI, M. G.; RAVISHANKAR, G. A. Phycocyanin from *Spirulina sp.*: influence of processing of biomass on phycocyanin yield, analysis of efficacy of extraction methods and stability studies on phycocyanin. *Process Biochemistry*, v. 34, p. 795-801, 1999. [https://doi.org/10.1016/S0032-9592\(98\)00153-8](https://doi.org/10.1016/S0032-9592(98)00153-8)

SCHIFFMANN, R. F. Microwave and Dielectric Drying. Em: MUJUMDAR, A. S., *Handbook of Industrial Drying*, Cap 12, p. 286-305, 3a Edição, CRC Press - Taylor & Francis Group, Boca Raton-EUA, 2007.

SHAHIDI, F.; JANITHA, P. K.; WHANASUNDARA, P. D. Phenolic Antioxidants CRC. *Critical Reviews and Food Science and Nutrition*, Boca Raton, v. 32(1), p. 67-103, 1992. <https://doi.org/10.1080/10408399209527581>

SHOW, K.-Y.; LEE, D.-J.; CHANG, J.-S. Algal biomass dehydration. *Bioresource Technology*, v. 135, p. 720-729, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.08.021>

SILVA, D. O. *Otimização da Separação Sólido-Líquido em Hidrociclos Mediante Modificações Geométricas*. Tese de Doutorado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia (UFU), Uberlândia-MG, 189 p., 2012.

SILVA, D. O.; VIEIRA, L. G. M.; LOBATO, F. S.; BARROZO, M. A. S. Optimization of the design and performance of hydrocyclones by Differential Evolution technique. *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification*, v. 61, p. 1-7, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2012.07.002>

SILVA, J. P. S. *Utilização de Energia Solar para Secagem de Microalgas*. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia (UFU), Uberlândia-MG, 95 p., 2017.

SILVA, M. A.; PINEDO, R. A.; KIECKBUSCH, T. G. Ascorbic Acid Thermal Degradation During Hot Air Drying of CAMU-CAMU (*Myrciaria dubia [H.B.K.] McVaugh*) Slices at Different Air Temperatures. *Drying Technology*, v. 23, p. 2277-2287, 2005. <https://doi.org/10.1080/07373930500212784>

SILVA, M. A.; SOBRAL, P. J. A.; KIECKBUSCH, T. G. State diagrams of freeze-dried camu-camu (*Myrciaria dubia* (HBK) Mc Vaugh) pulp with and without maltodextrin addition. *Journal of Food Engineering*, v. 77, p. 426-432, 2006. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2005.07.009>

SILVA, N. C. *Desidratação de Resíduos de Processamento de Maracujá por Diferentes Metodologias*. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia (UFU), Uberlândia-MG. 163 p., 2015.

SILVA, N. C.; DUARTE, C. R.; BARROZO, M. A. S. Effects of dehydration methods on quality characteristics of yellow passion fruit coproducts. *Journal of The Science of Food and Agriculture*, v. 97, p. 4750-4759, 2017. <https://doi.org/10.1002/jsfa.8344>

SILVA, P. B.; DUARTE, C. R.; BARROZO, M. A. S. Dehydration of acerola (*Malpighia emarginata* D.C.) residue in a new designed rotary dryer: Effect of process variables on main bioactive compounds. *Food and Bioproducts Processing*, v. 98, p. 62-70, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2015.12.008>

SILVEIRA, S. T.; BURKERT, J. F. M.; COSTA, J. A. V.; BURKERT, C. A. V.; KALIL, S. J. Optimization of phycocyanin extraction from *Spirulina platensis* using factorial design. *Bioresource Technology*, v. 98, p. 1629-1634, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2006.05.050>

SINGLETON, V. L.; ROSSI, J. A. Colorimetry of total phenolics with phosphomolibdic phosphotungistic acid reagents. *American Journal of Enology and Viticulture*, v. 16, p. 144-158, 1965.

SOARES, M.; WELTER, L.; KUSKOSK, E. M.; GONZAGA, L.; FEET, R. Compostos fenólicos e antioxidantes da casca de uvas Niágara e Isabel. *Revista Brasileira de Fruticultura*. v. 30, n. 1, p. 59-64, 2008. <https://doi.org/10.1590/S0100-29452008000100013>

SOKHANSANJ, S.; JAYAS, D. S. Drying of Foodstuffs. Em: MUJUMDAR, A. S., *Handbook of Industrial Drying*, Cap 21, p. 522-546, 3a Edição, CRC Press - Taylor & Francis Group, Boca Raton-EUA, 2007.

SOYSAL, Y.; AYHAN, Z.; ESTURK, O.; ARIKAN, M. F. Intermittent microwave-convective drying of red pepper: Drying kinetics, physical (color and texture) and sensory quality. *Biosystems Engineering*, v. 103, p. 455-463, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2009.05.010>

STROEM, L. K.; DESAI, D. K.; HOADLEY, A. F. A. Superheated steam drying of Brewer's spent grain in a rotary drum. *Advanced Power Technology*, v. 20, p. 240-244, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2009.03.009>

STRUMILLO, C.; MARKOWSKI, A.; KAMINSKI, W. Modern developments in drying of pastelike materials. Em: MUJUMDAR, A. S.; *Advances in Drying*, v. 2, Editora McGraw Hill.; Capítulo, 6, p. 193-231, 1983.

