EDISON PAULO DE ROS TRIBOLI

**Estudo e otimização de processo de secagem de iogurte por
atomização com secador em escala piloto**

Tese apresentada à Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo para a obtenção do
título de Doutor em Ciências

São Paulo

2014

EDISON PAULO DE ROS TRIBOLI

**Estudo e otimização de processo de secagem de iogurte por
atomização com secador em escala piloto**

Tese apresentada à Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo para a obtenção do
título de Doutor em Ciências

Área de concentração:
Engenharia Química

Orientador:
Prof. Dr. Jorge Andrey Wilhelms Gut

São Paulo

2014

Triboli, Edison Paulo De Ros

Estudo e otimização de processo de secagem de iogurte por atomização com secador em escala piloto / E.P.D.R. Triboli. – São Paulo, 2014.

340 p.

Tese (Doutorado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Química.

1.Secagem de alimentos 2.Iogurte 3.Atomização 4.Delineamento experimental 5.Otimização I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Química. II.t.

Este trabalho é dedicado à minha família.
Aos meus pais, Edison e Theresinha,
pelas oportunidades que me propiciaram e,
em especial, à minha mãe,
por haver me encaminhado para o mundo dos estudos.
À Suzana, minha alma gêmea,
pois sem seu amor, apoio e compreensão
eu não teria conseguido me divertir tanto.
À Camila, meu sonho tornado realidade, meu tudo.
Ao Filipe, essa pessoa iluminada
que me inspira e me entende num simples olhar.

AGRADECIMENTOS

A construção do conhecimento é obra coletiva, mesmo que a contribuição individual seja pequena. Muitas pessoas me auxiliaram e sou muito grato por isso. Deixo isso registrado para ressaltar a profunda e intensa humanidade necessária para gerar um trabalho científico.

Agradeço ao meu Orientador Prof. Dr. Jorge Andrey Wilhelms Gut pelo interesse, zelo pelo rigor, bom humor, inteligência e sobretudo, paciência e compreensão pelo fato de eu ter que me revezar nos papéis de professor e estudante, conforme o calendário escolar.

Ao Prof. Dr. Marcello Nitz da Costa, por ter sugerido que eu fizesse meu doutorado no atomizador Tecnape SD-05 e aprendesse tudo o que pudesse sobre ele.

À Profa. Dra. Cynthia Jurkiewicz Kunigk, por sugerir que eu poderia secar iogurte e descobrir como manter as bactérias vivas. Quem sabe...

À Profa. Dra. Giovanna Bonfante Borini, por uma feliz sugestão quando os resultados não estavam se mostrando promissores.

Aos meus colegas da Engenharia Química e Engenharia de Alimentos do Instituto Mauá de Tecnologia que, involuntariamente, tiveram que compartilhar desse processo comigo e que ofereceram uma riqueza na troca de ideias, discussões e aprofundamentos sobre temas que, de outra forma teria sido muito menos provável: Profa. Dra. Eliana Paula Ribeiro, Prof. Dr. Gustavo Ferreira Leonhardt, Profa. Dra. Luciane Franquelin Gomes de Souza, Profa. Dra. Antonia Miwa Iguti, Prof. Dra. Patricia Antonio de Menezes Freitas, Profa. Dra. Tatiana Guinoza Matuda Masaoka, Prof. Dr. Adelino Martins Ferreira Gomes, Profa. Dra. Elisena Aparecida Guastafarro Seravalli, Prof. Dr. Moacyr Jorge Elias, Prof. Dr. Efraim Cekinski, Prof. Me. Ricardo Calvo Costa e Prof. Wilson Inacio Pereira.

À Profa. Dra. Maria Elena dos Santos Taqueda e ao Prof. Dr. Jorge Andrey Wilhelms Gut por terem me apresentado assuntos igualmente fascinantes e complexos, o dos delineamentos experimentais e o da otimização de processos, respectivamente.

Ao Técnico químico Douglas Dalla Justina, meu braço direito, meu companheiro de sucessos e fracassos no atomizador, por sua boa vontade, bom humor, disponibilidade e presteza em auxiliar na busca de soluções para os problemas que enfrentamos durante o estudo.

Ao corpo de técnicos sempre prestativos e eficientes, em especial, a Química Me. Ines Aparecida Santana, Técnica química Edna Aparecida dos Santos, Técnica química Ana Paula Buriti Santa Rosa e auxiliar de laboratório Sandra Maria do Nascimento.

Aos alunos orientados em Trabalhos de Conclusão de Curso: Oliver Philippe Pedroso Kiles, Rafael Brancallião Assis, Pedro Antonio Delevedove Soares, Alessandra Riso de Sousa, Aline de Araujo Oliveira Alves, Bruna Rodrigues Stafoche, Rafael Augusto Monteiro, Renan David Correa, Leonardo Suzuki, Suelen Valerio, Gabriela Mauric Frossard Ribeiro e Samara Iusef Abbas; e em iniciações científicas: Marília Gomes Bocardo, Suzan Marie Mathieson, Giovanna Seracine da Silva e Michelle de Lima Branco, pela colaboração no estudo.

Aos Eng. Ricardo Jambas Piovan e Eng. Wilson Piovan da Tecnap, fabricante do atomizador empregado no estudo, pela constante troca de informações e auxílio técnico.

Ao Eng. Walter Ferreira, pelo entusiasmo contagiante com a operação de secagem por atomização e preciosas informações.

Aos Eng. Wagner Aldeia e Kleber Guimarães pelo auxílio na determinação das características de fluidez dos produtos finais.

Às Empresas Evonik, Cargill, Nexira e Tate & Lyle, que gentilmente forneceram amostras para os ensaios.

Ao Instituto Mauá de Tecnologia, pelo decisivo apoio ao desenvolvimento da pesquisa.

Por fim, aos amigos e familiares que sempre ofereceram compreensão, apoio e torcida pelo sucesso do projeto e a todos que ficaram espantados ao saberem que fazia o doutorado porque era preciso e porque gosto de aprender; enfim, por diversão. Estudar faz bem!

O que vem a ser esta vontade absoluta de verdade? Que sabeis vós *a priori* do caráter da existência para poder decidir que a desconfiança absoluta apresenta mais vantagens do que a absoluta confiança? E se ambas são necessárias, uma grande confiança e uma grande desconfiança, onde irá a ciência procurar essa convicção absoluta, essa fé que lhe serve de base e que diz que a verdade importa mais do que qualquer outra coisa, incluindo qualquer outra convicção? Essa convicção de base não se pode formar se o verdadeiro e o não verdadeiro se afirmaram sempre — e é esse o caso! — úteis tanto um como o outro. Portanto, a fé na ciência, essa fé que existe de fato de uma maneira incontestável, só pode ter sua origem num cálculo utilitário; deve ter-se formado, pelo contrário, apesar do perigo e da inutilidade da “vontade da verdade”, *apesar* do perigo e da inutilidade da “verdade de qualquer maneira”, perigo e inutilidade que a vida demonstra sem cessar.

“Querer a verdade” não significa, portanto, “não querer deixar-se enganar”, mas — e não há outra escolha — “não querer enganar os outros nem a si próprio”, *o que nos leva para o domínio moral*. Perguntemo-nos seriamente, com efeito: “Por que não queremos enganar?”, sobretudo se parece — é bem esse o caso! — que a vida seja vivida em vista da aparência, quero dizer que tenha como objetivo extraviar, iludir, dissimular, ofuscar, cegar, e se, por outro lado, de fato, ela se mostrou sempre sob a sua melhor face do lado dos menos escrupulosos trapaceiros. Interpretado timidamente, esse desejo de não enganar pode passar por um quixotismo, uma pequena sem-razão de entusiasta; mas é também possível que seja alguma coisa pior: um princípio destruidor, inimigo da vida. “Querer o verdadeiro” poderia ser, secretamente, querer a morte. De modo que o porquê da ciência se liga a um problema moral: *por que, de uma maneira geral, qualquer moral*, quando a vida, a natureza, a história são imorais? Mas ter-se-á desde já compreendido onde quero chegar: é numa fé *metafísica* que assenta ainda a nossa fé na ciência; pesquisadores do conhecimento, ímpios inimigos da metafísica, nós próprios, ainda ateamos fogo na fogueira acesa por milenária crença, pela fé cristã, crença que foi também a de Platão, para quem o verdadeiro se identifica com Deus e toda a verdade é divina.

RESUMO

A busca de novas soluções em produtos e processos guia o desenvolvimento da indústria de alimentos. Os produtos desidratados apresentam vantagens em relação à facilidade de manuseio, custos de transporte e armazenagem e, em geral, maior durabilidade quando comparados às suas formas hidratadas. O iogurte é muito bem aceito pela sociedade brasileira e, se desidratado, pode vir a ser utilizado como ingrediente em diversos alimentos industrializados, propiciando o desenvolvimento de novos produtos. Este trabalho procura estabelecer condições ótimas para a secagem de iogurte natural por atomização (*spray drying*) em equipamento com disco rotativo em escala piloto. A caracterização do sistema e de suas respostas foi feita com auxílio de projetos fatoriais e metodologia de superfícies de respostas. Por meio de otimização multiobjetivo foi determinada a fronteira de Pareto de soluções ótimas para um modelo ponderado com funções compostas de atributos de qualidade do produto – cor, temperatura do ar de saída da câmara de secagem, *span* e umidade; e de índices de desempenho do processo, com base na quantidade de material seco – quantidade de produto obtido, material retido na parede da câmara de secagem e perdas no equipamento. Em virtude da natureza do iogurte houve depósito de produto na parede da câmara, o que motivou a pesquisa de aditivos para auxiliar a secagem. Foi estudada a influência de maltodextrinas – DE 5, DE 10 e EMPCAP –, goma acácia, leite em pó desnatado e sílica pirogênica. A sílica pirogênica interferiu na formação de pontes sólidas entre as partículas, reduzindo a quantidade de material depositado na parede e aumentando a recuperação de produto. Para condições operacionais de velocidade de rotação do disco de 26000 rpm, temperatura do ar de entrada na câmara de secagem de 160 °C e depressão na câmara de secagem de 140 mmH₂O, as condições ótimas de processo foram encontradas nas seguintes vazões de alimentação de iogurte natural batido adicionado de 3% (m/m) de sílica pirogênica: para o ótimo de qualidade produto, 10,3 kg/h; para o ótimo de desempenho de processo, 3,5 kg/h; e para a condição de pesos iguais entre produto e processo, 6,2 kg/h. A comparação dos resultados previstos pela otimização e os verificados experimentalmente mostrou que o modelo proposto foi adequado.

Palavras chave: Secagem de alimentos. Iogurte. Atomização. Delineamento experimental. Otimização.

ABSTRACT

The search for new solutions in products and processes guide the development of the food industry. Dried products have advantages for ease of handling, transportation and storage costs, and in general, better durability when compared to their hydrated forms. Brazilian society accepts Yoghurt very well and, if dehydrated, could be used as an ingredient in many processed foods, promoting the development of new products. The aim of this paper is to establish optimal conditions for spray drying yoghurt on a wheel pilot plant atomizer. The system characteristics and outputs were established through factorial design and surface response methodology. Multi-objective optimization produced a Pareto's optimal solution set for a weighted model built of composite functions. One composite function was consisted of product quality attributes: color, drying chamber output air temperature, span and moisture. The other composite function was made by drying process performance indexes: dry mass recovery, dry mass adhered on the wall and dry mass loss in equipment. The stickiness behavior of yoghurt led the search for drying aid additives. The influence of maltodextrins – DE 5, DE 10 and EMCAP, acacia gum, skimmed milk powder and fumed silica was studied. Fumed silica has a negative influence in solid bridges formation between particles, thereby reducing the amount of dry mass adhered on the wall and increasing product recovery. For operating conditions of rotating speed of 26000 rpm, inlet air temperature of 160 °C and 140 mmH₂O depression in drying chamber and a feed rate of beaten yoghurt with 3% (w/w) fumed silica concentration, optimal process conditions were found: product quality optimum, 10.3 kg/h; process performance optimum, 3.5 kg/h, and equal weights for product and process optimum, 6.2 kg/h. Experimental verification of the proposed optimization model suggests its adequacy.

