



## **AGLOMERAÇÃO DE PROTEÍNAS VEGETAIS EM LEITO FLUIDIZADO: MONITORAMENTO E ANÁLISE DOS PARÂMETROS DE PROCESSO**

LARISSA C. C. de ALMEIDA, LUCIANE F. G. de SOUZA, HUGO S. B. GONÇALVES  
MARCELLO NITZ, KACIANE ANDREOLA\*

Instituto Mauá de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química e de Alimentos  
\*e-mail: kaciane.andreola@maua.br

**RESUMO** - A aglomeração em leito fluidizado é utilizada para melhorar as propriedades físicas de pós. O objetivo desse trabalho foi estudar o processo de aglomeração de proteínas vegetais em leito fluidizado monitorando em tempo real variáveis críticas do processo, a fim de explicar e melhor compreender a influência dessas variáveis no desempenho do processo e na qualidade do pó aglomerado. O monitoramento em tempo real da umidade relativa do ar na saída do leito possibilitou um melhor entendimento dos fenômenos que ocorrem durante o processo. Alta vazão de ligante aliada à baixa temperatura do ar resultou na predominância do período de umedecimento das partículas, proporcionando maior rendimento, porém um pó com umidade superior ao aceitável ( $\leq 10\%$ ). As condições do ensaio 4 ( $T=85\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $Q=3,5\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ) e do ponto central ( $T=75\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $Q=3,0\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ) foram consideradas as melhores em relação ao rendimento do processo e às propriedades físicas dos pós, dentre os ensaios que resultaram em pós com umidade aceitável. Os pós aglomerados apresentaram melhor fluidez, menor tempo de molhamento e maior tamanho de partículas em relação à matéria-prima, indicando que a polpa de açaí atuou de forma satisfatória como ligante.

### **INTRODUÇÃO**

Nos últimos anos, o Brasil sofreu grandes transformações socioeconômicas e culturais, impulsionando o consumo de produtos alimentícios de fácil preparo. Essas mudanças nos hábitos alimentares estão relacionadas com os elevados índices de sobrepeso e obesidade e com a crescente ocorrência de doenças crônicas não transmissíveis (DCNT), tais como câncer, diabetes, osteoporose, doenças cardiovasculares e respiratórias (Brasil, 2014; WHO, 2018).

A adoção de uma dieta a base de vegetais tem sido associada a diversos benefícios para a saúde humana. Entretanto, há uma preocupação em relação à ingestão proteica (Pedro, 2010), sendo que, para garantir que se tenha a ingestão correta de aminoácidos essenciais, consumidores tem focado no consumo de proteínas em diversas formas, como barras de

proteínas e pós de suplementação. As proteínas vegetais vêm se destacando na formulação de novos produtos por apresentarem propriedades nutracêuticas, nutritivas e funcionais, com destaque para proteínas do arroz e da ervilha (Saunders, 1990; Do Carmo *et al.*, 2016), que são hipoalergênicas (Helm e Burks, 1996; Krefiting *et al.*, 2017). O aumento no consumo das proteínas de ervilha e arroz está atrelado aos seus benefícios à saúde, uma vez que seu consumo está relacionado com a redução do risco de doenças como câncer, Alzheimer, colesterol alto, hipertensão e diabetes (Shoji *et al.*, 2001; Han *et al.*, 2015; Krefiting *et al.*, 2017).

As proteínas de ervilha e de arroz possuem em sua composição os nove aminoácidos essenciais que o organismo humano não é capaz de sintetizar, mas que são necessários para o seu funcionamento. A proteína de ervilha possui alta quantidade de lisina, mas baixa quantidade de metionina

(Boye *et al.*, 2010). Já a proteína de arroz contém grande quantidade de metionina e pouca quantidade de lisina (Juliano, 1993). Com isso, a mistura dessas proteínas em proporções corretas assegura a quantidade recomendada pela FAO (2011) de todos os aminoácidos essenciais recomendados na dieta (Pietrysiaka *et al.*, 2018).

A maioria dos pós proteicos comerciais de arroz e de ervilha apresentam partículas finas e coesivas com baixa molhabilidade e dispersão em líquidos, baixa fluidez, dificuldade de manipulação e formação de poeira, o que dificulta o seu uso em aplicações industriais e domésticas (Andreola, 2017). O processo de aglomeração é uma alternativa para melhorar a qualidade desses pós, visto que esse processo proporciona o aumento do tamanho das partículas e mudanças em suas propriedades físicas (Knight, 2001).

Por proporcionarem altas taxas de transferência de massa e calor, leitos fluidizados são amplamente utilizados em processo de aglomeração (Kunii e Levenspiel, 1991), além de possibilitarem a ocorrência simultânea de umedecimento e secagem no mesmo equipamento (Litster e Ennis, 2004). Na aglomeração em leito fluidizado, um líquido ligante é atomizado sobre partículas sólidas movimentadas por ar quente. As partículas umedecidas colidem umas com as outras formando pontes líquidas que são secas pelo ar quente originando as pontes sólidas, promovendo assim o aumento do tamanho das partículas (Turchiuli *et al.*, 2005).

O monitoramento em tempo real de variáveis críticas do processo de aglomeração, tais como umidade relativa e temperatura do ar na entrada e saída do leito, umidade do material e tamanho das partículas é interessante, pois fornece informações relevantes sobre os fenômenos que ocorrem durante o processo (Andreola, 2017). Além disso, o monitoramento dessas variáveis possibilita a obtenção da estabilidade do regime de fluidização, assegurando alta reprodutibilidade na qualidade do produto, melhorias em aspectos de segurança do processo, redução do número de falhas nas bateladas e economia de energia e mão-de-obra, além de impedir a defluidização do leito, que pode levar ao seu colapso total (Silva, 2014). O desafio do processo de

aglomeração em leito fluidizado consiste em aplicar o ligante de maneira uniforme e secar o sólido a uma taxa adequada, de modo a encontrar um equilíbrio entre umedecimento e secagem, de modo a evitar tanto a elutrição das partículas quanto a defluidização do leito.