TAN, M.; CHUA, K. J.; MUJUMDAR, A. S.; CHOU, S. K. Effect of osmotic pre-treatment and infrared radiation on drying rate and color changes during drying of potato and pineapple. *Drying Technology*, v. 19(9), p. 2193-2207, 2001. <https://doi.org/10.1081/DRT-100107494>

TANG, Z.; CENKOWSKI, S.; IZYDORCZYK, M. Thin-layer drying of spent grains in superheated steam. *Journal of Food Engineering*, v. 67(4), p. 457-465, 2005. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.04.040>

TONON, R. V., BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Anthocyanin stability and antioxidant activity of spray-dried açai (*Euterpe oleracea Mart.*) juice produced with different carrier agents. *Food Research International*, v. 43(3), p. 907-914, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.12.013>

TONTUL, I.; ERGIN, F.; EROGLU, E. KUÇUKÇETIN, K.; TOPUZ, A. Physical and microbiological properties of yoghurt powder produced by refractance window drying. *International Dairy Journal*, v. 85, p. 169-176, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2018.06.002>

VADIVAMBAL, R.; JAYAS, D. S. Non-uniform temperature distribution during microwave heating of food materials - A review. *Food and Bioprocess Technology*, v. 3, p. 161-171, 2010. <https://doi.org/10.1007/s11947-008-0136-0>

VASCO, C. *Phenolic compounds in Ecuadorian fruits*. Tese de Doutorado. Swedish University of Agricultural Sciences. Uppsala, 2009.

VENKATESH, M. S.; RAGHAVAN, G. S. V. An Overview of Microwave Processing and Dielectric Properties of Agrifood Materials. *Biosystems Engineering*, v. 88(1), p. 1-18, 2004. <https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2004.01.007>

VIDIGAL, M. C. T. R.; MINIM, V. P. R.; CARVALHO, N. B.; MILAGRES, M. P.; GONÇALVES, A. C. Effect of health claim on consumer acceptance of exotic Brazilian fruit juices: Açaí (*Euterpe oleracea Mart.*), Camu-camu (*Myrciaria dubia*), Cajá (*Spondias lutea L.*) and Umbu (*Spondias tuberosa Arruda*). *Food Research International*, v. 44, p. 1988-1996, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2010.11.028>

VIEIRA, L. G. M.; SILVÉRIO, B. C.; DAMASCENO, J. J. R.; BARROZO, M. A. S. Performance of hydrocyclones with different geometries, *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, v. 89, p. 655-662, 2011. <https://doi.org/10.1002/cjce.20461>

VONSHAK, A. Outdoor mass production of Spirulina: the basic concept. Em, VONSHAK, A., *Spirulina platensis (Arthrospira): phisiology, cell-biology and biotechnology*. London: Taylor and Francis, p.79-99, 1997.

WANG, W.; ZHOU, W. Characterization of spray-dried soy sauce powders using maltodextrins as carrier. *Journal of Food Engineering*, v. 109, p. 399-405, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.11.012>

ZANATTA, C. F.; CUEVAS, E.; BOBBIO, F. O.; WINTERHALTER, P.; MERCADANTE, A. Z. Determination of Anthocyanins from Camu-camu (*Myrciaria dubia*) by HPLC-PDA, HPLC-MS, and NMR. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 53, p. 9531-9535, 2005. <https://doi.org/10.1021/jf051357v>

ZAPATA, S. M.; DUFOUR, J.-P. Camu-camu *Myrciaria dubia (HBK) McVaugh*: Chemical Composition of Fruit. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, v. 61, p. 349-351, 1993. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2740610310>

ZBICINSKI, I.; JAKOBSEN, A.; DRISCOLL, J. L. Application of infra-red radiation for drying of particulate material. Em: A. S. MUJUMDAR, *Drying 92*, p. 704-711, Amsterdam: Elsevier Science, 1992.

ZHANG, M.; TANG, J.; MUJUMDAR, A. S.; WANG, S. Trends in microwave-related drying of fruits and vegetables. *Trends in Food Science & Technology*, v. 17, p. 524-534, 2006. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2006.04.011>

ZHAO, D.; AN, K.; DING, S.; LIU, XU, Z.; WANG, Z. Two-stage intermittent microwave coupled with hot-air drying of carrot slices: Drying kinetics and physical quality. *Food and Bioprocess Technology*, v. 7(8), p. 2308-2318. 2014. <https://doi.org/10.1007/s11947-014-1274-1>

ZHAOXIA, L.; JINLONG, Y.; DAN, S.; CHENG, D. Techniques optimization of combined enzymatic hydrolysis on brewers' spent grain from Novozymes. *Journal of Life Sciences*, v. 6, p. 1232-1236, 2012.

ZHISHEN, J.; MENGCHENG, T.; JIANMING, W. The determination of flavonoid contents in mulberry and their scavenging effects on superoxide radicals. *Food Chemistry*, v. 64, p. 555-559, 1999. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(98\)00102-2](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(98)00102-2)

ZOTARELLI, M. F.; CARCIOFI, B. A. M.; LAURINDO, J. B. Effect of process variables on the drying rate of mango pulp by Refractance Window. *Food Research International*, v. 69, p. 410-417, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2015.01.013>

ZOTARELLI, M. F.; SILVA, V. M.; DURIGON, A.; HUBINHRT, M. D.; LAURINDO, J. B. Production of mango powder by spray drying and cast-tape drying. *Powder Technology*, v. 305, p. 447-454, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2016.10.027>

APÊNDICES

APÊNDICE A – Cálculo do Grau de Enchimento no SRRI

O grau de Enchimento (E) utilizado nos experimentos do secador rotatório com recheio de inertes (SRRI) foi calculado baseado na densidade e porosidade do leito de inertes, assim como nas dimensões do tambor rotatório. Para tal, usou-se a equação A.1, onde calculava-se a massa m de inertes para um determinado grau de enchimento f desejado, sendo que todos os parâmetros envolvidos foram determinados em metodologia descrita por MACHADO (2016).