Keywords: Drying of foods. Yoghurt. Spray drying. Design of experiments. Optimization.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 — Mecanismos de aglomeração de partículas.....	56
Figura 2 — Secador por atomização SD-05 Tecnape	88
Figura 3 — Aspectos do disco atomizador: à esquerda, no conjunto do motor e, à direita, isolado.....	88
Figura 4 — Etapas do preparo do iogurte batido.....	92
Figura 5 — Esquema do atomizador SD-05 Tecnape para formulação das equações de balanço material.....	99
Figura 6 — Aspectos da deposição do produto nos acessórios do equipamento	102
Figura 7 — Aspecto da câmara de secagem com a utilização de velocidade do disco atomizador de 24000 rpm para temperaturas do ar de entrada de 180 °C (esquerda) e 160 °C (centro e direita) e vazão de alimentação de 40% da capacidade da bomba (6,9 kg/h, à direita)	108
Figura 8 — Aspecto dos produtos obtidos em condições de velocidade de disco de 24000 rpm, temperatura de entrada do ar de 180 °C e vazões de alimentação correspondentes a 60%, 50% 40% e 30% da capacidade da bomba, da esquerda para a direita, respectivamente, 10,5 kg/h, 8,7 kg/h, 6,9 kg/h e 5,2 kg/h.....	109
Figura 9 — Diagrama de efeitos principais para a área específica das partículas (esquerda) e seu diagrama de interações (direita).....	114
Figura 10 — Diagrama de efeitos principais para o diâmetro de Sauter das partículas (esquerda) e seu diagrama de interações (direita)	118
Figura 11 — Diagrama de efeitos principais para o <i>span</i> da distribuição das partículas (esquerda) e seu diagrama de interações	123
Figura 12 — Diagrama de efeitos principais para o $d_{0,5}$ das partículas (esquerda) e seu diagrama de interações (direita)	126
Figura 13 — Diagrama de efeitos principais a temperatura de saída do ar da câmara de secagem (esquerda) e diagrama de interações (direita).....	130
Figura 14 — Diagrama de efeitos principais para a deposição de material na parede da câmara de secagem (esquerda) e seu diagrama de interações (direita)	134
Figura 15 — Depósito de produto na câmara de secagem	136
Figura 16 — Diagrama de efeitos principais da medida da diferença da cor dos produtos (esquerda) e seu diagrama de interações (direita)	139

Figura 17 — Diagrama normal para os efeitos estimados para a influência dos parâmetros na temperatura do ar de saída da câmara de secagem para nível de significância (α) igual a 0,05.....	148
Figura 18 — Valores médios para os efeitos principais das variáveis na temperatura do ar de saída da câmara de secagem	149
Figura 19 — Diagrama de interações duplas para as variáveis na temperatura de saída do ar da câmara de secagem.....	150
Figura 20 — Diagrama representativo de superfície de resposta obtida com base em delineamento completo com pontos axiais e ponto central para o estudo de dois fatores, X1 e X2.....	152
Figura 21 — Diagrama de distribuição normal em função dos resíduos da temperatura do ar de saída da câmara de secagem	154
Figura 22 — Superfície de resposta para a temperatura do ar de saída da câmara de secagem em função da vazão de alimentação de água e da depressão na câmara para as condições estudadas	157
Figura 23 — Distribuição de tamanho de partículas para o iogurte e aditivos selecionados	163
Figura 24 — Distribuição do material seco de acordo com os aditivos utilizados na secagem de iogurte por atomização em equipamento piloto.....	164
Figura 25 — Diferenças de cores entre as amostras e o padrão	165
Figura 26 — Distribuição do material seco de acordo com a concentração de Aerosil na secagem de iogurte por atomização em equipamento piloto	167
Figura 27 — Distribuição de tamanho de partículas de acordo com concentrações de Aerosil	168
Figura 28 — Diferenças de cores entre as amostras com diferentes concentrações de Aerosil e o padrão	169
Figura 29 — Diâmetro de partículas e dispersão - <i>span</i> - da distribuição.....	170
Figura 30 — Microscopia eletrônica de varredura (MEV) para amostras de iogurte puro (esquerda), com 2% de Aerosil (centro) e 3% de Aerosil (direita), para aumentos de 650× (superior) e 10000× (inferior)	171
Figura 31 — Crescimento da partícula de Aerosil e formação de agregados.....	174
Figura 32 — Aspecto de partícula de Aerosil 200	175
Figura 33 — Representação dos grupos silanol em arranjos típicos e siloxano.....	176
Figura 34 — Diagrama de distribuição normal para os valores dos resíduos observados para a temperatura do ar de saída da câmara de secagem	183

Figura 35 — Gráfico de paridade para o modelo da temperatura do ar de saída da câmara de secagem.....	185
Figura 36 — Condição do material aderido na parede da câmara de secagem no ensaio 4.....	187
Figura 37 — Gráfico de paridade para o modelo da umidade dos produtos finais.....	189
Figura 38 — Gráfico de paridade para o modelo da atividade de água dos produtos	192
Figura 39 — Distribuição de tamanho de partículas para o delineamento final	195
Figura 40 — Gráfico de paridade para o modelo do <i>span</i> das partículas	199
Figura 41 — Gráfico de paridade para o modelo da área superficial específica (m^2/g)	202
Figura 42 — Gráfico de paridade para o modelo do diâmetro de Sauter.....	205
Figura 43 — Gráfico de paridade para o modelo do percentil 10.....	208
Figura 44 — Gráfico de paridade para o modelo do percentil 50.....	210
Figura 45 — Gráfico de paridade para o modelo do percentil 90.....	213
Figura 46 — Aspecto dos produtos obtidos nas diferentes condições do estudo.....	215
Figura 47 — Gráfico de paridade para o modelo da diferença de cor	219
Figura 48 — Superfície de resposta para os efeitos do Aerosil e da vazão de alimentação, para as condições estudadas, na diferença de cor em relação ao padrão adotado	220
Figura 49 — Curvas de nível para a superfície de resposta para os efeitos do Aerosil e da vazão de alimentação, para as condições estudadas, na diferença de cor em relação ao padrão adotado.....	220
Figura 50 — Gráfico de paridade para o modelo da diferença de cor no eixo amarelo-azul	223
Figura 51 — Superfície de resposta para os efeitos do Aerosil e da vazão de alimentação, para as condições estudadas, na diferença de cor no eixo amarelo-azul em relação ao padrão adotado.....	224
Figura 52 — Curvas de nível para a superfície de resposta para os efeitos do Aerosil e da vazão de alimentação, para as condições estudadas, na diferença de cor no eixo amarelo-azul em relação ao padrão adotado	224
Figura 53 — Gráfico de paridade para o modelo de recuperação de produto na secagem..	228
Figura 54 — Superfície de resposta para os efeitos do Aerosil e da vazão de alimentação para a recuperação de produto na secagem.....	229
Figura 55 — Curvas de nível para a superfície de resposta para os efeitos do Aerosil e da vazão de alimentação, para a recuperação de produto na secagem.....	229

Figura 56 — Gráfico de paridade para o modelo de retenção de material na câmara de secagem	232
Figura 57 — Superfície de resposta para os efeitos do Aerosil e da vazão de alimentação para o material retido na câmara de secagem	233
Figura 58 — Curvas de nível para a superfície de resposta para os efeitos do Aerosil e da vazão de alimentação, para o material retido na câmara de secagem	233
Figura 59 — Gráfico de paridade para o modelo da perda de material no equipamento	236
Figura 60 — Aspecto de aglomerado de partículas obtido na secagem de iogurte sem a adição de sílica pirogênica com destaques para as pontes sólidas obtidas por MEV – aumento de 2600×	237
Figura 61 — Aspectos das superfícies das partículas nas diferentes condições do estudo obtidas por MEV – aumento de 10000×	238
Figura 62 — Aspectos do formato das partículas nas diferentes condições do estudo obtidas por MEV – aumento de 3000×	239
Figura 63 — Aspectos de agrupamentos de partículas nas diferentes condições do estudo obtidas por MEV – aumento de 700×	240
Figura 64 — Aspecto da resposta normalizada Ri para a função recuperação de produto em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada	248
Figura 65 — Aspecto da resposta normalizada Ri para a função retenção de material na parede da câmara de secagem em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada	249
Figura 66 — Aspecto da resposta normalizada Ri para a função perda de material retido no equipamento em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada	250
Figura 67 — Aspecto da resposta normalizada Ri para a função temperatura do ar de saída da câmara de secagem em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada	251
Figura 68 — Aspecto da resposta normalizada Ri para a função diferença de cor absoluta em relação ao padrão em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada	252

Figura 69 — Aspecto da resposta normalizada R_i para a função umidade do produto final em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada.....	253
Figura 70 — Aspecto da resposta normalizada R_i para a função $span$ função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada.....	254
Figura 71 — Aspecto da resposta otimizada normalizada f_{proc} para a função composta por índices de desempenho do processo de secagem em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada.....	256
Figura 72 — Aspecto da resposta otimizada normalizada para a função f_{prod} composta por índices de qualidade do produto em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada.....	256
Figura 73 — Aspecto da resposta otimizada normalizada para a condição de pesos iguais para a otimização em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada.....	257
Figura 74 — Resultado da otimização das variáveis correspondentes à concentração de Aerosil, $X1^*$, e vazão de alimentação de produto, $X2^*$, em função do fator de ponderação utilizado na otimização multiobjetivo	258
Figura 75 — Fronteira de Pareto para os objetivos representados pelo desempenho otimizado do processo de secagem, f_{proc}^* , e qualidade otimizada do produto, f_{prod}^*	259
Figura 76 — Aspecto microscópico das amostras obtidas nas condições de verificação do modelo de otimização	265
Figura 77 — Curva de calibração da bomba de alimentação do secador por atomização SD-05 Tecnape para iogurte desnatado natural fresco batido marca Fazenda Bela Vista	294

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 — Escala de escoabilidade para pós	54
Tabela 2 — Características do iogurte.....	61
Tabela 3 — Composições típicas de iogurtes	62
Tabela 4 — Áreas da indústria de alimentos em que foi utilizada a técnica de otimização multiobjetivo com a indicação do número de aplicações identificadas e trabalhos encontrados	79
Tabela 5 — Composição do iogurte natural Fazenda Bela Vista para copo com 190 g.....	86
Tabela 6 — Parâmetros do atomizador ajustáveis para os ensaios.....	89
Tabela 7 — Parâmetros que foram medidos no início ou durante o ensaio	90
Tabela 8 — Parâmetros complementares, de saída ou resultados do processo	90
Tabela 9 — Parâmetros do produto determinados em etapas finais do estudo.....	91
Tabela 10 — Parâmetros calculados para resultados relativos ao processo e ao produto	91
Tabela 11 — Valores de umidade do produto e do material retirado na escovação da câmara de secagem do atomizador para alguns ensaios.....	101
Tabela 12 — Condições codificadas para três variáveis estudadas	107
Tabela 13 — Resumo das condições experimentais definidas para o estudo	109
Tabela 14 — Ensaios programados para o estudo da influência das principais variáveis de processo e sua ordem de execução	110
Tabela 15 — Distribuição de tamanho de partículas de acordo com as condições experimentais ...	112
Tabela 16 — Resultados para a área superficial específica da distribuição de tamanhos de partículas em função das condições experimentais	113
Tabela 17 — Estimativa dos efeitos e de seus coeficientes para a área específica das partículas para os parâmetros codificados	114
Tabela 18 — Valores dos resíduos para o modelo da área específica das partículas.....	116
Tabela 19 — Resultados para o diâmetro de Sauter da distribuição de tamanhos de partículas em função das condições experimentais	117
Tabela 20 — Estimativa dos efeitos e de seus coeficientes para diâmetro de Sauter $D_{3,2}$ das partículas para os parâmetros codificados	118
Tabela 21 — Valores dos resíduos para o diâmetro de Sauter das partículas.....	120
Tabela 22 — Resultados para os percentis 10, 50 e 90 e <i>span</i> da distribuição de tamanhos de partículas em função das condições experimentais	121

Tabela 23 — Estimativa dos efeitos e de seus coeficientes para o <i>span</i> da distribuição de partículas para os parâmetros codificados	122
Tabela 24 — Valores dos resíduos para o modelo de <i>span</i> da amostra	124
Tabela 25 — Resultados para o percentil 50 da distribuição de tamanhos de partículas em função das condições experimentais.....	125
Tabela 26 — Estimativa dos efeitos e de seus coeficientes para o $d_{0,5}$ das partículas para os parâmetros codificados	125
Tabela 27 — Valores dos resíduos para $d_{0,5}$	128
Tabela 28 — Resultados para temperatura do ar de saída da câmara de secagem em função das condições experimentais.....	129
Tabela 29 — Estimativa dos efeitos e de seus coeficientes para a temperatura do ar de saída da câmara de secagem para os parâmetros codificados.....	129
Tabela 30 — Valores dos resíduos para a temperatura de saída do ar.....	131
Tabela 31 — Compilação de valores para a temperatura do ar de entrada e de saída para a secagem de iogurte em secadores por atomização	131
Tabela 32 — Resultados para a porcentagem de material retido na câmara de secagem em função das condições experimentais.....	132
Tabela 33 — Estimativa dos efeitos e de seus coeficientes para a quantidade de material aderido na câmara de secagem para os parâmetros codificados	133
Tabela 34 — Valores dos resíduos para o material retido na parede	135
Tabela 35 — Valores para a medida da diferença de cor	138
Tabela 36 — Estimativa dos efeitos e seus coeficientes para a análise da diferença de cor das partículas para os parâmetros codificados	138
Tabela 37 — Valores dos resíduos para a medida da diferença de cor.....	140
Tabela 38 — Resumo dos resultados obtidos para parâmetros indicadores de desempenho do processo de secagem de iogurte natural batido em secador por atomização	143
Tabela 39 — Condições adotadas para o estudo da influência da depressão na câmara de secagem para a condição de velocidade do disco atomizador de 25000 rpm com base nas condições iniciais do estudo para a temperatura e vazão de alimentação.....	146
Tabela 40 — Resultados para o estudo da influência da depressão na câmara de secagem para a condição de velocidade do disco atomizador de 25000 rpm com base nas condições iniciais do estudo para a temperatura e vazão de alimentação.....	147

Tabela 41 — Efeitos e coeficientes estimados para a influência da temperatura do ar de entrada, vazão e depressão na câmara de secagem na temperatura do ar de saída em variáveis codificadas.....	148
Tabela 42 — Parâmetros estudados e níveis adotados para o planejamento composto central do complemento ao estudo da depressão na câmara de secagem.....	152
Tabela 43 — Condições adotadas para o estudo da influência da vazão de água e da depressão na câmara de secagem para a condição de velocidade do disco atomizador de 26000 rpm e temperatura do ar de entrada de 160 °C	153
Tabela 44 — Análise de variância para o teste dos modelos linear e quadrático para o estudo da influência da vazão de alimentação de água e da depressão na temperatura do ar de saída da câmara de secagem	155
Tabela 45 — Análise de variância para o teste do modelo linear para o estudo da influência da vazão de alimentação de água e da depressão na temperatura do ar de saída da câmara de secagem.....	155
Tabela 46 — Coeficientes da regressão estimados para o estudo da vazão de alimentação de água e da depressão na temperatura do ar de saída da câmara de secagem.....	156
Tabela 47 — Resultados para o estudo da influência de aditivos na secagem de iogurte	162
Tabela 48 — Resultados para o estudo da influência de Aerosil na secagem de iogurte	166
Tabela 49 — Parâmetros estudados, níveis adotados, variáveis codificadas e ordem de realização dos ensaios para o planejamento composto central	179
Tabela 50 — Valores da temperatura do ar de saída da câmara de secagem para as condições estudadas.....	182
Tabela 51 — Coeficientes de regressão estimados para a temperatura do ar saída da câmara de secagem considerados todos os efeitos.....	183
Tabela 52 — Análise de variância com os efeitos significativos para a temperatura do ar saída da câmara de secagem	184
Tabela 53 — Coeficientes da regressão estimados para a temperatura do ar saída da câmara de secagem para o efeito linear da vazão	184
Tabela 54 — Valores da umidade e atividade de água dos produtos finais para as condições estudadas.....	186
Tabela 55 — Coeficientes da regressão para a umidade dos produtos estimados considerados todos os efeitos	187