Na aglomeração de pós proteicos é desejável o uso de um ligante que não altere a composição estritamente proteica desses pós e que contribua para o seu valor nutricional. A polpa de açaí possui um alto valor nutricional e energético, além de ser rica em compostos bioativos, como ênfase para as antocianinas, que são antioxidantes naturais benéficos à saúde (Rogez, 2000). Desse modo, o uso dessa polpa como ligante na aglomeração de pós proteicos pode agregar valor nutricional e funcional aos pós aglomerados.

O objetivo deste trabalho foi estudar o processo de aglomeração de proteínas vegetais em leito fluidizado monitorando em tempo real variáveis críticas do processo, a fim de explicar e melhor compreender a influência dessas variáveis no desempenho do processo e na qualidade do pó aglomerado.

## MATERIAIS E MÉTODOS

### Matéria-Prima

Um *blend* de proteínas vegetais em pó foi utilizado como matéria-prima do processo de aglomeração. O *blend* foi preparado com proteína isolada de ervilha (Pea Unique 86, Pevesa Biotech, Espanha) e proteína concentrada de arroz (Rice Standard 80, Wuxi Jinnong Biotechnology Co., Ltd, China). A proteína concentrada de arroz utilizada contém 23,8 mg/g de lisina e 59,0 mg/g de leucina, quantidades inferiores às recomendadas pela FAO (2011), que são de 48 mg/g e 61 mg/g, respectivamente. Por sua vez, na proteína de ervilha, as quantidades de cisteína e metionina (17,9 mg/g) são abaixo da recomendação da FAO (2011), que é 23 mg/g. Portanto, para garantir as quantidades de cisteína e metionina, lisina e leucina recomendadas pela FAO (2011), foi preparado um *blend* de proteínas misturando a proteína isolada de ervilha e a proteína concentrada de arroz na proporção de 2:1, visto que essa proporção fornece a quantidade adequada de todos os aminoácidos

essenciais atendendo as recomendações da FAO (2011).

Polpa de açaí (Açaí Rio Negro) produzida e envasada pela empresa Xingu Fruit Polpas de Frutas Indústria e Comércio LTDA (Castanhal, PA) e distribuída pela empresa Demarchi (Jundiaí, SP) foi utilizada como ligante. A polpa foi utilizada em temperatura ambiente ( $\pm 25$  °C) sem diluição. O teor de sólidos totais da polpa de açaí foi definido, com base no resultado de umidade, a fim de classificá-la de acordo com a legislação vigente para os padrões de identidade e qualidade. A classificação engloba três tipos distintos: açaí grosso ou especial (tipo A), que é a polpa extraída com adição de água e filtração, apresentando acima de 14 % de sólidos totais e uma aparência muito densa; açaí médio ou regular (tipo B), que é a polpa extraída com adição de água e filtração, apresentando acima de 11 % à 14% de sólidos totais e uma aparência densa e o açaí fino ou popular (tipo C), que é a polpa extraída com adição de água e filtração, apresentando de 8 % à 11% de sólidos totais e uma aparência pouco densa (BRASIL, 2000).

### Sistema Experimental

A aglomeração foi realizada em leito fluidizado (Zelus, LF-50). As partículas elutriadas são coletadas por um ciclone. Um compressor radial (IBRAM, modelo CR6) conectado a um inversor de frequência (WEG, modelo CFW300) fornece o ar de fluidização, que é aquecido por resistência elétrica controlada por regulador PID (Novus, N1100). Uma bomba peristáltica (Masterflex L/S 07551-20) transporta o ligante até um bico aspersor do tipo duplo fluido. Duas termoresistências do tipo Pt-100 (Novus, Miami, EUA) foram utilizadas para monitorar a temperatura no interior do leito. Dois termohigrômetros RHT-XS (Novus, Miami, EUA) foram utilizados para monitorar a umidade relativa do ar na entrada e saída do leito. Os sensores são conectados a um sistema de aquisição de dados composto por uma placa NI cDAQ-9172 (*National Instruments<sup>TM</sup>*), a qual registra e coleta os dados a cada segundo, a uma taxa de amostragem de 1 Hz. A interface entre o processo e placa de aquisição de dados é feita por meio do software LabVIEW 2017 (*Laboratory Virtual Instrument Engineering*

*Workbench, National Instruments<sup>TM</sup>*) e de um instrumento virtual, utilizando um computador (Intel® Core™ i5). Detalhes do sistema experimental são descritos em Custodio *et al.* (2020).

### Ensaio De Aglomeração – Planejamento Experimental

Os ensaios de aglomeração foram realizados de acordo com um planejamento composto central rotacional (PCCR), com triplicata no ponto central, totalizando 11 experimentos. As variáveis de entrada estudadas foram a temperatura do ar de fluidização ( $T$ ,  $X_1$ ) e vazão de atomização do ligante ( $Q$ ,  $X_2$ ). As variáveis massa de material (0,405 kg), pressão de atomização (10 psi), quantidade de ligante (200 mL) e altura do bico aspersor em relação à base do leito (0,22 m) foram mantidas em valores fixos. A vazão do ar de fluidização iniciou em  $10 \text{ N}\cdot\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$  e foi aumentada, a cada 10 minutos, em incremento de  $9 \text{ N}\cdot\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$  até atingir, aproximadamente,  $38 \text{ N}\cdot\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$ . Como respostas do planejamento foram analisadas a umidade do pó aglomerado ( $U$ ), a mediana do tamanho das partículas ( $D_{50}$ ) e o rendimento do processo ( $\eta$ ). As variáveis de entrada, com seus respectivos valores reais e codificados, são apresentadas na Tabela 1. O estudo do efeito das variáveis sobre as respostas foi realizado com auxílio do software Statistica® 10.0, considerando nível de confiança de 95 %.