$$m = (V_c - V_s) \cdot \rho_s \cdot (1 - \varepsilon) \cdot f \quad (\text{A.1})$$

Onde:

V_c : volume do tambor

V_s : volume total dos suspensores

ρ_s : densidade dos sólidos

ε : porosidade do leito

O volume do tambor e suspensores (V_c e V_s) foi calculado baseado na geometria dos mesmos. A densidade dos sólidos inertes (ρ_s) foi calculada através da relação entre a massa de esferas inertes e o volume de água deslocado pelas mesmas em uma proveta graduada, previamente cheia com água. Já a porosidade do leito (ε) foi obtida diretamente através da equação A.2. Conhecidas a massa (m_s) e densidade (ρ_s) das esferas, as mesmas foram colocadas em um recipiente cilíndrico de diâmetro de 19 cm, cujo nível do topo da camada foi marcado. Água foi adicionada até atingir o limite demarcado pelo topo do leito, sendo assim, o volume V_f determinado e a porosidade, então, calculada.

$$\varepsilon = \frac{V_f}{V_f + \frac{m_s}{\rho_s}} \quad (\text{A.2})$$

APÊNDICE B – Parâmetros de Simulação Computacional do SRRI em DEM

A simulação numérica da dinâmica dos inertes dentro do secador rotatório com recheio de inertes (SRRI) foi realizada usando o método dos elementos discretos (DEM), através do qual cada partícula foi identificada individualmente e considerou-se suas interações partícula-partícula e partícula-parede do secador (SANTOS et al., 2015).

Basicamente, o procedimento de cálculo do DEM envolve dois princípios: a Segunda Lei de Newton (Equação A3 e A4) e a Força de Deslocamento. A Segunda Lei de Newton descreve a trajetória e posição de cada partícula, levando em conta as forças que atuam sobre as mesmas, as quais são quantificadas pela Força de Deslocamento (DI RENZO & DI MAIO, 2004).

$$m_i \frac{dv_i}{dt} = \sum_j (F_{ij}^n + F_{ij}^t) + m_i g \quad (\text{A.3})$$

$$I_i \frac{d\omega_i}{dt} = \sum_j (R_i \times F_{ij}^t) + \tau_{rij} \quad (\text{A.4})$$

Onde m_i , v_i , I_i , ω_i and R_i são a massa, velocidade linear, momento de inércia, velocidade angular e raio da partícula i . Os termos F_{ij}^n , F_{ij}^t e τ_{rij} são as forças normais, tangenciais e o torque entre as partículas i e j .

Nesse estudo, a força de deslocamento foi dada pelo modelo não-linear de Hertz-Mindlin (DI RENZO & DI MAIO, 2004) representado pelas equações A.4 e A.5

$$F_n = \frac{4}{3} E^* \sqrt{R^*} \delta_n^{3/2} \quad (\text{A.4})$$

Onde F_n é a força normal, δ_n é o *overlap* normal, R^* é o raio de contato equivalente e E^* é o modelo de Young equivalente.

$$F_t = -8G^* \delta_t \sqrt{R^* \delta_n} \quad (\text{A.5})$$

Onde F_t é a força tangencial, δ_t é o *overlap* tangencial e G^* é o modulo *shear* equivalente.

Os parâmetros de entrada usados na simulação DEM são apresentados na Tabela A1. O grau de Enchimento (E) e a velocidade de Rotação (R) foram variados conforme a Tabela A2, usando os mesmos níveis do planejamento experimental (Tabela 3.4) e experimentos extras (Tabela 4.7), o que totalizou onze simulações. Em cada caso simulado foram quantificados os números de colisões entre as partículas com o tempo.

Tabela A1 – Parâmetros de entrada do DEM

Parâmetro	Valor
Coeficiente de restituição	0,90
Coeficiente de fricção estática	0,80
Coeficiente de fricção em movimento	0,01
Razão de Poisson	0,20
Módulo de Young (N/m ²)	2×10^6
<i>Time-step</i> do DEM (s)	3×10^{-4}
Tempo real de simulação (s)	15

Tabela A2 – Condições de Simulação

Simulação	Enchimento (E) (%)	Rotação (R) (RPM)
1	15,0	40,0
2	15,0	60,0
3	27,0	40,0
4	27,0	60,0
5	21,0	50,0
6	12,1	50,0
7	29,9	50,0
8	21,0	35,2
9	21,0	64,8
10	29,9	64,8
11	27,9	66,0

APÊNDICE C – Resultados obtidos para os Compostos Bioativos

A-C.1 - SECAGEM DA *SPIRULINA PLATENSIS*

TPC : mg ácido gálico / 100 g amostra seca

TFC : mg rutina / 100 g amostra seca

ATT : mg ácido cítrico / 100 g amostra seca

TF : g ficocianina / 100 g amostra seca

<i>REFRACTANCE WINDOW (RW) - Preliminares</i>				
Experimentos	TPC	TFC	ATT	TF
60°C	182,95 (± 12,68)	4,62 (± 0,33)	3304,90 (± 165,24)	13,21 (± 0,31)
70°C	399,64 (± 25,16)	7,00 (± 0,46)	4430,90 (± 206,09)	6,13 (± 0,20)
80°C	418,82 (± 13,70)	5,84 (± 0,46)	2817,91 (± 181,80)	4,18 (± 0,29)