Tabela 56 — Análise de variância com os efeitos significativos para a umidade dos produtos	188
Tabela 57 — Coeficientes da regressão estimados para a umidade dos produtos para os efeitos linear e quadrático da vazão	188
Tabela 58 — Valores da umidade e atividade de água dos produtos finais para as condições estudadas	190
Tabela 59 — Coeficientes de regressão estimados para a atividade de água considerados todos os efeitos	191
Tabela 60 — Análise de variância com os efeitos significativos para a atividade de água dos produtos	191
Tabela 61 — Coeficientes de regressão estimados para a atividade de água para o efeito linear da vazão	192
Tabela 62 — Resultados para parâmetros selecionados da análise de distribuição de partículas por difração a laser	194
Tabela 63 — Coeficientes da regressão estimados para <i>span</i> da distribuição de partículas considerados todos os efeitos	198
Tabela 64 — Análise de variância com os efeitos significativos para <i>span</i>	198
Tabela 65 — Coeficientes da regressão estimados do <i>span</i> para os efeitos lineares do Aerosil e da vazão	199
Tabela 66 — Coeficientes da regressão estimados para a área superficial específica (m^2/g) considerados todos os efeitos	201
Tabela 67 — Análise de variância com os efeitos significativos para área superficial específica (m^2/g)	201
Tabela 68 — Coeficientes da regressão estimados para área superficial específica (m^2/g) para os efeitos lineares do Aerosil e da vazão	202
Tabela 69 — Coeficientes da regressão estimados para o diâmetro de Sauter considerados todos os efeitos.....	204
Tabela 70 — Análise de variância com os efeitos significativos para o diâmetro de Sauter	204
Tabela 71 — Coeficientes da regressão estimados para o diâmetro de Sauter para o efeito linear da vazão	205
Tabela 72 — Coeficientes da regressão estimados para o percentil 10 considerados todos os efeitos.....	206
Tabela 73 — Análise de variância com os efeitos significativos para o percentil 10	207

Tabela 74 — Coeficientes da regressão estimados para o percentil 10 para o efeito linear da vazão.....	207
Tabela 75 — Coeficientes da regressão estimados para o percentil 50 considerados todos os efeitos.....	209
Tabela 76 — Análise de variância com os efeitos significativos para o percentil 50.....	209
Tabela 77 — Coeficientes da regressão estimados para o percentil 50 para o efeito linear da vazão.....	210
Tabela 78 — Coeficientes da regressão estimados para o percentil 90 considerados todos os efeitos.....	211
Tabela 79 — Análise de variância com os efeitos significativos para o percentil 90.....	212
Tabela 80 — Coeficientes da regressão estimados para o percentil 90 para os efeitos lineares do Aerosil e da vazão.....	212
Tabela 81 — Valores para a diferença de cor, ΔE^* , e diferença de cor no eixo amarelo-azul, Δb^* , em relação ao padrão adotado.....	214
Tabela 82 — Coeficientes da regressão estimados para a diferença de cor considerados todos os efeitos.....	217
Tabela 83 — Análise de variância com os efeitos significativos para a diferença de cor.....	218
Tabela 84 — Coeficientes da regressão estimados para a diferença de cor no eixo amarelo-azul em relação ao padrão adotado considerados todos os efeitos.....	221
Tabela 85 — Análise de variância com os efeitos significativos para a diferença de cor no eixo amarelo-azul em relação ao padrão adotado.....	222
Tabela 86 — Coeficientes da regressão estimados para a diferença de cor no eixo amarelo-azul em relação ao padrão adotado para os efeitos lineares do Aerosil e da vazão e para o efeito quadrático do Aerosil.....	222
Tabela 87 — Valores da recuperação de produto na secagem, retenção na câmara e perda no equipamento em porcentagens de material seco (MS) para as condições do estudo.....	225
Tabela 88 — Coeficientes da regressão estimados para a recuperação de produto na secagem considerados todos os efeitos.....	226
Tabela 89 — Análise de variância com os efeitos significativos para a recuperação de produto na secagem.....	227
Tabela 90 — Coeficientes da regressão estimados para a recuperação de produto na secagem para os efeitos lineares do Aerosil e da vazão e o efeito quadrático do Aerosil.....	227

Tabela 91 — Coeficientes da regressão estimados para o material retido na câmara de secagem considerados todos os efeitos	230
Tabela 92 — Análise de variância com os efeitos significativos para o material retido na câmara de secagem	231
Tabela 93 — Coeficientes da regressão estimados para o material retido na câmara de secagem para os efeitos lineares do Aerosil e da vazão.....	231
Tabela 94 — Coeficientes da regressão estimados para a perda de material no equipamento considerados todos os efeitos	234
Tabela 95 — Análise de variância com os efeitos significativos para a perda de material no equipamento.....	235
Tabela 96 — Coeficientes da regressão estimados para a perda de material no equipamento para o efeito linear do Aerosil	235
Tabela 97 — Valores dos parâmetros peso, coeficientes do modelo de regressão de segunda ordem, coeficiente de determinação, coeficiente de determinação preditivo e valores mínimos e máximos observados para respostas do sistema utilizadas na composição da função objetivo para otimização	247
Tabela 98 — Resultados para parâmetros selecionados característicos do processo para a triplicata do ensaio nas condições de pesos iguais na ponderação para produto e para processo na otimização multiobjetivo	260
Tabela 99 — Resultados para parâmetros de processo utilizados nas funções compostas para índices de qualidade do produto e de desempenho de processo para três condições	261
Tabela 100 — Média de valores medidos, valores estimados pelo modelo matemático e suas diferenças para a condição de verificação com pesos iguais na ponderação para produto e para processo na otimização multiobjetivo.....	263
Tabela 101 — Valores medidos, valores estimados pelo modelo matemático e suas diferenças para a condição de ótimo para produto na otimização multiobjetivo	263
Tabela 102 — Valores medidos, valores estimados pelo modelo matemático e suas diferenças para a condição de ótimo para processo na otimização multiobjetivo	264
Tabela 103 — Resultados para a pesquisa de bactérias lácticas nos produtos considerados na verificação dos resultados	266
Tabela 104 — Resultados para as medidas de índices de fluidez para os produtos considerados na verificação dos resultados.....	267

Tabela 105 — Valores selecionados de alguns parâmetros de processo com a finalidade de comparar os valores obtidos com os de duas amostras comerciais de países distintos	268
Tabela 106 — Parâmetros referentes a balanços de energia, de água e de ar seco para o processo de secagem de iogurte no atomizador Tecnape SD-05	270
Tabela 107 — Resultados para o processo de otimização do modelo matemático em função do fator de ponderação φ^{prod}	292
Tabela 108 — Valores obtidos nos ensaios para calibração da bomba de alimentação com iogurte	293

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	35
1.1	OBJETIVOS GERAIS E ESPECÍFICOS	37
1.2	ABORDAGEM DO ESTUDO	38
1.3	OBSERVAÇÕES.....	39
2	REVISÃO DA LITERATURA	41
2.1	SECAGEM.....	41
2.2	SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO	42
2.2.1	HISTÓRICO DO DESENVOLVIMENTO DO PROCESSO	43
2.2.2	PRINCÍPIO DE FUNCIONAMENTO.....	44
2.2.3	ATOMIZADORES	44
2.2.4	CÂMARA DE SECAGEM E PADRÕES DE ESCOAMENTO DO AR.....	46
2.2.5	SISTEMAS PARA O RECOLHIMENTO DO PÓ E EXAUSTÃO DO AR	46
2.2.6	ARRANJOS DE SECADORES POR ATOMIZAÇÃO.....	47
2.2.7	INOVAÇÕES NA SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO	48
2.2.8	PRODUTOS ALIMENTÍCIOS ADEQUADOS PARA SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO	51
2.2.9	CARACTERÍSTICAS IMPORTANTES PARA O PRODUTO.....	51
2.2.9.1	Tamanho e distribuição de tamanhos de partículas	51
2.2.9.2	Densidade aparente.....	53
2.2.9.3	Fluidez	54
2.2.9.3.1	Forças coesivas entre sólidos	55
2.2.9.4	Umidade e atividade de água	56
2.2.9.5	Características de dissolução.....	57
2.2.9.6	Cor.....	57
2.2.9.7	Composição uniforme	58
2.2.9.8	Friabilidade da partícula.....	58
2.2.9.9	Morfologia da partícula.....	59
2.3	IOGURTE	60
2.4	SECAGEM DE IOGURTE.....	62
2.4.1	SECAGEM DE IOGURTE POR ATOMIZAÇÃO	63

2.4.2	EFEITOS DA SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO NAS BACTÉRIAS LÁCTICAS.....	66
2.4.3	EFEITOS DA SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO NA SUPERFÍCIE DAS PARTÍCULAS DE DERIVADOS LÁCTEOS.....	69
2.4.4	CARACTERÍSTICAS DE IOGURTES SECOS POR ATOMIZAÇÃO	70
2.5	MEDIDA DA COR	70
2.6	OTIMIZAÇÃO DE PROCESSOS.....	73
2.6.1	FORMULAÇÃO CONCEITUAL DE PROGRAMAÇÃO MATEMÁTICA.....	74
2.6.2	OTIMIZAÇÃO MULTIOBJETIVO	77
2.6.3	APLICAÇÕES DE OTIMIZAÇÃO MULTIOBJETIVO NA INDÚSTRIA DE ALIMENTOS	79
2.6.4	APLICAÇÕES DE OTIMIZAÇÃO EM SECAGEM DE ALIMENTOS POR ATOMIZAÇÃO COM AUXÍLIO DA METODOLOGIA DE SUPERFÍCIES DE RESPOSTA	82
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	85
3.1	IOGURTE.....	85
3.2	SECADOR POR ATOMIZAÇÃO TECNAPE SD-05.....	86
3.3	PARÂMETROS DE ENTRADA E DE RESPOSTA DO PROCESSO	89
3.4	MÉTODOS	91
3.4.1	PREPARO DO IOGURTE BATIDO	91
3.4.2	PESAGENS	92
3.4.3	UMIDADE.....	92
3.4.4	CONSERVAÇÃO DAS AMOSTRAS OBTIDAS DA SECAGEM DO IOGURTE POR ATOMIZAÇÃO	93
3.4.5	DETERMINAÇÃO DO DIÂMETRO DE PARTÍCULAS POR DIFRAÇÃO A <i>LASER</i>	93
3.4.5.1	Princípio do Método	93
3.4.5.2	Realização dos ensaios.....	94
3.4.6	DETERMINAÇÃO DA COR DO PRODUTO	94
3.4.7	ANÁLISES MICROSCÓPICAS	95
3.4.8	ATIVIDADE DE ÁGUA.....	95
3.4.9	ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS	96
3.4.10	DENSIDADE APARENTE DOS PRODUTOS.....	96
3.5	BALANÇOS DE MASSA.....	97
3.5.1	FLUXOGRAMA E ROTULAGEM.....	98
3.5.2	BALANÇO DE MASSA COM BASE NA PORCENTAGEM DE MATERIAL SECO.....	99
3.5.2.1	Material processado ou material seco que entrou no processo	100
3.5.2.2	Produto obtido da câmara de secagem e ciclone (finos)	100

3.5.2.3	Material escovado da câmara de secagem.....	101
3.5.2.4	Perdas de material seco	102
3.6	MÉTODOS UTILIZADOS PARA A OTIMIZAÇÃO	103
4	ESTUDO DA INFLUÊNCIA DAS PRINCIPAIS VARIÁVEIS DE PROCESSO	105
4.1	ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA ROTAÇÃO, TEMPERATURA DO AR DE ENTRADA E VAZÃO DE ALIMENTAÇÃO	105
4.1.1	PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL.....	106
4.1.1.1	Ensaio exploratório e determinação da região viável	107
4.1.1.2	Programação dos ensaios e respostas analisadas.....	109
4.1.2	RESULTADOS DA DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS	110
4.1.2.1	Área específica das partículas.....	113
4.1.2.2	Diâmetro médio de Sauter	117
4.1.2.3	Largura ou <i>span</i> da distribuição de tamanho de partículas.....	121
4.1.2.4	Mediana da distribuição de tamanhos das partículas.....	124
4.1.3	TEMPERATURA DO AR DE SAÍDA DA CÂMARA DE SECAGEM	128
4.1.4	QUANTIDADE DE MATERIAL ADERIDO NA CÂMARA DE SECAGEM.....	132
4.1.5	ANÁLISE DA DIFERENÇA DE COR	137
4.1.6	CONCLUSÕES PARCIAIS DO ESTUDO DA ROTAÇÃO, TEMPERATURA DO AR DE ENTRADA E VAZÃO DE ALIMENTAÇÃO	141
4.2	CONSIDERAÇÕES SOBRE A UTILIZAÇÃO DE EQUIPAMENTO EM ESCALA PILOTO ...	144
4.3	ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA DEPRESSÃO NA CÂMARA DE SECAGEM	144
4.3.1	PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL.....	145
4.3.2	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	146
4.3.3	CONCLUSÕES DO ESTUDO DA DEPRESSÃO NA CÂMARA DE SECAGEM.....	150
4.4	COMPLEMENTO AO ESTUDO DA DEPRESSÃO NA CÂMARA DE SECAGEM	150
4.4.1	PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL.....	151
4.4.2	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	153
4.4.3	CONCLUSÕES DO COMPLEMENTO DO ESTUDO DA DEPRESSÃO NA CÂMARA DE SECAGEM	157
5	ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE ADITIVOS DE SECAGEM.....	159
5.1	ADITIVOS DE SECAGEM UTILIZADOS	160