Tabela 1: Variáveis operacionais e níveis do PCCR.

Variáveis reais	Níveis				
	-1,41	-1	0	1	1,41
T	60,9	65	75	85	89,1
Q	2,295	2,5	3,0	3,5	3,705

T: temperatura do ar de fluidização (°C); Q: vazão de atomização do ligante ( $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$ )

Para cada variável de resposta foi proposto um modelo matemático. Buscou-se o modelo mais adequado, ou seja, aquele em que o valor do  $R^2$  ajustado atingiu seu valor máximo com a eliminação dos fatores não significativos. A significância estatística dos modelos e a qualidade do ajuste foram determinadas pela

análise de variância (ANOVA), realizando-se o teste F de Fischer. De acordo com esse teste, para um modelo ser considerado significativo, o valor de  $F_{R,r}$  calculado para verificar a significância da regressão deve ser maior do que o valor de F tabelado. Para o modelo ser considerado preditivo, o valor de  $F_{raj,ep}$  calculado para verificar a falta de ajuste deve apresentar um valor menor que o valor de F tabelado. Também, foram avaliados os coeficientes de correlação ( $R^2$ ) de cada modelo, sendo que valores próximos a unidade são considerados satisfatórios.

### Rendimento Do Processo

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

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

A massa de sólidos adicionada ao leito ( $m_i$ ) é composta pela massa de proteínas e a massa de sólidos do ligante (polpa de açaí). A massa de sólidos remanescente no leito ao final dos experimentos ( $m_f$ ) refere-se à massa inicial adicionada ao leito excluindo-se a massa de material elutriado ( $m_e$ ), a massa de material incrustada nas paredes do leito ( $m_{inc}$ ) e a massa de torrões obtidos ao final do processo ( $m_t$ ). Ao final de cada experimento, o pó obtido foi passado por uma peneira de *mesh* 18 (abertura de 1 mm). As partículas maiores que esse tamanho foram denominadas como torrões, o que foi definido com base em Andreola (2017).

### Caracterização Dos Pós

A caracterização dos pós foi realizada por meio de análises de umidade, tamanho das partículas, fluidez, tempo de molhamento e cor, em triplicata.

A umidade (U % b.u.) foi determinada com o auxílio de um analisador de umidade com aquecimento por lâmpada de halogênio (Shimadzu Corporation, MOC63u). Foi estipulado como aceitável um teor de umidade final do pó aglomerado igual ou inferior a 10 % (b.u.). Esse valor foi escolhido com base no limite máximo de umidade dos pós proteicos, de acordo com a ficha técnica do fabricante, a

fim de assegurar o armazenamento seguro do produto. A mediana do tamanho das partículas ( $D_{50}$ ) foi obtida por difração a laser (Bettersizer S3 Plus, Bettersizer Instruments, China) via úmida, utilizando álcool isopropílico como meio líquido. O nível de fluidez foi obtido pelo índice de Hausner (HR) e pelo índice de compressibilidade de Carr (IC) (Turchiuli *et al.*, 2005). As partículas foram classificadas em relação ao escoamento, em categorias segundo a Farmacopeia Americana (USP 37, 2014). O tempo necessário para submersão completa de todas as partículas do pó após serem colocadas sobre a superfície de um líquido é denominado de tempo de molhamento. O teste de tempo de molhamento foi realizado conforme descrito em Custodio *et al.* (2020), com o auxílio de um dispositivo semelhante ao utilizado por Andreola *et al.* (2018).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A matéria-prima (*blend* de proteínas vegetais) apresentou umidade de  $6,17 \pm 0,08$  % (b.u.) e mediana do tamanho das partículas  $D_{50}$  de  $71,9 \mu\text{m} \pm 0,2 \mu\text{m}$ . A umidade da polpa de açaí foi de  $89,93 \pm 0,19$  % (b.u.), sendo o teor de sólidos totais de 10,07 %. Com isso, a polpa de açaí utilizada no presente trabalho pode ser classificada como açaí fino ou popular (tipo C).

Os resultados de umidade do pó aglomerado (U), mediana do tamanho das partículas ( $D_{50}$ ) e rendimento do processo constam na Tabela 2.

Pelos resultados da Tabela 2, observa-se que a umidade do pó aglomerado variou de 5,8 % a 17,0 % (b.u.), a mediana do tamanho das partículas variou entre  $143,1 \mu\text{m}$  e  $191,8 \mu\text{m}$  e o rendimento do processo variou entre 26,5 % e 58,7 %. Apenas as condições dos ensaios 2, 5 e 8 resultaram em pós com umidade superior ao valor aceitável ( $\leq 10$  %), demonstrando que altas vazões de ligante ( $3,0 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ,  $3,5 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$  e  $3,705 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ) aliadas a baixas temperaturas ( $65^\circ\text{C}$ ,  $60,9^\circ\text{C}$  e  $75^\circ\text{C}$ ) resultaram em pós com maior umidade. No entanto, as condições dos ensaios 2 e 8 proporcionaram os maiores valores de rendimento. Durante o processo, a maior perda de material ocorreu devido ao arraste de partículas para o ciclone, que foi a principal causa do decréscimo no rendimento.

Tabela 2: Matriz de planejamento do PCCR e resultados das respostas.