<i>REFRACTANCE WINDOW (RW) - PCC</i>				
Experimentos	TPC	TFC	ATT	TF
1	170,00 (± 13,70)	3,22 (± 0,22)	2402,31 (± 120,11)	10,47 (± 0,26)
2	339,64 (± 11,15)	4,76 (± 0,28)	4827,82 (± 359,35)	9,92 (± 0,05)
3	329,35 (± 8,75)	5,50 (± 0,22)	2756,16 (± 137,81)	6,10 (± 0,19)
4	289,04 (± 16,09)	3,67 (± 0,17)	3356,35 (± 231,47)	5,26 (± 0,05)
5	163,73 (± 10,50)	3,21 (± 0,25)	2922,45 (± 230,08)	9,01 (± 0,03)
6	388,16 (± 31,02)	5,43 (± 0,47)	2873,77 (± 143,69)	3,59 (± 0,03)
7	290,76 (± 11,08)	4,13 (± 0,30)	3701,10 (± 185,05)	10,09 (± 0,06)
8	436,63 (± 11,74)	7,61 (± 0,30)	3945,80 (± 297,14)	5,87 (± 0,08)
9	308,66 (± 18,98)	5,05 (± 0,39)	4602,86 (± 230,14)	7,65 (± 0,26)
10	345,36 (± 28,86)	5,57 (± 0,39)	4404,91 (± 293,44)	8,52 (± 0,03)

SECADOR ROTATÓRIO COM RECHEIO DE INERTES (SRRI)				
Experimentos	TPC	TFC	ATT	TF
1	244,60 (± 7,37)	4,64 (± 0,30)	1619,99 (± 81,00)	11,19 (± 0,01)
2	225,31 (± 10,14)	8,12 (± 0,54)	1632,70 (± 81,63)	13,64 (± 0,13)
3	222,35 (± 7,48)	8,04 (± 0,47)	2144,73 (± 107,24)	13,36 (± 0,13)
4	259,15 (± 21,57)	4,90 (± 0,43)	1555,06 (± 77,75)	10,98 (± 0,05)
5	230,78 (± 16,10)	5,83 (± 0,56)	1846,04 (± 92,30)	12,84 (± 0,08)
6	229,47 (± 5,79)	5,17 (± 0,42)	1849,09 (± 92,45)	13,85 (± 0,04)
7	260,06 (± 13,19)	7,41 (± 0,65)	2070,67 (± 103,53)	11,10 (± 0,08)
8	261,98 (± 5,27)	4,93 (± 0,28)	1951,90 (± 97,59)	11,65 (± 0,15)
9	281,41 (± 8,35)	7,26 (± 0,30)	1259,58 (± 62,98)	7,26 (± 0,03)
10	335,09 (± 9,56)	5,26 (± 0,29)	1374,57 (± 68,73)	7,73 (± 0,04)
11	232,57 (± 2,04)	8,16 (± 0,52)	1619,02 (± 80,95)	6,82 (± 0,38)
12	270,31 (± 20,24)	6,67 (± 0,34)	1600,32 (± 80,02)	8,50 (± 0,02)
13	257,98 (± 9,82)	4,46 (± 0,28)	1601,18 (± 80,06)	7,49 (± 0,34)
14	299,84 (± 22,61)	7,63 (± 0,55)	1575,19 (± 78,76)	8,23 (± 0,05)
15	255,54 (± 18,93)	7,81 (± 0,61)	1368,84 (± 68,44)	8,34 (± 0,10)
16	246,33 (± 7,07)	7,49 (± 0,43)	1585,00 (± 79,25)	8,17 (± 0,04)
17	233,03 (± 16,77)	5,27 (± 0,39)	1721,22 (± 86,06)	13,25 (± 0,14)
18	396,78 (± 20,96)	5,02 (± 0,38)	1249,3742 (± 62,47)	6,56 (± 0,25)
19	243,49 (± 15,63)	6,41 (± 0,40)	1858,35 (± 92,92)	13,29 (± 0,02)
20	284,61 (± 8,97)	8,33 (± 0,63)	2753,92 (± 137,70)	9,48 (± 0,04)
21	400,12 (± 19,81)	5,79 (± 0,42)	2172,42 (± 108,62)	8,98 (± 0,05)
22	330,94 (± 13,25)	5,81 (± 0,54)	2270,43 (± 113,52)	9,74 (± 0,05)
23	364,73 (± 16,74)	8,13 (± 0,42)	2184,58 (± 109,23)	9,31 (± 0,01)
24	361,11 (± 6,54)	6,02 (± 0,60)	1716,76 (± 85,84)	9,31 (± 0,09)

25	376,98 (\pm 20,08)	6,77 (\pm 0,56)	1702,15 (\pm 85,11)	8,59 (\pm 0,03)
26	433,38 (\pm 36,24)	7,00 (\pm 0,63)	2204,79 (\pm 110,24)	9,59 (\pm 0,11)
A	247,74 (\pm 19,86)	8,69 (\pm 0,61)	1672,55 (\pm 83,63)	12,75 (\pm 0,12)
B	350,50 (\pm 26,54)	9,39 (\pm 0,25)	1493,16 (\pm 74,66)	10,50 (\pm 0,11)
C	305,79 (\pm 10,45)	7,54 (\pm 0,59)	1758,24 (\pm 87,11)	10,30 (\pm 0,24)
D	305,90 (\pm 23,40)	6,48 (\pm 0,60)	2087,72 (\pm 104,31)	10,31 (\pm 0,07)
ED	217,88 (\pm 9,55)	4,47 (\pm 0,19)	1859,10 (\pm 92,96)	13,06 (\pm 0,02)