5.1.1	PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL.....	160
5.1.2	RESULTADOS E DISCUSSÃO	161
5.1.3	CONCLUSÕES DO ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE ADITIVOS.....	165
5.2	ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA SÍLICA PIROGÊNICA	165
5.2.1	RESULTADOS E DISCUSSÃO	166
5.2.2	CONCLUSÕES DO ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA SÍLICA PIROGÊNICA.....	171
6	ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA VAZÃO E DA CONCENTRAÇÃO DE SÍLICA PIROGÊNICA	173
6.1	AEROSIL: PROPRIEDADES, USOS E TOXICOLOGIA	173
6.2	PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL	178
6.3	METODOLOGIA PARA O ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA SÍLICA PIROGÊNICA E DA VAZÃO DE ALIMENTAÇÃO	179
6.3.1	TEMPERATURA DO AR DE SAÍDA DA CÂMARA DE SECAGEM	182
6.3.2	UMIDADE DO PRODUTO FINAL.....	186
6.3.3	ATIVIDADE DE ÁGUA.....	190
6.3.4	ANÁLISE DAS CARACTERÍSTICAS DAS PARTÍCULAS	193
6.3.4.1	Análise do índice de dispersão da distribuição granulométrica — <i>span</i>	197
6.3.4.2	Área superficial específica.....	200
6.3.4.3	Diâmetro de Sauter	203
6.3.4.4	Percentil 10	206
6.3.4.5	Percentil 50 – mediana da distribuição.....	208
6.3.4.6	Percentil 90	211
6.3.5	ANÁLISE DA COR DO PRODUTO	214
6.3.5.1	Diferença de cor com o padrão	217
6.3.5.2	Diferença de cor no eixo amarelo–azul com o padrão.....	221
6.3.6	ANÁLISE DO DESEMPENHO DO PROCESSO DE SECAGEM	225
6.3.6.1	Recuperação de produto.....	226
6.3.6.2	Material retido na câmara de secagem	230
6.3.6.3	Perda de material no equipamento.....	234
6.3.7	RESULTADOS DA ANÁLISE MICROSCÓPICA DAS PARTÍCULAS.....	236

6.4	CONCLUSÕES DO ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA VAZÃO E DA CONCENTRAÇÃO DE SÍLICA PIROGÊNICA	241
7	OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO E VERIFICAÇÃO EXPERIMENTAL.....	243
7.1	FORMULAÇÃO DA PROGRAMAÇÃO MATEMÁTICA	244
7.2	RESPOSTAS INDIVIDUAIS DAS FUNÇÕES COMPONENTES DA FUNÇÃO OBJETIVO....	247
7.2.1	FUNÇÕES INDICATIVAS DO DESEMPENHO DO PROCESSO DE SECAGEM	247
7.2.1.1	Recuperação de produto	248
7.2.1.2	Retenção de material na parede da câmara de secagem	248
7.2.1.3	Perda de material retido no equipamento	249
7.2.2	FUNÇÕES INDICATIVAS DA QUALIDADE DO PRODUTO	250
7.2.2.1	Temperatura do ar de saída da câmara de secagem.....	251
7.2.2.2	Diferença de cor em relação ao padrão	251
7.2.2.3	Umidade do produto final	253
7.2.2.4	Índice de dispersão da distribuição de partículas	253
7.3	OTIMIZAÇÕES	254
7.3.1	OTIMIZAÇÃO PARA A CONDIÇÃO DE PROCESSO ÓTIMA.....	255
7.3.2	OTIMIZAÇÃO PARA A CONDIÇÃO DE PRODUTO ÓTIMA	256
7.3.3	OTIMIZAÇÃO PARA A CONDIÇÃO DE PESOS IGUAIS PARA PROCESSO E PRODUTO.....	257
7.3.4	OTIMIZAÇÃO DA SECAGEM E FRONTEIRA DE PARETO	258
7.4	VERIFICAÇÃO EXPERIMENTAL DAS CONDIÇÕES ÓTIMAS.....	259
7.5	ANÁLISE MICROSCÓPICA DOS PRODUTOS NAS CONDIÇÕES ÓTIMAS	264
7.6	CARACTERIZAÇÕES COMPLEMENTARES DO PRODUTO	266
7.6.1	MICROBIOLOGIA.....	266
7.6.2	ÍNDICE DE FLUIDEZ.....	267
7.6.3	COMPARAÇÃO DOS PRODUTOS FINAIS COM AMOSTRAS COMERCIAIS.....	268
7.7	CARACTERIZAÇÕES COMPLEMENTARES DO PROCESSO.....	269
7.8	CONCLUSÕES DO ESTUDO DE OTIMIZAÇÃO E VERIFICAÇÃO EXPERIMENTAL DO MODELO	271
8	CONCLUSÕES	273
	REFERÊNCIAS	275
	GLOSSÁRIO	283

APÊNDICE A - PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL	287
APÊNDICE B – DETERMINAÇÃO DA FRONTEIRA DE PARETO	291
ANEXO A – CURVA DE CALIBRAÇÃO DA BOMBA PARA IOGURTE BATIDO.....	293
ANEXO B – LAUDOS DE DISTRIBUIÇÃO DE PARTÍCULAS PARA O ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE VARIÁVEIS	295
ANEXO C – LAUDOS DE DISTRIBUIÇÃO DE PARTÍCULAS PARA O ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE ADITIVOS.....	307
ANEXO D – LAUDOS DE DISTRIBUIÇÃO DE PARTÍCULAS PARA O ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA SÍLICA PIROGÊNICA.....	313
ANEXO E – LAUDOS DE DISTRIBUIÇÃO DE PARTÍCULAS PARA O ESTUDO DA CONCENTRAÇÃO DE AEROSIL E VAZÃO DE ALIMENTAÇÃO.....	319
ANEXO F – LAUDOS DE DISTRIBUIÇÃO DE PARTÍCULAS PARA A VERIFICAÇÃO DAS CONDIÇÕES ÓTIMAS.....	331
ANEXO G – LAUDOS DE DISTRIBUIÇÃO DE PARTÍCULAS PARA CARACTERIZAÇÕES COMPLEMENTARES DOS PRODUTOS.....	337
ÍNDICE	339

1 INTRODUÇÃO

A indústria de alimentos é um segmento muito dinâmico da economia mundial. A busca de novas soluções, tanto em produtos quanto em processos, guia o desenvolvimento da tecnologia de alimentos com o objetivo de oferecer mais qualidade ao consumidor. Contudo, qualidade não é um conceito absoluto e inclui propriedades sensoriais de sabor, odor, textura e fatores psicológicos. Os alimentos são selecionados com base em expectativas de valor: bem-estar, saúde e compatibilidade com estilo de vida e, nesse contexto, o conceito de frescor representa bem o desejo do consumidor, ou seja, há uma expectativa que os produtos processados devam apresentar características de sabor, odor e textura equivalentes às correspondentes do próprio produto não processado ou recém-preparado. Assim, o frescor é a característica mais desejada em alimentos e está associada à percepção de qualidade, que também inclui a praticidade, a facilidade e a rapidez de preparo, benefícios à saúde e qualidade nutricional comparável à do produto fresco ou recém-preparado. Por fim, o produto deve ser totalmente seguro, ou seja, nele não deve haver substâncias perigosas adicionadas ou formadas durante o processamento. Essa complexa percepção da qualidade de um alimento industrializado pode ser traduzida pela medida do nível de aceitação dos produtos pelos consumidores (BRUHN, 1998; CADWALLADER e WEENEN, 2002; CARDELLO, 1998).

O estudo “Brasil *Food Trends* 2020” (FIESP; ITAL, 2010) destaca que os principais fatores que determinam a demanda por alimentos na sociedade moderna e também no Brasil são o aumento da população, o seu deslocamento para áreas urbanas, a melhoria geral das condições de educação e de acesso à informação, a modificação da estrutura etária da sociedade e a melhoria da renda dos indivíduos. Esses fatores propiciam tendências na alimentação que, por razões complexas de fenômenos econômicos e meios sociais de comunicação, apresentam-se como tendências globais, diferenciando-se, basicamente, nas ênfases dadas por diferentes sociedades. Assim, foram identificadas cinco grandes tendências na alimentação para a próxima década, a saber: sensorialidade e prazer; saudabilidade e bem-estar; conveniência e praticidade; qualidade e confiabilidade; e sustentabilidade e ética. Entre essas tendências encontram-se características valorizadas por consumidores tais como produtos naturais e seguros, isentos de aditivos ou de conservantes para a adequação de uma propriedade tecnológica ou para a extensão de seu período de conservação. Além disso,

os iogurtes apresentam-se como os produtos que mais despertam o desejo do consumidor quando lançados no mercado (FIESP; ITAL, 2010), indicando sua alta aceitabilidade na sociedade brasileira. Assim sendo, o desenvolvimento de produtos com base em iogurte desfruta de alinhamento com algumas tendências de consumo consideradas importantes pelos consumidores, fazendo que o produto não tenha restrições ao seu consumo, nem concretas, por sua natureza e origem, nem simbólicas, por construções do imaginário popular que, com maior ou menor propriedade, identificam aspectos deletérios à saúde nos alimentos industrializados em geral.

Uma opção a ser explorada com relação ao iogurte é o estudo de sua desidratação, obtendo-o na forma de pó, o que cria diversas oportunidades de seu uso por causa da conveniência de sua manipulação para a incorporação, como ingrediente, em diversas formulações de produtos. Eventualmente, até sua reidratação pode ser considerada em situações especiais, uma vez que esse produto terá custo superior ao do iogurte fresco. Além disso, é sabido que mesmo bem conduzido, o processo de retirada de água de materiais biológicos causa-lhes algumas alterações irreversíveis, que colocam em desvantagem as propriedades do produto reidratado quando comparadas com as do produto hidratado como, para o caso do iogurte, a perda da capacidade de reconstituir sua textura original (KUMAR e MISHRA, 2004; RIBEIRO e SERAVALLI, 2004).

Ao se reduzir o conteúdo de água do produto, diversas vantagens são obtidas, como redução da deterioração microbiológica e, conseqüentemente, aumento da vida de prateleira do produto, redução do custo de estocagem e transporte, além de facilitar o manuseio (GAIANI *et al.*, 2010). A secagem por atomização é uma técnica muito utilizada na indústria alimentícia, principalmente no setor de lácteos, e o iogurte apresenta características fluidodinâmicas adequadas para esse tipo de operação. Contudo, a obtenção de derivados lácteos em pó por atomização é realizada habitualmente em equipamentos que utilizam bico de pressão.

A obtenção de iogurte na forma de pó ou, eventualmente, mesmo que por razões regulatórias a denominação não possa ser a de iogurte, mas de proteína de leite ou algo equivalente, significa oferecer mais uma matéria-prima para a indústria de alimentos com diversas aplicações e em forma conveniente de manipulação.

A isso deve ser adicionado o fato de que o estudo se propõe a fazer a secagem de iogurte em atomizador de disco rotativo em equipamento escala piloto de fabricação nacional e, usualmente, equipamentos piloto para atomização são importados e de custo elevado, o que, de certa forma, limita o estudo dessa operação unitária. Como o equipamento se presta ao escalonamento, resultados promissores para processos de secagem em escala piloto são adequados para serem escalonados em escala industrial com pequenas adaptações. Dessa forma, não apenas o estudo da secagem do iogurte para a produção de possível matéria-prima é desejada, mas também o estabelecimento das possíveis condições operacionais ótimas do processo. A otimização multiobjetivo de processo de secagem de iogurte por atomização em disco rotativo, em escala piloto, em equipamento projetado e fabricado no Brasil, até o momento não foi relatada na literatura científica.

Assim sendo, a secagem por atomização é um processo complexo e o produto, desafiador. Dadas as dificuldades relatadas é mister fazer uso de ferramentas avançadas de engenharia — delineamentos experimentais e otimização — para determinar as condições ideais de processamento.

1.1 OBJETIVOS GERAIS E ESPECÍFICOS

Os objetivos gerais deste trabalho são:

- a) contribuir para o conhecimento da secagem de produtos lácteos, explorando a técnica da secagem por atomização com disco rotativo;
- b) verificar a potencialidade do desenvolvimento de matéria-prima industrial;
- c) contribuir com a indústria de alimentos no sentido de verificar a viabilidade técnica da secagem de iogurte em escala piloto;
- d) contribuir com a indústria brasileira de atomizadores, ampliando o conhecimento das características operacionais e de funcionalidades do equipamento;
- e) aplicar metodologia de pesquisa com objetivo de desenvolvimento tecnológico.

Os objetivos específicos deste projeto de pesquisa são:

- a) estudar meios de secar iogurte por atomização em disco rotativo em equipamento piloto;
- b) explorar o comportamento de um secador por atomização em escala piloto com auxílio de delineamento experimental;
- c) estabelecer modelos empíricos para as respostas do sistema em função das condições de entrada escolhidas;
- d) otimizar o processo, determinando condições ótimas para a secagem em função de atributos desejáveis de qualidade de produto e de desempenho de processo;
- e) caracterizar o produto obtido.