Ensaio	T (°C)	Q (mL·min <sup>-1</sup> )	U (%)	D <sub>50</sub> (µm)	η (%)
1	65 (-1)	2,5 (-1)	7,61 ± 0,05	143,1	44,0
2	65 (-1)	3,5 (+1)	17,02 ± 0,06	164,3	56,8
3	85 (+1)	2,5 (-1)	5,93 ± 0,11	181,0	26,5
4	85 (+1)	3,5 (+1)	9,32 ± 0,10	168,3	54,5
5	60,9 (-1,41)	3,0 (0)	13,56 ± 0,08	161,7	51,7
6	89,1 (+1,41)	3,0 (0)	5,77 ± 0,05	191,8	33,3
7	75 (0)	2,295 (-1,41)	5,92 ± 0,08	181,1	29,4
8	75 (0)	3,705 (+1,41)	15,08 ± 0,12	174,1	58,7
9	75 (0)	3,0 (0)	8,54 ± 0,03	172,2	47,2
10	75 (0)	3,0 (0)	7,50 ± 0,05	178,1	44,5
11	75 (0)	3,0 (0)	7,91 ± 0,15	171,4	44,4

Baixas vazões de ligante proporcionam menor umidade no interior do leito e um regime de fluidização intenso, aumentando a taxa de secagem. Com isso, a superfície das partículas pode não estar suficientemente molhada, já que a secagem pode ter ocorrido antes do ligante entrar em contato com o pó. Tais condições, dificultam a formação de pontes líquidas e, portanto, a formação dos grânulos. Como resultado, ocorre o arraste excessivo de finos para o ciclone, implicando em menores rendimentos e em pós mais secos. Tal constatação também foi observada por Custodio *et al.* (2020), que estudaram a aglomeração do *blend* de proteínas utilizado neste trabalho com o mesmo ligante. Os autores reportaram valores de rendimento entre 56,0 % e 82,2%, utilizando temperatura do ar de fluidização entre 65 °C e 85 °C e vazão do ar de atomização entre 1,5 e 2,5 mL·min<sup>-1</sup>.

Contudo, verifica-se que a maioria dos valores de rendimento foi superior a 40,0 %, o que é satisfatório na aglomeração de pós finos. As perdas de material por arraste podem ser contidas por meio da instalação de filtros manga suspensos no canal de escoamento do gás, como utilizado por Burggraeve *et al.*

(2010) na aglomeração de partículas de dextrose e amido de milho em leito fluidizado, o que é comumente empregado em processos industriais.

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

Ainda, pelos resultados da Tabela 2, observa-se que todas as condições proporcionaram o aumento no tamanho das partículas, sendo de no mínimo 2 vezes maior que o tamanho inicial da matéria-prima, mostrando que a polpa de açaí atuou de forma satisfatória como ligante. Pelos resultados dos ensaios 9, 10 e 11 verifica-se que houve boa reprodutibilidade nos ensaios do ponto central, uma vez que as respostas estudadas apresentaram valores próximos.

## Planejamento Experimental - Análise Estatística

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

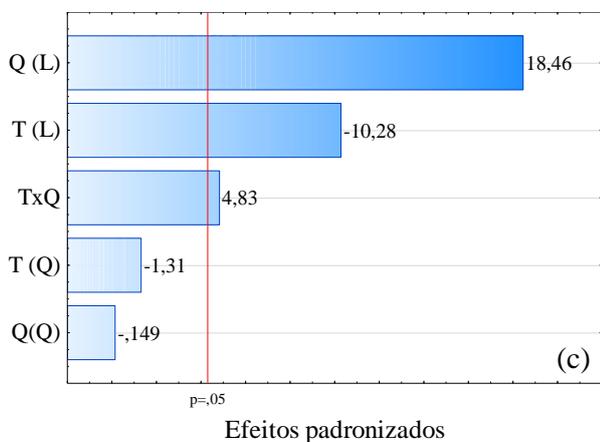
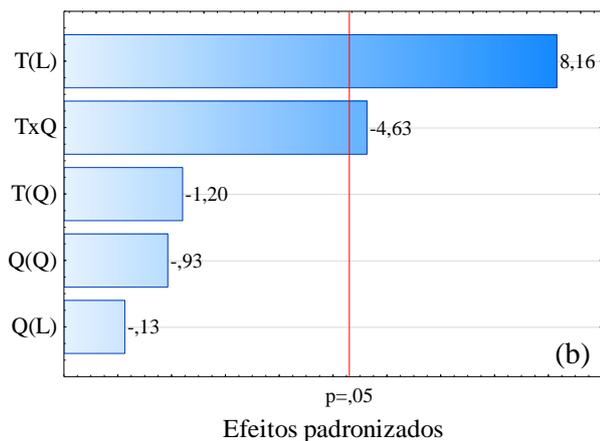
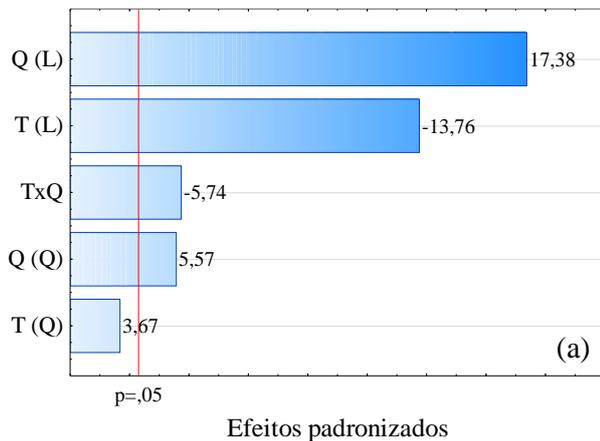


Figura 1: Gráficos de Pareto para: (a) umidade, (b) mediana do tamanho e (c) rendimento.

Pela Figura 1 observa-se que ambas as variáveis estudadas (T e Q) influenciaram significativamente as respostas U,  $D_{50}$  e  $\eta$ .

Verifica-se ainda que o efeito linear da temperatura do ar, o efeito linear e quadrático da vazão de ligante e a interação entre essas variáveis apresentaram efeitos estatisticamente significativos para a umidade do pó, Figura 1 (a).