INFRAVERMELHO

Experimentos	TPC	TFC	ATT	AA
65°C	319,22 (± 14,71)	3,55 (± 0,24)	3639,80 (± 92,80)	5,81 (± 0,21)
80°C	265,86 (± 17,01)	3,29 (± 0,36)	3329,60 (± 96,51)	3,82 (± 0,21)
95°C	269,52 (± 10,38)	2,50 (± 0,27)	2535,34 (± 135,75)	2,69 (± 0,18)
110 °C	209,81 (± 10,23)	2,35 (± 0,29)	2094,41 (± 95,38)	2,62 (± 0,21)

SECAGEM INTERMITENTE POR INFRAVERMELHO

Experimentos	TPC	TFC	TA	TF
1	125,01 (± 6,87)	2,70 (± 0,22)	2259,45 (± 112,97)	5,78 (± 0,17)
2	145,76 (± 11,69)	3,51 (± 0,24)	2172,64 (± 108,63)	4,87 (± 0,12)
3	138,82 (± 7,16)	3,81 (± 0,38)	2074,60 (± 103,73)	6,63 (± 0,19)
4	270,49 (± 16,36)	5,31 (± 0,28)	2514,44 (± 125,72)	5,49 (± 0,19)
5	224,45 (± 20,80)	4,59 (± 0,47)	2632,76 (± 131,64)	4,89 (± 0,19)
6	185,11 (± 14,64)	3,24 (± 0,29)	2011,78 (± 100,59)	5,57 (± 0,12)
7	196,51 (± 12,01)	3,85 (± 0,31)	2610,50 (± 130,52)	6,10 (± 0,22)
8	284,81 (± 18,15)	4,60 (± 0,40)	2822,08 (± 141,10)	7,17 (± 0,18)
9	284,87 (± 21,77)	4,03 (± 0,29)	3336,64 (± 166,83)	5,44 (± 0,26)
10	423,67 (± 11,31)	6,08 (± 0,47)	3801,76 (± 190,09)	5,91 (± 0,25)

MICRO-ONDAS				
Experimentos	TPC	TFC	TA	TF
200 W	163,08 (± 13,07)	4,70 (± 0,19)	1698,53 (± 119,85)	5,53 (± 0,25)
280 W	168,93 (± 8,21)	4,03 (± 0,35)	1095,16 (± 100,59)	4,41 (± 0,34)
480 W	162,17 (± 10,08)	4,15 (± 0,37)	946,37 (± 94,35)	4,94 (± 0,27)
600 W	144,42 (± 7,35)	4,14 (± 0,36)	1185,56 (± 118,33)	5,30 (± 0,25)
800 W	152,74 (± 10,26)	4,02 (± 0,25)	940,81 (± 94,18)	6,19 (± 0,30)

SECAGEM INTERMITENTE POR MICRO-ONDAS				
Experimentos	TPC	TFC	TA	AA
1	132,65 (± 6,44)	3,30 (± 0,22)	1039,53 (± 81,98)	4,93 (± 0,21)
2	157,67 (± 7,81)	3,77 (± 0,29)	506,51 (± 55,33)	5,97 (± 0,19)
3	183,98 (± 14,45)	5,50 (± 0,55)	744,72 (± 67,24)	5,19 (± 0,15)
4	147,75 (± 11,24)	3,85 (± 0,30)	1034,55 (± 81,73)	6,64 (± 0,21)
5	126,03 (± 9,99)	3,00 (± 0,26)	849,26 (± 72,46)	6,01 (± 0,13)
6	287,27 (± 17,72)	4,11 (± 0,34)	572,95 (± 58,65)	4,79 (± 0,20)
7	257,34 (± 11,66)	3,10 (± 0,27)	652,45 (± 62,62)	4,81 (± 0,17)
8	289,58 (± 22,88)	4,89 (± 0,36)	693,19 (± 64,66)	4,24 (± 0,16)
9	125,85 (± 9,79)	4,07 (± 0,22)	1171,52 (± 88,58)	4,90 (± 0,18)
10	281,43 (± 14,45)	4,31 (± 0,22)	764,43 (± 68,22)	4,58 (± 0,18)

A-C.2 - SECAGEM DO CAMU-CAMU

TPC : mg ácido gálico / 100 g amostra seca

TFC : mg rutina / 100 g amostra seca

ATT : mg ácido cítrico / 100 g amostra seca

AA : mg ácido ascórbico / 100 g amostra seca

SECADOR ROTATÓRIO COM RECHEIO DE INERTES (SRRI)				
Experimentos	TPC	TFC	ATT	AA
M1	346,98 (± 17,00)	3,20 (± 0,13)	11105,95 (± 555,30)	245,13 (± 8,31)
M2	503,51 (± 4,57)	3,97 (± 0,12)	14337,20 (± 716,86)	159,53 (± 7,98)
M3	566,22 (± 19,84)	3,36 (± 0,13)	14161,19 (± 395,61)	240,96 (± 12,05)
M4	615,33 (± 6,86)	2,82 (± 0,15)	15061,64 (± 753,08)	284,69 (± 14,23)
M5	512,92 (± 24,94)	2,38 (± 0,10)	14952,66 (± 563,02)	359,95 (± 16,85)
T1	566,22 (± 19,84)	3,36 (± 0,13)	14161,19 (± 395,61)	240,96 (± 12,05)
T2	598,66 (± 20,12)	2,84 (± 0,11)	15029,19 (± 751,46)	224,89 (± 11,24)
T3	545,77 (± 31,55)	2,96 (± 0,15)	14178,84 (± 708,94)	143,05 (± 9,23)
E1	559,75 (± 25,68)	2,47 (± 0,09)	14325,21 (± 716,26)	211,35 (± 10,57)
E2	598,66 (± 20,12)	2,84 (± 0,11)	15029,19 (± 751,46)	224,89 (± 11,24)
E3	733,49 (± 32,36)	3,11 (± 0,17)	14631,33 (± 395,97)	262,47 (± 13,12)
R1	576,00 (± 24,07)	2,95 (± 0,19)	15207,34 (± 393,13)	223,38 (± 11,17)
R2	598,66 (± 20,12)	2,84 (± 0,11)	15029,19 (± 751,46)	224,89 (± 11,24)
R3	555,70 (± 17,28)	2,95 (± 0,17)	14726,69 (± 392,42)	148,65 (± 7,43)