1.2 ABORDAGEM DO ESTUDO

O estudo constou de cinco etapas, a saber:

- a) estudo experimental da influência das variáveis mais importantes para o processo de secagem de iogurte por atomização;
- b) avaliação da influência de aditivos de secagem no desempenho do processo e eleição do aditivo mais promissor com o estudo para determinar sua máxima concentração possível no iogurte;
- c) estudo da secagem do iogurte em diferentes condições para a variável mais importante para o processo e em diferentes concentrações para o aditivo mais promissor;
- d) otimização das condições de processo;
- e) verificação experimental das condições de operação obtidas na etapa de otimização.

As variáveis mais importantes para a secagem por atomização — rotação do disco atomizador, temperatura do ar de entrada na câmara de secagem e vazão de alimentação de produto — foram estudadas por meio de delineamento fatorial 2^3 completo, com ponto central em triplicata. O estudo do efeito da depressão na câmara de secagem no resultado do processo foi feito por meio de delineamento fatorial 2^3 completo, sem ponto central, com aproveitamento do estudo inicial na condição de velocidade de rotação do disco atomizador mais desfavorável para o desempenho do processo.

O estudo da influência de aditivos foi feito variando-se a natureza do aditivo em condições consideradas as mais desfavoráveis para a eficiência da operação e em concentrações elevadas de aditivo, de forma a favorecer a evidência de algum benefício ao processo. O estudo do aditivo mais promissor foi feito com a escolha de uma condição de secagem considerada adequada em que se testaram diversas concentrações até que se atingisse a quantidade máxima possível de sua incorporação ao iogurte, para a determinação do espaço amostral da próxima etapa do estudo.

Como a vazão de alimentação de produto se mostrou a variável mais importante para o processo de secagem e a sílica pirogênica o aditivo mais promissor para se conseguir as melhores condições de secagem, foi feito estudo fatorial 2^2 , completo, com pontos axiais e com o ponto central em triplicata para a obtenção de superfícies de resposta.

Com os resultados, construíram-se modelos empíricos de resposta do sistema às condições experimentais, que permitiram estabelecer condições consideradas ótimas de acordo com as funções objetivo. Finalmente, o modelo construído foi avaliado para três condições operacionais: condição ótima de compromisso entre atributos do produto e desempenho do processo, condições ótimas para atributos do produto e condições ótimas para índices de desempenho do processo.

1.3 OBSERVAÇÕES

É importante ressaltar que os resultados deste trabalho se referem estritamente ao espaço amostral utilizado, principalmente em função da metodologia de estudo adotada, cuja abordagem é fundamentalmente empírica, porém, adequada para o conhecimento de sistemas intrinsecamente complexos. Assim, todas as discussões e conclusões obtidas, obrigatoriamente, são restritas ao espaço amostral considerado no estudo, ou seja, às faixas de valores em que os parâmetros foram estudados. Eventuais extrapolações ou conjecturas serão explicitamente indicadas no texto, com as ressalvas e cuidados que se fazem necessários nessas ocasiões.

Para facilitar o acompanhamento deste estudo, os resultados parciais foram separados por capítulos. Informações consideradas relevantes para o acompanhamento do texto foram

duplicadas em alguns pontos com o objetivo de oferecer ao leitor maior fluidez e conforto na leitura.

Por fim, a apresentação e formatação do presente documento seguiu rigorosamente as Diretrizes para Apresentação de Dissertações e Teses da Divisão de Biblioteca da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 4ª edição (2013).

2 REVISÃO DA LITERATURA

A revisão da literatura inicia pelo processo de secagem, com ênfase na secagem por atomização. Dos secadores por atomização é apresentado breve histórico, seguido do princípio de funcionamento, dos tipos principais de atomizadores e dos sistemas auxiliares para a remoção das partículas. Os principais arranjos utilizados na indústria e algumas inovações na área de atomização oferecem um panorama sobre as aplicações potenciais dessa operação unitária. As propriedades importantes para sólidos particulados, como a distribuição de tamanho de partículas, densidade aparente, umidade e atividade de água, características de dissolução, cor, composição, fluidez, friabilidade e morfologia completam esse assunto.

Na sequência, o texto examina o iogurte e sua secagem, especialmente por atomização, com foco em seus efeitos na sobrevivência de bactérias lácticas e nas propriedades de produtos particulados lácteos, terminando com a compilação de algumas características de iogurtes secos por atomização. Uma breve apresentação sobre a medida da cor estabelece os fundamentos teóricos e apresenta as expressões utilizadas para os cálculos.

Por fim, a revisão aborda a otimização de processos por meio de programação matemática com foco na otimização multiobjetivo. Um levantamento de aplicações de otimização multiobjetivo na indústria de alimentos e, especificamente, das aplicações da metodologia de superfícies de resposta na otimização da secagem de alimentos por atomização encerra o capítulo.

2.1 SECAGEM

De acordo com a Enciclopédia de Tecnologia Química Kirk-Othmer (2007, p. 93-4), secagem é a operação de separação que, por meio do calor, converte uma matéria-prima sólida, semissólida ou líquida em produto sólido por meio da evaporação do solvente. A mudança de fase do solvente induzida pelo calor e a obtenção de fase sólida como produto final são características essenciais da secagem térmica, muitas vezes também denominada desidratação. Assim, a secagem é um tema que combina ciência dos materiais com fenômenos de transporte transientes, envolvendo, simultaneamente, transferência de calor e de massa.

É uma operação unitária muito importante em diversos ramos industriais como os de alimentos, mineração, madeira, biotecnologia, produtos químicos em geral, papel, fertilizantes, produtos farmacêuticos, materiais cerâmicos e têxteis entre outros, somente para destacar sua relevância para o setor, uma vez que é a operação industrial que mais consome energia, competindo com a operação de destilação nesse aspecto. Tal importância é ilustrada pelo fato de a literatura registrar mais de 500 tipos de secadores e cerca de cem são utilizados regularmente em processos industriais comerciais. As razões para a secagem de materiais normalmente são a obtenção de condição mais estável para o produto, a facilidade de manuseio e a racionalização de custos com o transporte, conseguida pela redução substancial do volume original do material por meio da remoção de grande quantidade de solvente, característica para cada produto.

O presente estudo tem seu foco na secagem por meio de atomização (*spray drying*).

2.2 SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO

A secagem por atomização é uma técnica de processamento de matérias-primas líquidas, capazes de serem transferidas por meio de bombas, podendo conter partículas em solução, suspensão ou emulsão, que utiliza a pulverização do líquido para criar gotículas que são desidratadas até a formação de partículas individuais, enquanto escoam em um meio de secagem gasoso e quente, normalmente o ar. É uma operação unitária contínua de única etapa em que é possível secar produtos contendo teores de umidade em base úmida típicos de cerca de 30% até 85%, produzindo pós com umidades típicas de 2% a 4% (MASTERS, 1997; FILKOVÁ, HUANG e MUJUMDAR, 2006). Já na década dos anos 90, Masters (1997) indicava a importância e as possíveis tendências da secagem por atomização:

A demanda por produtos alimentícios em formas de pó e aglomerados feitos sob encomenda no mundo industrializado nunca foi tão grande como é nos dias de hoje. De todas as técnicas de processamento de alimentos capazes de produzirem esses produtos para atender essa demanda do mercado, a atomização oferece as melhores soluções. Por meio da combinação de tecnologias de atomização, fluidização e aglomeração, em projetos avançados de atomizadores, é possível atender as especificações de qualidade para produtos finais capazes de garantir benefícios nutricionais e aceitação dos consumidores por meio da utilização de um processo seguro, higiênico e ambientalmente correto. (1997, p. 90, tradução nossa).

2.2.1 HISTÓRICO DO DESENVOLVIMENTO DO PROCESSO

Os primeiros registros sobre a realização de secagem de leite por atomização datam de cerca de 1800. O processo começou a ter utilização industrial para a secagem de leite na década de 1850 e melhorias na tecnologia dos atomizadores de bico foram introduzidas no período de 1870 a 1900. Com o desenvolvimento dos atomizadores de disco rotativo houve expansão no emprego da atomização na década de 1920, com aplicações na secagem de leite, soro de leite e alimentos infantis. Contudo, os produtos obtidos naquela época, se comparados com os atuais, não apresentavam boa qualidade; nem sensorial, nem em relação a parâmetros físico-químicos. Na década de 1940 a indústria farmacêutica utilizou a atomização em processos para a produção de antibióticos, analgésicos, antiácidos e vitaminas. As vicissitudes da Segunda Guerra Mundial favoreceram a expansão dessa tecnologia por causa da maior facilidade de transporte de produtos desidratados em relação a suas formas hidratadas. Desde a década de 1950 a indústria de alimentos utiliza a atomização para o encapsulamento de aromas. Na década de 2000 tem-se registro de mais de 25000 atomizadores em operação comercial em diversos países, com capacidades de evaporação de alguns quilogramas até mais de 50 toneladas por hora, em setores diversos, como os exemplos citados no Quadro 1 (FILKOVÁ, HUANG e MUJUMDAR, 2006; GEA NIRO, 2012; Drying, 2007; PATEL, PATEL e SUTHAR, 2009; MASTERS, 1997).

Quadro 1 — Exemplos de produtos obtidos por atomização em escala industrial

Setores industriais	Exemplos de produtos
Químico	Resina fenol-formaldeído, catalisadores, aminoácidos
Cerâmico	Óxido de alumínio, óxido de ferro, caulim
Pigmentos e corantes	Corantes alimentícios, dióxido de titânio, pigmentos para tintas
Fertilizantes	Nitratos, sais de amônio, fosfatos
Detergentes e surfactantes	Enzimas para detergentes, alvejantes, agentes emulsificantes
Alimentos	Leite, soro de leite, ovos, proteína de soja
Frutas e vegetais	Banana, tomate, leite de coco
Carboidratos	Glicose, maltodextrinas, pectinas, gomas
Bebidas	Chá, café
Farmacêutico	Penicilina, antibióticos, hemoderivados, enzimas, vacinas
Biotecnológico	Algas, extrato de leveduras, enzimas
Controle ambiental	Licor negro de fábricas de papel

Fonte: MASTERS, 1997; FILKOVÁ, HUANG e MUJUMDAR, 2006 (adaptado); GEA NIRO, 2012.

2.2.2 PRINCÍPIO DE FUNCIONAMENTO

O processo de secagem por atomização pode ser descrito de forma geral como segue. O líquido ou suspensão contendo o material a ser seco é depositado em tanque que alimenta a bomba de deslocamento positivo. Essa bomba transporta o material até o topo da câmara de secagem onde normalmente se encontra o atomizador, que pode ser disco rotativo ou bico de pressão, para citar os dispositivos mais comuns. Por outro lado, ar é captado do ambiente por meio de ventilador adutor, podendo ser filtrado ou até desumidificado antes de entrar no ventilador. O ar frio passa por aquecedor para que sua temperatura seja elevada até o valor especificado para o processo. O aquecimento do ar pode ser feito por meio de resistência elétrica, vapor indireto e até por mistura direta em queimador de gás ou de óleo. No atomizador a fase líquida é pulverizada e gotículas de produto hidratado são formadas. O contato do ar quente com essas gotículas faz que a maior parte da água evapore em operação idealmente adiabática, numa única etapa, transformando o produto em pó. A maior parte do pó formado fica depositada no fundo da câmara de secagem. Como, na câmara de secagem, os sistemas trabalham com pressões diferentes da pressão atmosférica, as partículas mais leves são removidas com o ar e conduzidas ao ciclone para a segunda etapa de remoção. Partículas que não são retidas no ciclone são levadas junto com o ar para terceiro sistema de retenção que normalmente é constituído por filtros ou lavadores de gases, onde as partículas são posteriormente recuperadas, sendo o ar limpo conduzido novamente para o ambiente. De acordo com o propósito do equipamento, um sistema de controle mais ou menos refinado é instalado, de forma que valores de parâmetros importantes para o processo são indicados ou registrados (FILKOVÁ, HUANG e MUJUMDAR, 2006; GEA NIRO, 2012; PATEL, PATEL e SUTHAR, 2009).

2.2.3 ATOMIZADORES

A atomização é a etapa mais importante do processo de secagem, pois é nela que o material a ser seco é nebulizado. Os atomizadores mais utilizados em aplicações industriais são o de bico pressurizado (com um único fluido) e o de disco rotativo. O atomizador de bico pneumático, também conhecido como bico de dois fluidos, é utilizado em situações especiais

uma vez que, dos três tipos citados, é o que apresenta o maior consumo de energia (FILKOVÁ, HUANG e MUJUMDAR, 2006).

O tipo de atomizador determina a distribuição de tamanhos de gotas formadas, suas velocidades iniciais e suas trajetórias na câmara de secagem. A névoa formada pelas gotas faz que seja criada uma grande área para que os fenômenos de troca de calor e de massa com o ar aquecido ocorram em taxas elevadas, acelerando o processo de secagem para uma duração de segundos (MASTERS, 1997).

Os atomizadores de bico pressurizado funcionam sob pressões típicas de 5 MPa a 7 MPa, criando névoas por meio da conversão de energia de pressão em velocidade quando o líquido, em vazões de até 100 L/h, passa por orifícios com dimensões típicas de 0,4 mm a 4 mm, formando cones com ângulos que variam de 40° até 140°. Maiores vazões são conseguidas por meio do aumento do número de bicos. Esses atomizadores produzem gotas e partículas com diâmetros típicos de 10 µm a 800 µm em uma faixa estreita de diâmetros para cada processo e as partículas secas normalmente se apresentam na forma de esferas ocas (FILKOVÁ, HUANG e MUJUMDAR, 2006).