Para o tamanho das partículas, Figura 1 (b) a temperatura do ar e a interação entre a temperatura e a vazão do ligante foram as variáveis que apresentaram efeito significativo.

No que se refere ao rendimento, Figura 1 (c), os efeitos lineares da temperatura do ar e da vazão de ligante e a interação entre essas variáveis foram estatisticamente significativos para essa resposta.

Também, é possível notar que a vazão de ligante foi a variável com maior influência tanto sobre a umidade do pó quanto sobre o rendimento, o que é representado pelo maior valor absoluto do seu efeito. O efeito linear positivo dessa variável sobre essas respostas, indica que o aumento da vazão resulta em maiores rendimentos e em pós mais úmidos. Já para o tamanho das partículas, o efeito linear positivo da temperatura do ar indica que o aumento dessa variável resulta em maiores valores de tamanho.

Na Tabela 3 constam os valores calculados e tabelados do parâmetro F de Fisher ( $p \leq 0,05$ ).

Tabela 3: Valores de F de Fisher para regressão, resíduos, falta de ajuste e erro puro ( $p \leq 0,05$ ).

Variável resposta	$F_{R,r}$		$F_{aj,ep}$		$R^2$
	Calc.	Tab.	Calc.	Tab.	
U	164,96	5,05	0,47	19,16	0,994
$D_{50}$	10,95	4,46	5,03	19,32	0,732
$\eta$	90,83	4,53	1,45	19,25	0,984

Calc.: calculado, Tab.: tabelado

Pelos resultados da Tabela 3, verifica-se que para a regressão,  $F_{calculado} > F_{tabelado}$  o que atesta que os modelos são significativos. Para a falta de ajuste, constata-se que  $F_{calculado} <$

$F_{\text{tabelado}}$  o que satisfaz a condição para os modelos serem preditivos. Portanto, as equações desses modelos podem ser consideradas significativas e usadas para fins preditivos.

Os coeficientes de correlação ( $R^2$ ), que representam o ajuste do modelo aos dados experimentais, foram de 99,4 %, 73,2 % e 98,4 % para a umidade (U), mediana do tamanho ( $D_{50}$ ) e rendimento ( $\eta$ ), respectivamente.

As Equações 2, 3 e 4 representam os modelos para U (umidade),  $D_{50}$  (mediana do tamanho) e  $\eta$  (rendimento), respectivamente.

$$U = 7,98 - 2,55x_1 + 3,22x_2 + 0,81x_1^2 + 1,23x_2^2 - 1,50x_1x_2 \quad (2)$$

$$D_{50} = 171,55 + 10,57x_1 - 8,57x_1x_2 \quad (3)$$

$$\eta = 45,25 - 5,73x_1 + 10,28x_2 - 0,84x_1^2 + 3,80x_1x_2 \quad (4)$$

Na Figura 2 são apresentadas as superfícies de resposta obtidas para a umidade, mediana do tamanho e rendimento.

Observa-se pela Figura 2 (c) que maiores vazões de ligante favorecem o rendimento do processo. Contudo, vazões de ligante elevadas, para temperaturas abaixo de 75 °C, resultam em valores de umidade acima do requerido, conforme pode ser visto na Figura 2 (a). Vazões abaixo da região do ponto central proporcionam pós com umidade aceitável ( $\leq 10$  %). Contudo, essas condições resultam nos menores valores de rendimento, principalmente quando aliada a alta temperatura.

Em relação ao tamanho das partículas, Figura 2 (b), verifica-se que altas temperaturas e baixas vazões resultam em maiores valores de  $D_{50}$ . Porém, essas condições proporcionaram os menores rendimentos.