A-C.3 - SECAGEM DO BAGAÇO DE MALTE

TPC : mg ácido gálico / 100 g amostra seca

TFC : mg rutina / 100 g amostra seca

ATT : mg ácido cítrico / 100 g amostra seca

AA : mg ácido ascórbico / 100 g amostra seca

<i>REFRACTANCE WINDOW (RW) - Preliminares</i>				
Experimentos	TPC	TFC	ATT	AA
60°C	59,69 (± 4,96)	1,72 (± 0,17)	256,00 (± 11,80)	5,68 (± 0,28)
70°C	58,18 (± 3,13)	1,59 (± 0,11)	249,49 (± 12,47)	4,15 (± 0,21)
80°C	68,45 (± 6,18)	1,77 (± 0,15)	245,75 (± 12,29)	3,64 (± 0,18)

<i>REFRACTANCE WINDOW (RW) - PCC</i>				
Experimentos	TPC	TFC	ATT	AA
1	80,74 (± 4,31)	1,47 (± 0,10)	235,22 (± 11,76)	4,71 (± 0,24)
2	68,76 (± 6,10)	1,56 (± 0,09)	351,59 (± 17,58)	6,34 (± 0,32)
3	65,27 (± 4,22)	1,61 (± 0,11)	291,96 (± 14,60)	6,02 (± 0,30)
4	77,99 (± 6,88)	1,76 (± 0,12)	283,21 (± 14,16)	5,84 (± 0,29)
5	65,82 (± 2,61)	1,39 (± 0,07)	270,73 (± 13,54)	5,58 (± 0,28)
6	68,11 (± 3,66)	1,39 (± 0,10)	361,16 (± 18,06)	6,27 (± 0,31)
7	66,02 (± 2,56)	1,55 (± 0,11)	238,66 (± 11,93)	4,10 (± 0,20)
8	75,55 (± 3,03)	1,76 (± 0,13)	288,93 (± 14,44)	5,46 (± 0,27)
9	85,49 (± 5,81)	1,75 (± 0,14)	383,26 (± 19,16)	6,14 (± 0,31)
10	84,03 (± 7,40)	1,69 (± 0,11)	363,30 (± 16,15)	6,32 (± 0,32)

APÊNDICE D – Reologia dos materiais secos em SRRI

A reologia é o estudo do comportamento mecânico de escoamento dos fluidos devido a ação de tensões, sob determinadas condições, ao longo de um intervalo de tempo (FAGUNDES, 2015; LIMAVERDE JR, 2000). Uma vez que os materiais utilizados na secagem em Secador Rotatório com Recheio de Inertes (SRRI), a microalga *Spirulina platensis* e a polpa de camu-camu, se apresentavam na forma de pastas de certa fluidez, optou-se por avaliar seu comportamento reológico de forma a identificar algum comportamento ou alteração que complementasse os resultados obtidos. Assim, neste Apêndice, são apresentados a metodologia e resultados obtidos na análise reológica desses dois materiais.

A-D.1 – Microalga *Spirulina platensis*

A reologia da microalga Spirulina, expressa pelo seu comportamento de tensão cisalhante em relação à taxa de deformação (MACHADO, 2002), foi avaliada em um reômetro da fabricante Brookfield, modelo DV2T, com acoplamento para amostras pequenas e conectado a um banho termostatizado. A geometria de fluxo utilizada foi a cone-placa. Os ensaios foram realizados com um *spindle* da Brookfield, modelo SC4-34, de diâmetro 9,39 mm. As amostras foram submetidas à diferentes taxas de deformação, variando entre 5 e 25 s⁻¹, por tempos determinados. Os resultados obtidos foram analisados pelo software Rheocalc®, que permitiu tanto obter os gráficos reológicos, quanto a viscosidade em função da taxa de deformação.

O comportamento tensão vs deformação obtido para a Spirulina em diferentes condições é apresentado na Figura A1.

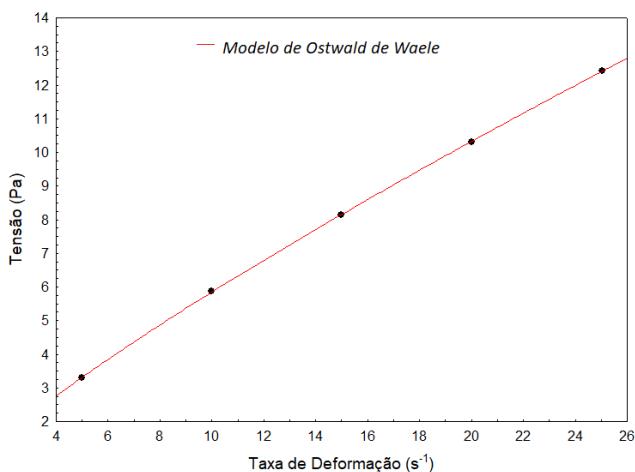


Figura A1 – Comportamento tensão vs deformação da microalga *Spirulina platensis*

De acordo com o modelo de Ostwald de Waele ou Power-Law, bastante utilizado no estudo reológico de fluidos variados (CHHABRA & RICHARDSON, 2008; FAGUNDES, 2015), a microalga se classificou como um fluido pseudoplástico, cujos parâmetros e detalhes sobre o modelo são apresentados na Tabela A3.