Nos atomizadores de disco rotativo, o produto a ser seco é inserido no centro do disco e é conduzido para fora por meio de força centrífuga, passando por canaletas circulares ou retangulares, retas ou curvas, que permitem vazões de até 200 t/h, com o uso de atomizadores com várias camadas de canaletas. Esses atomizadores são normalmente acionados diretamente por motores elétricos ou por meio de correias, ou ainda, por meio de engrenagens. Os discos giram com velocidades angulares típicas de 10000 a 30000 rotações por minuto (rpm), projetando as gotículas em ângulos de cerca de 180° em relação à base do disco, com velocidades típicas de 60 m/s a 200 m/s. Essa situação faz que as câmaras de secagem de atomizadores com discos rotativos tenham diâmetros maiores em relação às câmaras de secagem que utilizam bicos de pressão para processos equivalentes. Esses atomizadores caracterizam-se por serem muito flexíveis em relação aos tipos de líquidos que admitem no que diz respeito a suas propriedades físicas e produzem gotas e partículas com diâmetros típicos de 1 µm a 600 µm com grande homogeneidade na distribuição das partículas. Uma característica especial desse atomizador em relação aos outros é a que a

distribuição de tamanho de gotas e partículas pode ser controlada por meio do ajuste da velocidade angular do disco rotativo e a distribuição de tamanho de partículas é fundamental para a caracterização de material em pó (FILKOVÁ, HUANG e MUJUMDAR, 2006; MASTERS, 1997).

2.2.4 CÂMARA DE SECAGEM E PADRÕES DE ESCOAMENTO DO AR

Após a atomização, na câmara de secagem ocorre o contato das gotículas com o ar aquecido. Em relação à trajetória das partículas e do ar, esse contato pode apresentar três padrões de deslocamento: concorrente, em que as partículas e o ar deslocam-se para a mesma direção; contracorrente, em que as partículas e o ar deslocam-se em direções opostas e escoamento misto, no qual há uma combinação dos padrões descritos. No escoamento concorrente a admissão do ar na câmara de secagem pode ser feita de duas maneiras, de acordo com o desenho do distribuidor de ar: a) com rotação, de forma que se crie um vórtice e, b) sem rotação. O vórtice é utilizado tanto em equipamentos com atomizadores de bico de pressão como em equipamentos com discos rotativos; já a distribuição de ar na câmara de secagem sem rotação é utilizada quase que exclusivamente com atomizadores de bico de pressão. O escoamento concorrente tem como característica o estabelecimento de perfil de temperaturas relativamente uniforme na câmara de secagem que é favorecido se a distribuição do ar for feita em vórtice. É importante salientar que o escoamento contracorrente não é adequado para a secagem de produtos alimentícios, uma vez que as partículas mais secas entram em contato com o ar mais quente, resultando normalmente em degradação térmica do produto, comprometendo sua qualidade (FILKOVÁ, HUANG e MUJUMDAR, 2006; MASTERS, 1997).

2.2.5 SISTEMAS PARA O RECOLHIMENTO DO PÓ E EXAUSTÃO DO AR

A maior parte das partículas formadas no processo de secagem fica depositada na parede da seção inferior cônica da câmara de secagem e é escoada por meio de válvulas. Parte do material seco fica suspensa no ar que é retirado da câmara, uma vez que ela deve operar sob pressão negativa. Esse ar é conduzido para ciclone no qual os finos, denominação dada às partículas de menor tamanho, são removidos pelo fundo do equipamento. Alternativamente

aos ciclones, podem ser utilizados filtros de manga ou precipitadores eletrostáticos. A escolha depende de fatores associados ao produto, facilidade de limpeza e manutenção e custos. Eventual material que ainda seja carregado pelo ar, normalmente é removido por meio de lavadores de gases. Assim, o ar livre de partículas é reconduzido ao meio ambiente, de onde foi captado, em uma operação, nesse aspecto, ambientalmente correta (FILKOVÁ, HUANG e MUJUMDAR, 2006; MASTERS, 1997).

2.2.6 ARRANJOS DE SECADORES POR ATOMIZAÇÃO

Em virtude de a operação de atomização ser capaz de produzir pós com características bem definidas e constantes, de forma contínua e para diversas capacidades de produção, diversos arranjos de configurações de atomizadores com equipamentos auxiliares já foram testados para dar conta da secagem de vários produtos em diversos setores industriais, cada qual com peculiaridades que, para serem atendidas, determinaram o avanço dessa tecnologia. Assim, existem atomizadores que, em relação ao gás utilizado para a secagem, operam em ciclo aberto, semiaberto e fechado, utilizando ar, gás inerte ou ar com teor reduzido de oxigênio. Existem secadores verticais e horizontais; com único estágio de secagem, ou seja, apenas a atomização; dois estágios, com a atomização é feita no primeiro estágio e a secagem é completada, usualmente, em secador de leito vibro-fluidizado; e três estágios, com a atomização é feita no primeiro estágio, um leito fluidizado fixo constitui o segundo estágio e a finalização da secagem ocorre em leito fluidizado externo ao conjunto. Existem arranjos compactos cujo principal objetivo é a economia de energia. Há secadores por atomização que têm filtros integrados ao equipamento para atingir especificações de produtos, e outros, ainda, incorporam correias transportadoras de produto no equipamento (FILKOVÁ, HUANG e MUJUMDAR, 2006; MASTERS, 1997; PATEL, PATEL e SUTHAR, 2009; YOUNGS, 1986).

Para o presente estudo é conveniente apresentar as características de um equipamento vertical que utiliza ar aquecido em ciclo aberto e que realiza a secagem num único estágio com escoamento de ar concorrente e atomizador do tipo disco rotativo. Esse arranjo normalmente é adequado para matérias-primas líquidas não gordurosas ou com baixo teor de gordura em processos em que se deseja o produto final na forma de pó, e não na forma de um aglomerado. Para tanto, o disco normalmente deve operar em alta velocidade e o ar deve

ser inserido na câmara formando um vórtice. Nesse equipamento, a superfície das partículas deve estar suficientemente seca quando alcançam a parede da câmara de secagem, deslizando, logo após, para sua parte cônica inferior. Caso as gotículas sejam muito grandes, elas batem na parede da câmara sem que o material esteja completamente seco, possibilitando a formação de depósito de produto, principalmente na região próxima ao disco rotativo, fenômeno muito indesejável na secagem por atomização. O uso de marteletes hidráulicos instalados no lado externo da câmara de secagem tem como objetivo minimizar a intensidade desse fenômeno (MASTERS, 1997).

2.2.7 INOVAÇÕES NA SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO

Por conta, principalmente, da capacidade de produzir pós ou granulados com características exigidas pelo mercado consumidor, novos desenhos, arranjos e modificações operacionais têm sido relatadas na literatura especializada, embora grande parte dessas propostas ainda não se encontre disponível no ambiente industrial. Contudo, esses estudos indicam as tendências para o desenvolvimento da tecnologia de secagem por atomização. Entre essas propostas encontram-se a atomização com vapor superaquecido em sistema fechado, que tem a propriedade de evitar os perigos de fogo e explosão; a atomização horizontal em dois estágios com atomizadores de bicos de pressão, que contorna problemas de ampliação de escala para produtos alimentícios sensíveis ao calor e para produtos farmacêuticos, ainda com alegação de economia de energia no processo; a atomização em baixa umidade que utiliza um sistema de desumidificação do ar para que o processo possa ocorrer em temperaturas mais baixas em relação às temperaturas usuais do ar de entrada, sendo indicada para situações em que é impossível evitar a deposição de material na parede da câmara de secagem e o produto acaba se degradando por aquecimento excessivo; a atomização com liofilização é processo em batelada no qual o líquido é pulverizado em meio criogênico como, por exemplo, nitrogênio líquido, no qual as gotículas ficam congeladas para, posteriormente, serem desidratadas em liofilizador (FILKOVÁ, HUANG e MUJUMDAR, 2006).

Para a indústria farmacêutica busca-se a atomização em ambiente estéril para a formulação de materiais injetáveis. A atomização de espumas é outra vertente na indústria de alimentos, na qual produtos como leite ou café são previamente transformados em espumas e, então,

são pulverizados no equipamento para a obtenção de produtos com menor densidade aparente. Embora a atomização seja conhecida como a operação que produz principalmente material amorfo, ela também está sendo estudada para a produção de materiais cristalinos com o objetivo da obtenção de cristais com teor final de solvente e distribuição de tamanhos perfeitamente definidos, com base na alimentação de uma suspensão cristalina (PATEL, PATEL e SUTHAR, 2009). Como exemplo, lactose cristalina foi obtida por atomização com ar umidificado em atomizador Buchi B-290 alimentado por uma vazão de 3 mL/min e rendimento de $(19 \pm 9)\%$, uma vez que houve deposição de material na parede do ciclone (ISLAM, LANGRISH e CHIOU, 2010).

O microencapsulamento de ingredientes nutracêuticos, como vitaminas, minerais, pigmentos vegetais com propriedades antioxidantes, aromas e ácidos graxos essenciais por meio de atomização passa a ser cogitado à medida que processos que utilizam menores temperaturas para o ar de entrada são desenvolvidos. A seleção de equipamentos e o estabelecimento de parâmetros de processo adequados, juntamente com a pesquisa de materiais auxiliares de encapsulamento, poderão permitir maior oferta desses ingredientes no mercado, com preços mais competitivos (MURUGESAN e ORSAT, 2012). Um estudo sobre a influência das condições do processo de secagem por atomização de polpa de açaí, que é rica em antocianinas com propriedades antioxidantes, especialmente a cianidina-3-glicosídeo, auxiliada pelo uso de maltodextrinas em secador por atomização LabPlant SD-05 com valores extremos de vazões de alimentação entre 5 g/min e 25 g/min e rendimentos de processo da ordem de 50%, mostrou ser possível a retenção de cerca de 80 a 90% das antocianinas no pó (TONON, BRABET e HUBINGER, 2008). Um atomizador ultrassônico a vácuo foi utilizado para produzir probiótico (*Lactobacillus casei* subsp. *paracasei*) encapsulado em matriz contendo maltodextrinas e trealose em diferentes proporções que apresentou porcentagem de sobrevivência da ordem de 70%. As suspensões contendo o micro-organismo e os agentes de proteção foram alimentados na vazão de 9 mL/min no atomizador dotado de atomizador ultrassônico que utiliza a redução de pressão para favorecer a evaporação da água em temperaturas inferiores àquelas em pressão atmosférica e, conseqüentemente, realizando a secagem do produto termossensível em temperatura inferior àquela que seria necessária em atomizador operado em pressão atmosférica (SEMYONOV, RAMON e SHIMONI, 2011).

No que diz respeito à inovação no desenho do equipamento ou de suas partes, um novo tipo de bico atomizador, que funciona com base na tecnologia dos bicos de impressoras 3D utilizadas com materiais sintéticos que solidificam, foi apresentado na EuroDrying' 2011, em estágio de testes, em escala piloto com capacidade para cerca de 100 L/h. As vantagens alegadas são que esse bico permite que se trabalhe com líquidos de maior viscosidade, normalmente decorrente de maior concentração de sólidos, o que reduz a quantidade de água a ser evaporada. Contudo, sua principal característica é a de produzir gotículas monodispersas com a passagem do líquido através de orifício por meio de elemento piezoelétrico vibrador que utiliza frequências de cerca de 20 kHz, o que possibilita a obtenção de partículas mais ou menos arredondadas no produto final, com maior homogeneidade, tanto na forma quanto na dimensão (DEVENTER e HOUBEN, 2011).

O conceito de atomização reativa lida com a combinação de duas etapas de fabricação e processamento em único reator multifuncional com capacidade para produzir partículas sólidas de composição, forma e diâmetro especificados em única etapa. Assim, reação e secagem ocorrem simultaneamente, mas para conversões máximas, é importante que a reação ocorra mais rapidamente que a secagem, o que é possível com reações inorgânicas, com especial interesse na produção de catalisadores. Dessa forma, espera-se a obtenção de produto puro, seco e em forma de pó, com partículas esféricas na saída do atomizador reativo, suprimindo-se as operações convencionais de precipitação, secagem e cominuição numa única operação (REINHOLD, HORST e HOFFMANN, 2001).

Os desenvolvimentos [...] da tecnologia de atomização serão definidos pelos usuários, mas já está mais ou menos claro que os produtos obtidos nos sistemas de atomização convencionalmente disponíveis têm pouco apelo no mercado. A tendência aponta para a obtenção de produtos granulares com baixo teor de finos. Pode-se concluir, portanto, que o desenvolvimento da secagem por atomização será concentrado em sistemas que incorporem as possibilidades de granulação e aglomeração.

À medida que a manipulação da forma do produto se torna mais especializada é de se esperar que a secagem por atomização não se restrinja a uma operação básica de secagem. A secagem por atomização se desenvolverá no sentido de se transformar em um sistema para o processamento de produtos em pó, no qual a forma e a formulação do produto podem ser manipuladas de forma a produzir uma grande variedade de produtos com valor agregado, elaborados de acordo com especificações externas. (YOUNGS, 1986, p. 223, tradução nossa).

2.2.8 PRODUTOS ALIMENTÍCIOS ADEQUADOS PARA SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO

De acordo com Filková, Huang e Mujumdar (2006), Masters (1991) e Strumillo e Kudra (1986), são adequados para a secagem por atomização produtos que se apresentem na forma física de líquidos, suspensões, pastas macias ou lamas capazes de serem escoadas com auxílio de uma bomba. Além disso, a atomização se caracteriza por ser uma operação de secagem capaz de produzir esferas relativamente uniformes do produto com a mesma proporção de componentes não voláteis existentes no material levado a secar (DITTMAN e COOK, 1977). O iogurte natural, por ser um produto de consistência pastosa e não ter a adição de outros materiais que poderiam causar entupimentos no equipamento, com relação ao aspecto fluido dinâmico, atende aos requisitos exigidos para a operação de atomização.