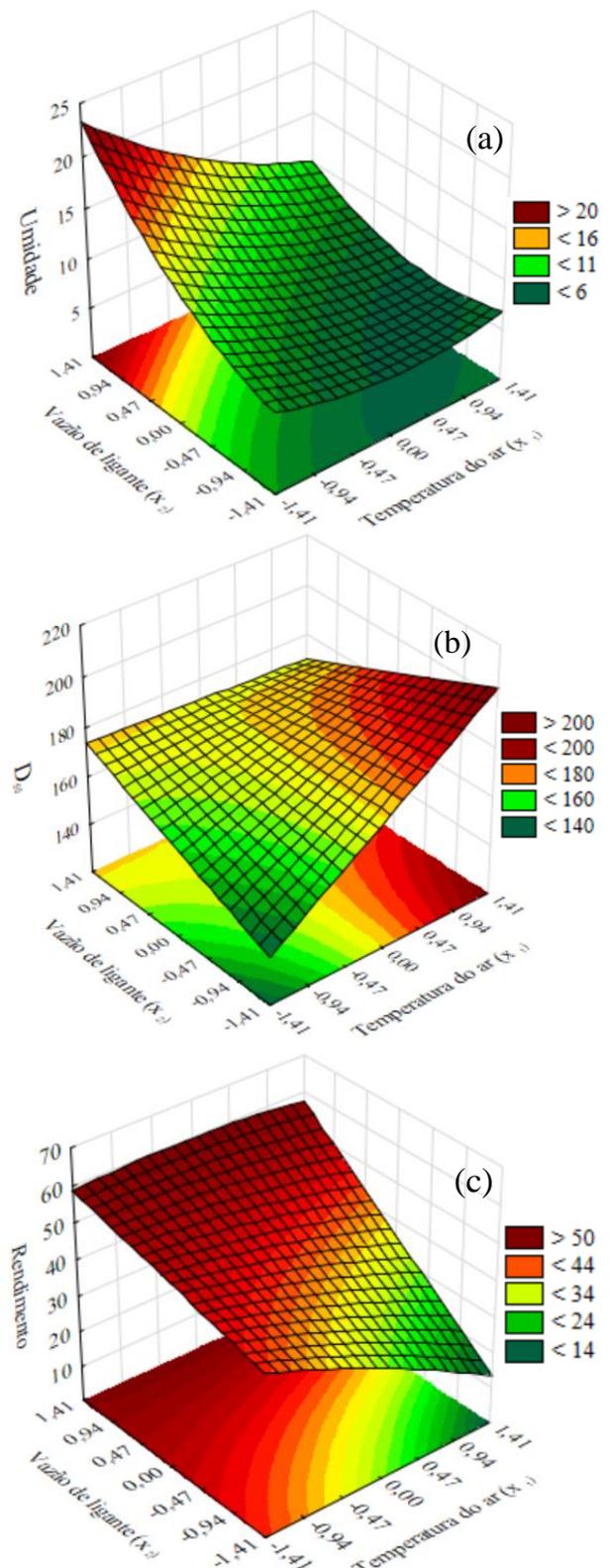


Figura 2: Superfícies de resposta para: (a) umidade, (b)  $D_{50}$  e (c) rendimento.

### Monitoramento Das Variáveis De Processo

Os resultados de umidade, tamanho e rendimento podem ser melhor compreendidos pela análise da influência das variáveis (T e Q) sobre a evolução da umidade relativa do ar na

saída do leito (Figura 3a) e sobre a evolução da umidade das partículas, avaliada a cada 10 minutos durante o processo (Figura 2b), para os ensaios 1 a 4. A umidade relativa do ar de entrada para os ensaios 1, 2, 3 e 4 foi em média 50,2 %, 77,4 %, 43,4 % e 57,2 %, respectivamente.

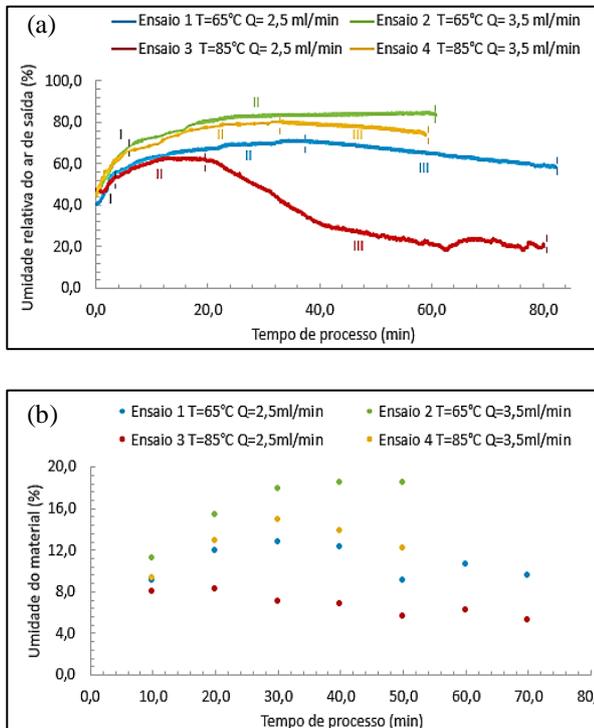


Figura 3: Evolução da: (a) umidade relativa do ar na saída do leito e (b) umidade do material.

O monitoramento da umidade relativa do ar na saída do leito e da umidade do material permitiu a identificação de três períodos distintos durante a aglomeração. No primeiro período (I), ocorre a rápida ascensão da umidade do ar devido ao umedecimento das partículas. Como a duração desse período é pequena em relação aos demais, provavelmente ocorreu pouca modificação no tamanho das partículas, predominando o fenômeno de nucleação. No segundo período (II), a umidade do ar atinge os maiores valores e permanece praticamente estável, apresentando um lento aumento com o tempo. A maior duração desse período, sob condições mais úmidas em relação ao primeiro, possivelmente possibilita um maior crescimento das partículas e a predominância dos fenômenos de coalescência e consolidação. No terceiro período (III), há uma redução significativa da umidade do ar, o que favorece a secagem das partículas, podendo

ocorrer a redução de tamanho devido à quebra dos grânulos e a elutriação.

Pela Figura 3 (a) é possível observar que as condições do ensaio 2 resultaram apenas nos períodos I e II, já que por ser uma condição úmida (menor temperatura do ar e maior vazão de ligante), esse ensaio não apresentou o período III, no qual a secagem predomina sobre o umedecimento das partículas. Como resultado, obteve-se um pó com maior umidade do que os demais (Figura 3b). Já as condições do ensaio 3, apesar de proporcionarem os três períodos, o período em que predomina a secagem (período III) iniciou antes do que nos demais ensaios e apresentou maior duração, resultado do uso de maior temperatura do ar e menor vazão de ligante, o que levou a uma maior taxa de secagem e, conseqüentemente, em um pó com menor umidade que os demais, Figura 3 (b).

Ao comparar os ensaios 1 e 2 observa-se que maior vazão de ligante (ensaio 2) resultou em maior umidade do ar, Figura 3 (a), e em maiores valores de umidade do pó, Figura 3 (b). A predominância de altos valores da umidade do ar durante todo o processo, favorece a coalescência entre partículas e consolidação, propiciando o crescimento das partículas e evitando a perda de finos por arraste, o que resultou em maior rendimento ( $\eta = 57\%$ ). No entanto, nessa condição, a umidade do material foi superior a umidade desejada. Já no ensaio 1, a umidade relativa do ar foi menor e o tempo de processo foi maior, devido ao uso de baixa vazão de ligante, levando a uma maior duração do período III, em que a secagem prevalece sobre o umedecimento, favorecendo o atrito e, conseqüentemente, a quebra e elutriação das partículas, resultando em menor rendimento ( $\eta = 45\%$ ) e em menores valores de umidade do material ao longo do processo. Comportamento semelhante é observado ao comparar os ensaios 3 e 4, Figura 3 (a). Menor vazão de ligante aliada à maior temperatura do ar (ensaio 3) favoreceu a secagem, o que levou à predominância do período III, resultando em menor rendimento ( $\eta = 26\%$ ) em relação ao ensaio 4 ( $\eta = 54\%$ ), no qual foram observados os três períodos, com predominância do período II. Esses ensaios resultaram em partículas com a mesma fluidez, porém com tempo de molhamento distintos, sendo o tempo de