Tabela A3 – Parâmetros do modelo reológico de Ostwald de Waele para a *Spirulina platensis*

MODELO DE OSTWALD DE WAELE → $\tau = \mu_0 \cdot d^n$	
Onde τ = tensão cisalhante (Pa) ; μ_0 =viscosidade aparente (Pa.s) ; d = taxa de deformação (s^{-1}) e n = índice de comportamento do fluido, onde: Para n > 1 : fluido dilatante ; n < 1 : fluido pseudoplástico ; n = 1 : fluido Newtoniano	
Parâmetro	Valor
μ_0	0,8850 ($\pm 0,0099$)
N	0,8201 ($\pm 0,0038$)
R^2	0,9999

Em um fluido pseudoplástico, a viscosidade tende a se reduzir com o aumento da tensão aplicada, fazendo com que o fluido tenha maior fluidez (CHHABRA & RICHARDSON, 2008; FAGUNDES, 2015). Como pôde-se observar nos resultados obtidos na Figura A2, é exatamente tal comportamento que a Spirulina exibe, apresentando uma viscosidade inicial de cerca de 660 cP a qual se reduz para valores inferiores a 500 cP na taxa de deformação máxima avaliada. Tal comportamento é interessante para a secagem em SRRI pois implica que o material ao ser submetido à condições elevadas de tensão e deformação, seja provocadas por altas rotações e/ou alta frequência de impacto dos inertes (vinculada a quantidade dos mesmos – fator de Enchimento), pode se tornar mais fluido e logo escorrer pelos inertes mais facilmente, reduzindo o Rendimento de Secagem, como relatado por Burjaili (1996).

Apesar de outras variáveis como a velocidade do ar de secagem, Temperatura e Intermitênciam também influenciarem nos resultados de Rendimento, como já relatado na Seção 4.1.4.2, tal comportamento reológico da microalga pode justificar o fato de tanto Enchimento como Rotação apresentarem um comportamento não-linear, onde possuem um valor limite de operação onde o Rendimento é máximo e acima do mesmo os resultados obtidos começam a decrescer.

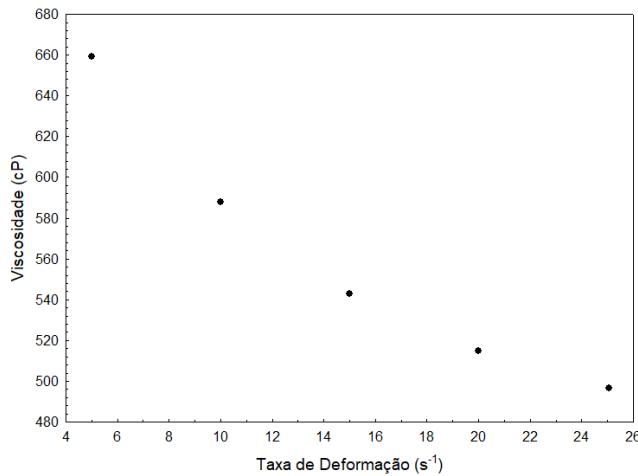


Figura A2 – Viscosidade *vs* deformação da microalga *Spirulina platensis*

A-D.2 – Camu-camu

A polpa do camu-camu, devido sua maior heterogeneidade em relação a microalga, teve seu comportamento reológico avaliado em um reômetro da fabricante Brookfield, modelo R/S-Plus, com acoplamento para amostras pequenas e conectado a um banho termostatizado. A geometria de fluxo utilizada foi do tipo cônica-concêntrica e os ensaios foram realizados com um *spindle* Brookfield, modelo CC40. Taxas de deformação entre 100 e 1000 s^{-1} foram aplicadas sobre as amostras, por tempos determinados. Os resultados obtidos foram analisados pelo software Rheo3000®.

O gráfico de tensão *vs* deformação obtido para a polpa de camu-camu é apresentado na Figura A3.

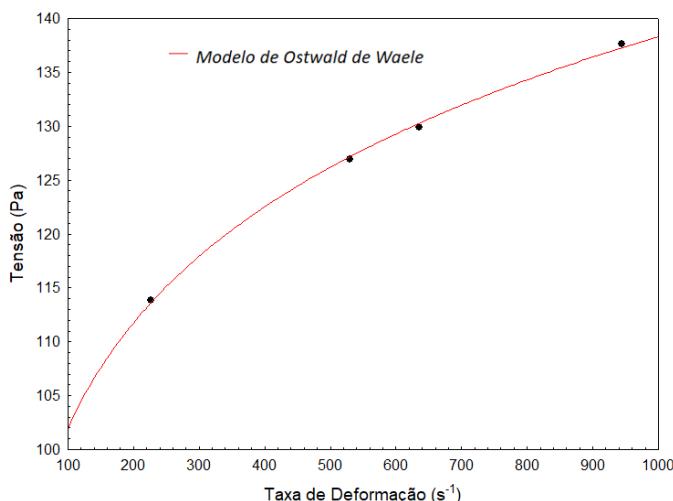


Figura A3 – Comportamento tensão *vs* deformação da polpa de camu-camu

A polpa de camu-camu, assim como observado para a microalga, também se classificou com um fluido pseudoplástico, conforme parâmetros do modelo de Ostwald de Waele, apresentados na Tabela A4.