2.2.9 CARACTERÍSTICAS IMPORTANTES PARA O PRODUTO

As condições de operação de um processo de atomização determinam a morfologia da partícula, que é responsável pelas propriedades de fluidez e densidade aparente do pó e pela friabilidade, tamanho e distribuição de partículas (WALTON e MUMFORD, 1999). As principais características sobre as quais se deseja obter controle no processo de atomização são: tamanho e distribuição das partículas, densidade aparente, umidade, dissolução, cor e uniformidade de composição do produto. Como na secagem por atomização são obtidas partículas de vários tamanhos, as propriedades de cada partícula apresentam pequenas variações em relação ao conjunto total. Portanto, os valores obtidos para as características do produto final representam valores médios (HUNTINGTON, 2004).

2.2.9.1 Tamanho e distribuição de tamanhos de partículas

As características mais importantes de um pó são o tamanho e a distribuição de suas partículas, pois isso define, em grande parte, sua adequação às exigências de sua aplicação. Pode-se até dizer que essa é a questão central da tecnologia de atomização e existe considerável literatura sobre a escolha correta de um secador por atomização e de seus equipamentos auxiliares para a produção de pós com determinadas características. O tamanho e a distribuição de tamanho de partículas estão diretamente relacionados com o tamanho e a distribuição das gotículas formadas por ocasião da atomização do líquido.

Portanto, a estimativa do tamanho da gota permite que se tenha relativo controle sobre o tamanho da partícula formada. O tamanho médio da gota é valor que caracteriza toda a distribuição de gotas formadas na atomização e esse parâmetro, juntamente com a distribuição de tamanhos, define as características de uma atomização em particular. O diâmetro médio de Sauter parece ser o parâmetro que melhor caracteriza a névoa de gotas formadas. Ele é definido pela razão entre o volume total pela área superficial total das gotículas formadas e representa o diâmetro de partícula que tem a mesma relação entre volume e superfície de toda a névoa formada na atomização, ou das partículas de produto formadas. Sua expressão é dada por

$$D_{3,2} = \frac{\sum_i D_i^3 f_i}{\sum_i D_i^2 f_i} \quad (1)$$

em que, $D_{3,2}$ é o diâmetro médio de Sauter para uma distribuição de partículas e f_i é a frequência numérica com que o diâmetro D_i aparece na amostra. O diâmetro de Sauter da gota representativa da distribuição pode ser estimado com incertezas de $\pm 30\%$ por meio da expressão (2), de Friedman, Glukert e Marshall, Jr. (1952), e das correlações (3) e (4):

$$\frac{D_{3,2}}{r} = 0,4 \left(\frac{\dot{M}}{N_v b \rho N r^2} \right)^{0,6} \left(\frac{N_v \mu b}{\dot{M}} \right)^{0,2} \left(\frac{\sigma b^3 \rho N_v^3}{\dot{M}^2} \right)^{0,1} \quad (2)$$

$$D_{3,2} = 0,241 \left(\frac{1}{N} \right)^{0,6} \left(\frac{1}{\rho} \right)^{0,3} \left(\frac{\mu \dot{M}}{2r\rho} \right) \left(\frac{\sigma}{N_v b} \right)^{0,1} \quad (3)$$

$$D_{3,2} = 1,62 \times 10^{-3} (N)^{-0,53} (\dot{M})^{0,21} (2r)^{-0,39} \quad (4)$$

nas quais, $D_{3,2}$ é o diâmetro médio de Sauter para uma distribuição de partículas (m), $\dot{M}$ é a vazão mássica de alimentação (kg/s), N é a velocidade do disco rotativo (rps), r é o raio do disco (m), b é a altura da canaleta (m), N_v é o número de canaletas, ρ é a densidade do fluido (kg/m³), σ é a tensão superficial do fluido (N/m) e μ é a viscosidade do fluido (Pa·s). Observa-se que a correlação (4) não leva em conta características físicas do líquido, podendo ser utilizada para uma estimativa grosseira do diâmetro da gota (FILKOVÁ, HUANG e MUJUMDAR, 2006). Os autores não fazem referência em relação às faixas de valores de cada parâmetro para a

aplicação das expressões, o que recomenda que a interpretação de seus resultados seja feita com cautela.

Ainda, com relação às gotículas, é importante observar que quanto menor seu tamanho, maiores os coeficientes de transferência de calor e massa e menor a distância para a difusão interna; conseqüentemente, elas secam mais rápido e, dependendo do material, são mais propensas a sofrerem degradação térmica (WALTON e MUMFORD, 1999).

2.2.9.2 Densidade aparente

A densidade aparente do produto final depende muito da natureza do material levado a secar, caso ele forme partículas isoladas ou aglomerados. Contudo, sabe-se que ela é fundamentalmente influenciada pela concentração de material sólido na alimentação, temperatura do ar de secagem, que pode gerar vapor no interior das partículas e favorecer sua expansão volumétrica, e distribuição de partículas, que afetará a distribuição do volume vazio na acomodação do pó. Outros fatores importantes são a vazão de alimentação, a técnica de atomização e o teor residual de umidade no produto. O controle da densidade é importante porque muitas das operações de embalagem de pós são feitas com base no volume adicionado e não na massa de produto (HUNTINGTON, 2004; WALTON e MUMFORD, 1999).

A determinação das densidades aparentes dos pós na condição aerada e na condição de máximo empacotamento permite o cálculo de dois índices que caracterizam a natureza do escoamento do produto, a saber: os índices de Hausner e de Carr. O índice de Carr também é denominado índice de compressibilidade. De acordo com os valores, as partículas são classificadas, em relação ao escoamento, em diversas categorias de fluidez ou escoabilidade.

A densidade aparente aerada (ρ_a), também conhecida por *bulk density*, é definida pela relação obtida pela massa de produto vertida por derramamento lento por meio de funil em cilindro graduado até volume determinado (V_i), sem perturbar ou alterar o empacotamento. A densidade aparente na condição de máximo empacotamento (ρ_c), conhecida por *tapped density*, é obtida pela relação entre a massa de produto já determinada e o volume compactado (V_c) da amostra por meio de procedimento padronizado de impactos até que se

obtenha volume constante. Dessa forma, com os valores da massa e dos volumes inicial e final da amostra, calculam-se os valores das densidades aeradas nas duas condições e, com esses valores, os índices de Hausner (I_H) e de Carr (I_C), ou índice de compressibilidade, conforme as expressões a seguir (ALDEIA, 2004).

$$I_H = \frac{\rho_c}{\rho_a} \quad (5)$$

$$I_H = \frac{V_i}{V_c} \quad (6)$$

$$I_C = 100 \times \frac{(\rho_c - \rho_a)}{\rho_c} \quad (7)$$

$$I_C = 100 \times \frac{(V_i - V_c)}{V_i} \quad (8)$$

De acordo com os valores desses índices, os pós são classificados em função de sua fluidez ou escoabilidade, conforme a Tabela 1, a seguir, reproduzida da Farmacopeia Americana e geralmente aceita (USP 37, 2014b).

Tabela 1 — Escala de escoabilidade para pós

Fluidez do pó	Índice de Hausner	Índice de Compressibilidade (%)
Excelente	1,00 a 1,11	≥ 10
Boa	1,12 a 1,18	11 a 15
Razoável	1,19 a 1,25	16 a 20
Tolerável	1,26 a 1,34	21 a 25
Ruim	1,35 a 1,45	26 a 31
Muito ruim	1,45 a 1,59	32 a 37
Péssima	$> 1,60$	> 38

Fonte: USP 37, 2014 (tradução nossa).

2.2.9.3 Fluidez

Os fatores que influenciam a fluidez de um pó são o tamanho e a distribuição das partículas, a morfologia — formato —, o teor de umidade e a natureza do material em relação à higroscopicidade. A fluidez normalmente é caracterizada pelo ângulo de repouso do material,

mas não exclusivamente. Contudo, um fator decisivo para a fluidez é o nível de aglomeração das partículas dentro do pó. Com relação à maior ou menor fluidez, os pós são classificados em: a) pós de livre escoamento; b) pós de escoamento semilivre; e c) pós de escoamento coesivo. Os pós de livre escoamento apresentam pouca ou nenhuma aglomeração entre suas partículas, enquanto os de escoamento semilivre já apresentam partículas aglomeradas em maior quantidade. Entretanto, é nos pós de escoamento coesivo que existem aglomerações massivas de partículas, o que explica sua baixa fluidez. Em geral, quanto maior o tamanho da partícula e mais estreita sua distribuição de tamanhos, ou seja, maior a homogeneidade, maior o livre escoamento do pó. Por outro lado, os pós com escoamentos semilivre e coesivo geralmente apresentam partículas de tamanho inferior quando comparados aos pós de livre escoamento (WALTON e MUMFORD, 1999).

2.2.9.3.1 Forças coesivas entre sólidos

A aglomeração de partículas pode ser particularmente importante em operações unitárias que envolvem troca de calor, como é o caso da secagem. Por exemplo, se um líquido contido nos poros ou interstícios de material particulado possui substâncias dissolvidas que cristalizam durante a secagem, pode ocorrer a formação de pontes sólidas que normalmente geram aglomerados indesejáveis no produto final. Em alguns casos é possível, por meio de processos mecânicos, fragmentar as partículas até a granulometria desejada, mas noutros não (PIETSCH, 1997).

Para que ocorra a formação de aglomerados entre partículas é necessária a presença de forças de atração, que podem ser divididas em cinco categorias principais: pontes sólidas, forças de tensão superficial e pressão capilar entre superfícies capazes de se mover livremente, forças coesivas e adesivas em agentes ligantes sem capacidade de se moverem livremente, forças de atração entre partículas sólidas e ligações dependentes da forma do material, conforme mostra a Figura 1. As pontes sólidas podem ser formadas por meio de reações químicas, cristalização de substâncias dissolvidas que atuam como agentes ligantes, agentes ligantes de cura, solidificação de materiais fundidos e por sinterização em altas temperaturas, por meio da difusão de moléculas de uma partícula para outra em pontos de contato. As pontes líquidas entre sólidos geram uma força de atração que é dada pela soma da força de pressão devida à

capilaridade com a da tensão superficial do líquido, cujo valor aumenta com a proximidade das partículas e que desaparecem se o líquido evapora. Materiais altamente viscosos e líquidos orgânicos de alto peso molecular podem formar ligações muito parecidas com pontes sólidas. Forças típicas de curto alcance como as de Van der Waals, eletrostáticas e magnéticas fazem que as partículas fiquem aderidas umas às outras, caso estejam muito próximas, e esse fenômeno é favorecido com a diminuição do tamanho das partículas. As forças de Van der Waals são intermoleculares e atuam em uma distância da ordem de $0,1\ \mu\text{m}$ entre superfícies de materiais sólidos e diminuem rapidamente com o aumento da rugosidade da superfície. A força eletrostática ocorre entre duas partículas carregadas eletricamente com excesso de carga e, caso as cargas sejam opostas, ela é de atração, sendo esse mecanismo particularmente importante na formação inicial de aglomerados. No caso de partículas presentes em fase líquida, a dupla camada eletrostática, existente em condições de equilíbrio de cargas, determina a existência de uma força entre elas. Esse fenômeno pode ocorrer se as partículas se tocarem e é permanente, sendo essa força superior à força de Van der Waals e favorecida pela rugosidade das superfícies em contato. Por fim, por causa do formato, partículas podem ficar encaixadas umas nas outras, permanecendo unidas por uma condição mecânica (PIETSCH, 1997; SHINOHARA, 1997).

Figura 1 — Mecanismos de aglomeração de partículas

Fonte: Pietsch, 1997 (adaptado).

Tipos de adesão: (a) fusão parcial, ponte de sinterização, cristalização de substâncias (partículas solúveis); (b) reação química, agentes ligantes de cura, ligantes muito viscosos, camadas de adsorção (espessuras $<3\ \text{nm}$); (c) pontes líquidas, agentes ligantes de cura, cristalização de substâncias solúveis (dissolvidas no líquido), deposição de partículas suspensas; (d) forças moleculares (Van der Waals), forças eletrostáticas; (e) encaixe de partículas por causa do formato.

2.2.9.4 Umidade e atividade de água

O teor de umidade no produto final é importante para garantir a fluidez do pó, uma vez que altos teores podem favorecer a aglomeração das partículas. Por outro lado, um teor de

umidade muito baixo, obtido pelo excesso de calor na secagem pode causar problemas na coloração e gerar material insolúvel em níveis inaceitáveis para o produto (HUNTINGTON, 2004).

O teor de umidade está relacionado à atividade de água de um determinado produto por meio de isotermas de sorção. O conhecimento do valor da atividade de água é importante, pois está ligado a taxas de crescimento de bactérias, leveduras e bolores; reações enzimáticas, de oxidação lipídica e de escurecimento, como exemplos, que influenciam diretamente a estabilidade microbiológica, química e sensorial do produto (RIBEIRO e SERAVALLI, 2004). O estudo feito por Stencl (2004) sobre a modelagem de isotermas de sorção de água para o produto obtido por secagem de iogurte em atomizador testou o ajuste de quatro modelos para a umidade relativa de equilíbrio em função da atividade de água, entre 0,4 e 0,99, e da temperatura, entre 20 °C e 40 °C. O modelo que melhor se ajustou foi o de Chung-Pfost com o qual foi estimado um valor entre 8,1% e 8,9% para a umidade de equilíbrio (em base úmida) a 20 °C, correspondente à atividade de água de 0,6, considerado o valor crítico para evitar o crescimento microbiano no produto.