molhamento do ensaio 3 menor do que do ensaio 4. Esse resultado pode ser explicado pelo fato de que pó obtido no ensaio 3 apresentou menor umidade e maior tamanho. Além disso, como essa condição resultou no menor rendimento, possivelmente esse pó é mais homogêneo, favorecendo o molhamento.

### Caracterização Dos Pós

Os resultados de índice de Hausner (IH), índice de Carr (IC) nível de fluidez e tempo de molhamento ( $t_m$ ) para a matéria-prima e pós aglomerados são apresentados na Tabela 4. Pelos resultados observa-se que a aglomeração proporcionou pós com melhor fluidez e molhabilidade. Para a maioria dos pós aglomerados, o nível de fluidez foi alterado de “muito ruim” para “tolerável”, exceto para os ensaios 2 e 8, que resultaram em pós com fluidez “ruim”, o que pode ser atribuído aos altos valores de umidade desses pós ( $U_2 = 17,02\%$ ;  $U_8 = 15,08\%$ ). Em relação ao tempo

de molhamento, verifica-se que esse tempo foi de 214,70 s para a matéria-prima, enquanto para os pós aglomerados o tempo de molhamento variou entre 43,20 s e 139,50 s. Esses resultados demonstram uma redução de 36 % a 80 % do tempo de molhamento dos pós aglomerados, em relação à matéria-prima. O pó aglomerado com menor redução do tempo de molhamento foi obtido no ensaio 4, levando cerca de 136 segundos para sua imersão, enquanto o pó aglomerado que apresentou maior redução (ensaio 6) levou cerca de 43 s. Dacanal e Menegalli (2010) estudaram a aglomeração de proteína isolada de soja e reportaram um valor de 4,0 s para o pó aglomerado na melhor condição de processo, sendo que o pó inicial apresentou tempo de molhamento maior que 5 min. Custodio *et al.* (2020) também observaram a redução do tempo de molhamento para o *blend* de proteínas vegetais estudado neste trabalho, de 206 s do pó inicial para 32,7 s e 137 s para o pó aglomerado.

Tabela 4: Valores de IH, IC, nível de fluidez e tempo de molhamento.

Ensaio	IH	IC	Nível de Fluidez	$t_m$ (s)
Matéria-prima	1,35 ± 0,05	26,8 ± 1,40	Muito Ruim	214,70 ± 0,80
1	1,26 ± 0,01	20,66 ± 0,42	Tolerável	123,25 ± 0,35
2	1,39 ± 0,02	28,23 ± 1,22	Ruim	55,97 ± 2,16
3	1,29 ± 0,01	22,55 ± 0,80	Tolerável	71,60 ± 0,10
4	1,31 ± 0,02	23,41 ± 0,32	Tolerável	139,50 ± 1,13
5	1,33 ± 0,04	24,64 ± 0,14	Tolerável	82,50 ± 0,42
6	1,26 ± 0,01	20,61 ± 0,83	Tolerável	43,20 ± 2,83
7	1,30 ± 0,01	22,79 ± 0,12	Tolerável	89,50 ± 2,19
8	1,35 ± 0,05	25,71 ± 0,50	Ruim	59,85 ± 3,18
9	1,29 ± 0,02	22,63 ± 1,11	Tolerável	104,95 ± 4,31
10	1,29 ± 0,03	22,50 ± 2,02	Tolerável	75,43 ± 4,84
11	1,33 ± 0,03	24,56 ± 0,60	Tolerável	111,70 ± 2,00

## CONCLUSÕES

A aglomeração do *blend* de proteínas vegetais em leite fluidizado utilizando polpa de açaí como ligante proporcionou o aumento do tamanho das partículas, resultando na melhora das propriedades físicas dos pós. Esse resultado indica que a polpa de açaí demonstrou ser um potencial ligante para a aglomeração de proteínas vegetais, viabilizando o uso desses pós em aplicações industriais e domésticas.

A análise estatística dos resultados mostrou que a vazão de ligante foi a variável operacional com maior efeito sobre a umidade do pó aglomerado e rendimento do processo, enquanto a temperatura do ar foi a variável com maior influência no tamanho das partículas. Com o monitoramento da umidade relativa do ar na saída do leite e da umidade do material foi possível concluir que alta vazão de ligante aliada à baixa temperatura do ar resultou na predominância do período II, em que predominam os fenômenos de coalescência e consolidação, acarretando maior rendimento. No entanto, essa condição resultou em um pó com umidade superior ao desejado.

Dentro do domínio experimental estudado, a condição do ensaio 4 ( $T = 85\text{ °C}$  e  $Q = 3,5\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$ ) foi considerada a melhor condição no que se refere ao processo, uma vez que resultou em um dos maiores valores de rendimento e em um pó com umidade aceitável ( $\leq 10\%$ ). Já a condição do ponto central ( $T = 75\text{ °C}$  e  $Q = 3,0\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$ ) foi considerada a melhor em relação as propriedades físicas do pó, visto que resultou em uma melhora considerável em relação da fluidez e a molhabilidade, resultando também em um rendimento consideravelmente alto (média de  $45\%$ ) e em um pó com umidade aceitável (média de  $7,98\%$ ). Essa condição resultou em um pó aglomerado com mediana do tamanho de partícula ( $D_{50}$ ) de 2,4 vezes maior que o tamanho do pó inicial. O pó proteico obtido alia praticidade no preparo e consumo com qualidade nutricional e benefícios à saúde, com elevado potencial para a aplicação no desenvolvimento de produtos funcionais e formulações hipoalergênicas.