Tabela A4 – Parâmetros do modelo reológico de Ostwald de Waele para o camu-camu

MODELO DE OSTWALD DE WAELE → $\tau = \mu_0 \cdot d^n$	
Onde τ = tensão cisalhante (Pa) ; μ_0 = viscosidade aparente (Pa.s) ; d = taxa de deformação (s^{-1}) e n = índice de comportamento do fluido, onde: Para $n > 1$: fluido dilatante ; $n < 1$: fluido pseudoplástico ; $n = 1$: fluido Newtoniano	
Parâmetro	Valor
μ_0	0,5543 ($\pm 0,0110$)
N	0,1324 ($\pm 0,0032$)
R^2	0,9989

Dessa forma a polpa de camu-camu, ao se comportar como um fluido pseudoplástico, também reduz sua viscosidade com o aumento da taxa de deformação. Tal redução ainda foi mais considerável que a observada na Spirulina, já que dentro da faixa de taxa de deformação avaliada, a viscosidade se reduziu de cerca de 750 cP até 100 cP. Assim, a queda nos valores de Rendimento observada em altas condições de Rotação e Enchimento (Seção 4.2.2.2) pode ter sido provocada também por essa maior fluidez que o material apresenta em condições de altas tensões e deformações, além das outras variáveis analisadas.

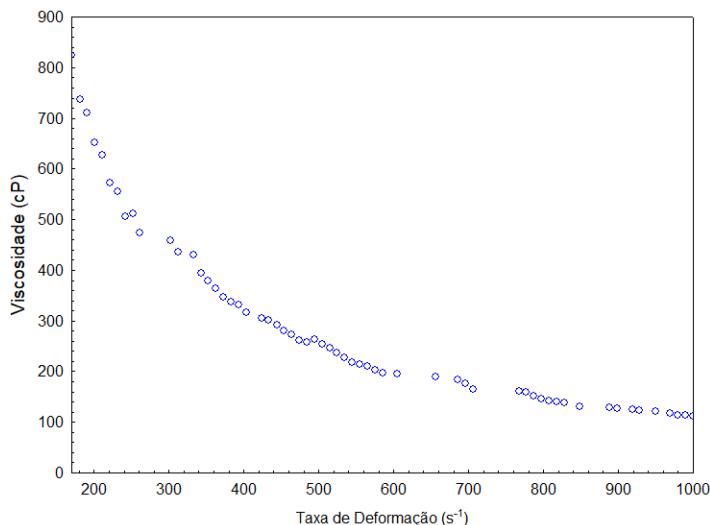


Figura A4 – Viscosidade vs deformação da polpa de camu-camu

Uma vez que a presença da maltodextrina impactou nos resultados obtidos (Seção 4.2.2.2), avaliou-se os efeitos da mesma na viscosidade da polpa, como apresentado na Figura A5. Verificou-se que há um aumento considerável da viscosidade do material quando 10% de maltodextrina são adicionados, a qual tende a se reduzir conforme a concentração do agente carreador aumenta. Nas concentrações de 15% e 20%, as quais apresentaram os melhores valores de Rendimento (52,32% e 52,08% - Tabela 4.15) a viscosidade se manteve praticamente a mesma da polpa sem maltodextrina. Entretanto, quando utilizou-se 30% de maltodextrina, a viscosidade decresceu, e devido ao aumento da fluidez da polpa, o Rendimento também (46,73%), confirmando os efeitos negativos do excesso desse agente carreador na secagem em SRRI.

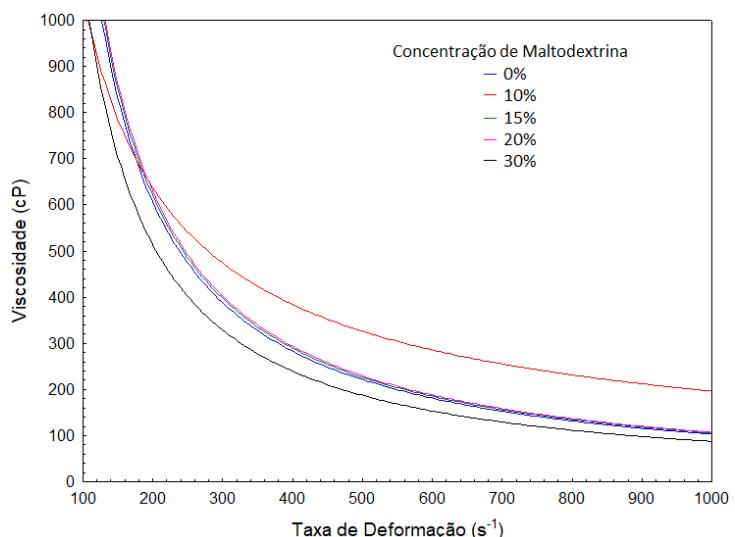


Figura A5 – Efeito de diferentes concentrações de maltodextrina na viscosidade da polpa de camu-camu

De maneira geral, o estudo reológico dos materiais a serem submetidos no SRRI é uma fonte de informações importantes para estudo e análise, auxiliando na discussão e detalhamento do comportamento e funcionamento desse secador e deve ser sempre verificado de modo a complementar os resultados obtidos.