## AGRADECIMENTOS

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

## REFERÊNCIAS

- ANDREOLA, K. (2017), Aglomeração de proteína concentrada de arroz em leite fluidizado: monitoramento in-line do tamanho das partículas. FEQ/UNICAMP - Campinas - SP, 281p. (tese de Doutorado).
- ANDREOLA, K.; SILVA, C.A.M. TARANTO, O.P. (2018), Agglomeration process of rice protein concentrate using glucomannan as binder: in-line monitoring of particle size, Chemical Engineering Research and Design, Vol 135, p. 37-51.
- BOYE, J.; ZARE, F.; PLETCH, A. (2010), Pulse proteins: Processing, characterization, functional properties and applications in food and feed, Food Research International, Vol 43, p. 414-431.
- BRASIL (2000), Instrução Normativa nº 1, de 7 de janeiro de 2000. Aprova o Regulamento Técnico Geral para fixação dos Padrões de Identidade e Qualidade para Polpa de Fruta (e Suco de Fruta). Brasília: Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, 26p.
- BRASIL (2014), Guia alimentar para a população brasileira. Brasília: Ministério da Saúde, Secretaria de Atenção à Saúde, Departamento de Atenção Básica, 2. ed., 156p.
- BURGGRAEVE, A.; VAN DEN KERKHOFF, T.; HELLINGS, M.; REMON, J. P.; VERVAET, C.; DE BEER, T. (2010), Evaluation of in-line spatial filter velocimetry as PAT monitoring tool for particle growth during fluid bed granulation, European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics, Vol. 76, p. 138-146.
- CUSTODIO, G.R.; SOUZA, L.F.G; NITZ, M.; ANDREOLA, K. (2020), A protein powder agglomeration process using açaí

- pulp as the binder: An analysis of the process parameters, *Advanced Powder Technology*, Vol 31, p. 3551-3561.
- DACANAL, G. C.; MENEGALLI, F. C. (2010), Selection of operational parameters for the production of instant soy protein isolate by pulsed fluid bed agglomeration. *Powder Technology*, Vol 203, p. 565-573.
- SILVA, C.A.M.; BUTZGE, J.J.; NITZ, M.; TARANTO, O.P. (2014), Monitoring and control of coating and granulation processes in fluidized beds – A review, *Advanced Powder Technology*, Vol 25, p.195-210.
- DO CARMO, C.S.; NUNES, A.N.; SILVA, I.; MAIA, C.; POEJO, J.; FERREIRA-DIAS, S.; NOGUEIRA, I.; BRONZE, R.; DUARTE, C.M.M. (2016), Formulation of pea protein for increased satiety and improved foaming properties, *RSC Advances*, Vol 6, p. 6048-6057.
- FAO (2011), Dietary protein quality evaluation in human nutrition, Report of an FAO Expert Consultation, FAO Food and Nutrition Paper, Vol 92, p.1-66.
- HAN, S.; CHEE, K.; CHO, S. (2015), Nutritional quality of rice bran protein in comparison to animal and vegetable protein, *Food Chemistry*, Vol 172, p. 766-769.
- HELM, R.M.; BURKS, A.W. (1996), Hypoallergenicity of rice protein, *Cereal Foods World*, Vol 41, p. 839-842.
- JULIANO, B.O. (1993), Rice in human nutrition, FAO, Rome.
- KNIGHT, P.C. (2001), Structuring agglomerated products for improved performance, *Powder Technology*, Vol 119, p.14-25.
- KREFTING, J. (2017), The Appeal of Pea Protein. *Journal of Renal Nutrition*, Vol 27, p.31-33.
- KUNIL, D.; LEVENSPIEL, O. (1991), Fluidization Engineering, John Wiley, New York.
- LITSTER, J.; ENNIS, B. (2004), The Science and Engineering of Granulation Processes, Kluwer Academic Publishers, Netherlands.
- PEDRO, N. (2010), Dieta vegetariana – factos e contradições, *Medicina Interna*, Vol 17, 173-178.
- PIETRYSIACA, E.; SMITH, D.M.; SMITH, B.M.; GANJYAL, G.M. (2018), Enhanced functionality of pea-rice protein isolate blends through direct steam injection processing, *Food Chemistry*, Vol 243, p.338-344.
- ROGEZ, H. (2000), Açai: Preparo, Composição e Melhoramento da Conservação. Ed. Universidade Federal do Pará, Belém.
- SAUNDERS, R.M. (1990), The properties of rice bran as a food stuff, *Cereal Foods World*, Vol 35, p.632-636.
- SHOJI, Y.; MITA, T.; ISEMURA, M.; MEGA, T.; HASE, S.; ISEMURA, S.; AOYAGI, Y. (2001), A fibronectin-binding protein from rice bran with cell adhesion activity for animal tumor cells, *Bioscience, biotechnology, and biochemistry*, Vol 65, p.1181-1186.
- TURCHIULI, C.; ELOUALIA, Z.; MANSOURI, N. E.; DUMOULIN, E. (2005), Fluidised bed agglomeration: Agglomerates shape and end-use properties, *Powder Technology*, Vol 157, p.168-175.
- USP 37 (2014), Powder flow. United States Pharmacopeia, Rockville, MD, EUA.
- WHO (2018) Saving lives, spending less: a strategic response to noncommunicable diseases, Geneva, Switzerland. World Health Organization 2018 (WHO/NMH/NVI/18.8). Licence: CC BY-NC-AS 3.0 IGO.