2.2.9.5 Características de dissolução

No caso de materiais que devem ser solubilizados antes da utilização, a velocidade da dissolução é uma medida de seu desempenho, juntamente com a ausência ou a minimização de resíduos insolúveis. Essas propriedades podem ser adequadamente verificadas por meio de testes para avaliar o índice de insolubilidade, dispersibilidade — capacidade de um pó se dispersar em determinado líquido — e umectabilidade — capacidade do pó ser molhado por determinado líquido (HUNTINGTON, 2004).

2.2.9.6 Cor

A cor é importante atributo relacionado com a identidade do produto e, portanto, funciona como critério de aceitação por parte dos consumidores. O produto final não deve se apresentar descolorido ou com aspecto de queimado como resultado de mau processamento. A qualidade da cor das matérias-primas utilizadas exerce grande impacto na cor do produto final; além disso, partículas grandes podem gerar sombra sobre outras partículas, fazendo que

se pareçam mais escuras (HUNTINGTON, 2004). A determinação da cor em produtos industrializados normalmente é feita por meio da escala de cor CIE $L^*a^*b^*$, ou CIELAB, proposta em 1976 pela CIE — *Commission Internationale de L'éclairage* —, que é uma escala de cores aproximadamente uniforme, tendo sido desenvolvida para a comparação de valores de cores (HUNTER LAB, 2012). Detalhes sobre a medição da cor encontram-se na seção 2.5.

2.2.9.7 Composição uniforme

A composição uniforme é importante tanto para o desempenho do produto quanto para o desempenho e segurança do processo. É fundamental que não ocorra variação na composição do fluido de alimentação por meio de sedimentação, aglomeração ou outro fenômeno durante a atomização ou secagem do produto. A suspensão de alimentação deve ser a mais uniforme possível em termos de densidade, temperatura, viscosidade, homogeneidade, teor de umidade, nível de aeração e conversão, caso haja alguma reação química, para garantir que a atomização seja uniforme. As características do fluido de alimentação são fundamentais para a determinação das características das gotas e do pó, influenciando a densidade aparente, tamanho de partícula e taxa de secagem, bem como a morfologia do produto (HUNTINGTON, 2004).

2.2.9.8 Friabilidade da partícula

A resistência física — friabilidade — de partículas secas por atomização é difícil de ser determinada. A friabilidade de 39 diferentes materiais obtidos por atomização foi estudada por Walton e Mumford (1999) que, em virtude da dificuldade em realizar medidas diretas da resistência, definiram quatro categorias em relação ao comportamento dos materiais estudados por meio da aplicação de leve compressão sobre as partículas e posterior observação de seu comportamento. As quatro categorias foram identificadas por “friabilidade F1” até “friabilidade F4” e apresentam as seguintes características:

Friabilidade F1 — A partícula é macia com quase nenhuma resistência à deformação. No ponto de escoamento, a partícula se desintegra rapidamente, formando um grande número de fragmentos pequenos.

Friabilidade F2 — A partícula é macia com uma pequena resistência à deformação, apresentando um comportamento plástico durante a deformação. A superfície ou invólucro da partícula é rompido sem que se fragmente.

Friabilidade F3 — A partícula é dura e existe uma resistência à deformação. No ponto de escoamento, a partícula se desintegra em vários fragmentos grandes.

Friabilidade F4 — A partícula é dura e quebradiça apresentando resistência à deformação. No ponto de escoamento a partícula se quebra em um grande número de fragmentos irregulares. (WALTON e MUMFORD, 1999, p. 28, tradução nossa).

A categoria F4 é composta por pós de natureza semelhante, principalmente, os obtidos de produtos lácteos que, na secagem, formam uma casca dura na partícula, por causa de proteínas como a caseína e albuminas (WALTON e MUMFORD, 1999).

2.2.9.9 Morfologia da partícula

Com o auxílio de microscopia óptica e também de microscopia eletrônica de varredura (MEV), Walton e Mumford (1999) puderam identificar três distintos tipos morfológicos em materiais secos por atomização: aglomerados, formadores de película e cristalinos. Suas principais características são:

Aglomerados — constituídos de partículas formadas de grânulos individuais unidos por uma poeira submicrômica, ou seja, de dimensões inferiores a 1 μm , e/ou por material aglutinante.

Formadores de película — constituídos de partículas formadas por uma fase não líquida de natureza polimérica ou submicrocristalina.

Cristalinos — constituídos de partículas formadas por grandes núcleos cristalinos individuais unidos por uma fase contínua microcristalina. (WALTON e MUMFORD, 1999, p. 31, tradução nossa).

A maioria dos pós da categoria “aglomerados” apresenta morfologia esférica, sólida e normalmente com tamanhos regulares e, internamente, sólidos ou ocos. As partículas com aspecto de película são formadas por uma fase contínua não líquida que é difícil de ser definida do ponto de vista estrutural. Em produtos lácteos, essa fase pode ser formada por proteínas desnaturadas como a caseína e as albuminas. Os pós obtidos que apresentam morfologia cristalina são parecidos com os de estrutura aglomerada, contudo, apresentam diferenças em relação à maior quantidade de quebras e fissuras superficiais, mais partículas

com formatos irregulares e praticamente, apresentam todas as partículas ocas. Provavelmente, essa morfologia aparece como resultado da evaporação do líquido interno, capaz até de causar a explosão da estrutura, criando as fraturas e fissuras observadas (WALTON e MUMFORD, 1999).

2.3 IOGURTE

O iogurte é leite fermentado caracterizado pelo tipo de cultura láctica utilizada em sua produção. De acordo com o *Codex Alimentarius* da Organização para Alimentos e Agricultura da Organização Mundial de Saúde (FAO/WHO, 2003) as culturas lácticas que devem ser adicionadas ao leite para a obtenção de iogurte são simbióticas de *Streptococcus thermophilus* e *Lactobacillus delbrueckii* subsp. *Bulgaricus*. Contudo é permitida a adição de outros micro-organismos além daqueles específicos para o produto. No Brasil, a Instrução Normativa número 46 de 23 de outubro de 2007, da Divisão de Produtos de Origem Animal (DIPOA), do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), que aprova o “Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leites Fermentados” entende por Leites Fermentados

os produtos adicionados ou não de outras substâncias alimentícias, obtidas por coagulação e diminuição do pH do leite, ou reconstituído, adicionado ou não de outros produtos lácteos, por fermentação láctica mediante ação de cultivos de micro-organismos específicos. Estes micro-organismos específicos devem ser viáveis, ativos e abundantes no produto final durante seu prazo de validade,

e define iogurte como sendo o leite

cuja fermentação se realiza com cultivos protosimbióticos de *Streptococcus salivarius* subsp. *thermophilus* e *Lactobacillus delbrueckii* subsp. *bulgaricus* podendo ser acompanhados, de forma complementar, por outras bactérias ácido-lácticas que, por sua atividade contribuem para a determinação das características do produto final.

Ainda, com relação à legislação brasileira, tem-se que os leites fermentados não podem receber qualquer tipo de tratamento térmico após a fermentação, devem ser conservados e comercializados em temperaturas não superiores a 10 °C, e os micro-organismos das culturas lácteas devem estar viáveis e ativos e em concentrações iguais ou superiores às definidas pela legislação até o prazo de validade do produto.

A Tabela 2 apresenta características básicas do iogurte, compiladas do *Codex Alimentarius* e da Instrução Normativa número 46, de 23/10/2007, da DIPOA/MAPA.

Tabela 2 — Características do iogurte

Constituinte	Quantidade
Proteínas lácteas (g/100 g)	2,9% mín.*
Matéria gorda láctea (g/100 g)	15% máx.
Acidez titulável, expressa como porcentagem de ácido láctico (g/100 g)	0,6% mín. a 1,5% máx.*
Total de bactérias lácticas (Unidade Formadoras de Colônias, UFC/g)	10 ⁷ mín.
Outros microrganismos adicionados como suplemento (UFC/g)	10 ⁶ mín.

Fonte: FAO/WHO, 2003 e *BRASIL/MAPA/DIPOA, 2007.

O iogurte é produto nutritivo, rico em proteínas e com grande aceitação por causa de sua textura, gosto e aroma, atribuído à presença de acetaldeído. É produto associado à manutenção de boa saúde e tem comprovadas propriedades funcionais, além de existirem alegações de propriedades terapêuticas (KUMAR e MISHRA, 2004). O estudo de Bayarri *et al.* (2011) identificou três grupos de consumidores com critérios distintos para a preferência de iogurtes sob o aspecto sensorial; contudo, motivos como o fato de ser produto natural bem conhecido e ter a reputação de ser benéfico à saúde também influenciam a decisão de consumo.

Os valores da acidez do iogurte, expressa como porcentagem de ácido láctico de 0,6% até 1,5% (BRASIL. MAPA. DIPOA., 2007) equivalem a pH de 4,6 ou inferior após 48 h de fermentação. Esse baixo pH do iogurte cria ambiente desfavorável para bactérias que deterioram matéria orgânica além de leveduras e bolores, favorecendo, naturalmente, a conservação do produto (KUMAR e MISHRA, 2004). Em temperaturas de refrigeração, da ordem de 6 °C, o produto se conserva com teores adequados de micro-organismos por mais de um mês, apresentando redução lenta e gradual em suas populações com o passar do tempo (BIELECKA *et al.*, 2000).

Na Tabela 3 são apresentadas composições típicas de iogurtes.

Tabela 3 — Composições típicas de iogurtes

Constituinte (por 100 g)	iogurte com alto teor de gordura	iogurte com baixo teor de gordura	iogurte de frutas
Água (g)	81,9	84,9	77,0
Sólidos totais (g)	18,1	15,1	23,0
Gordura (g)	3,0	0,8	0,7
Proteína (g)	5,7	5,1	4,1
Lactose (g)	7,8	7,5	-
Cálcio (mg)	200	190	150
Fósforo (mg)	170	160	120
Sódio (mg)	80	83	64
Potássio (mg)	280	250	210
Zinco (mg)	0,7	0,6	0,5

Fonte: Kumar e Mishra, 2004.

No Brasil, o iogurte é produto alimentício cujo lançamento mais desperta desejo de experimentar nos consumidores (FIESP-ITAL, 2010) e sua produção cresceu 300% de 2006 a 2011, sendo o país o terceiro maior consumidor mundial de iogurtes (EUROMONITOR INTERNATIONAL, 2011).

2.4 SECAGEM DE IOGURTE

O principal objetivo da obtenção do iogurte na forma de pó é conseguir produto de alta qualidade, com maior prazo de validade e sem necessidade de refrigeração. Obviamente há economia em embalagens, transporte e armazenagem por causa da remoção de grande volume de água do produto, favorecendo seu manuseio e dosagem (KOC *et al.*, 2010; KUMAR e MISHRA, 2004).

O produto obtido pela secagem do iogurte pode ter diversas aplicações em confeitaria, em sobremesas geladas, na preparação de sopas, na fabricação de molhos, pastas e emulsões, em misturas para alimentação de atletas ou idosos, em alimentação animal, como iogurte instantâneo e até mesmo como cultura de iniciação na produção de iogurte (KEARNEY *et al.*, 2009; KUMAR e MISHRA, 2004).

Se for possível, é conveniente que o iogurte seja concentrado antes de ser seco para a redução do teor de água do produto, e isso pode ser feito por meio da aplicação de pressão em sacos de tecido contendo iogurte por 12 h a 18 h; por meio da aplicação de pressão em tela sobre o iogurte em equipamento apropriado para remoção do soro; por meio de ultrafiltração e da evaporação a vácuo. A secagem normalmente é realizada por liofilização ou atomização. A liofilização é o melhor processo para obtenção de produto mais semelhante ao original, porém é processo caro; a atomização é o processo mais conveniente em termos de simplicidade operacional, tempo de processo e custo. A secagem com auxílio de micro-ondas ainda se encontra em estágio experimental. Todos os processos causam alterações no produto original, em maior ou menor extensão. As principais são: alteração da composição, destruição de vitaminas e consequente modificação do perfil nutricional, redução do número de micro-organismos viáveis, perda de aromas e de propriedades reológicas, modificando o perfil sensorial do produto reconstituído desfavoravelmente em relação ao original. Com relação à sobrevivência dos micro-organismos durante a armazenagem do produto seco, observa-se que ela é inversamente proporcional à temperatura utilizada. Assim, as bactérias conservadas refrigeradas sobrevivem por mais tempo que as conservadas em temperatura ambiente, o que é desvantagem econômica. Isso enseja a intervenção tecnológica no processo com o uso de agentes auxiliares de secagem e/ou protetores da microbiota, de acordo com o objetivo da operação; bem como o estudo da secagem em condições menos agressivas para o produto (FU e CHEN, 2011; KUMAR e MISHRA, 2004; MENG *et al.*, 2008).

2.4.1 SECAGEM DE IOGURTE POR ATOMIZAÇÃO

Na revisão feita por Kumar e Mishra (2004) são relatados quatro estudos com relação às variáveis de processo na secagem de iogurte por atomização. No primeiro, leite desnatado foi inoculado com iogurte de forma que o teor total de sólidos ficasse em 19%, 21%, 23% e 25%. As condições adotadas nas temperaturas do ar de entrada foram 170 °C e 190 °C e foi utilizado atomizador de disco rotativo com velocidades angulares de 16000 rpm, 20000 rpm e 24000 rpm. Com auxílio de delineamento experimental chegou-se à conclusão que as melhores condições na secagem foram alcançadas nos produtos com até 23% de teor total de sólidos secos, com ar entrando a 170 °C e com o disco girando em 24000 rpm. Nada é dito sobre a capacidade do atomizador, nem sobre a temperatura de saída do ar ou a vazão de

alimentação; contudo, relatam que o produto final apresentou alto teor de umidade, não declarado. No segundo estudo é descrita a secagem de iogurte em atomizador em escala piloto de bico pressurizado com pressão de trabalho de 0,2 MPa e vazão de 7,31 mL/min, com temperaturas do ar de entrada e de saída, respectivamente, de 120 °C e 73 °C e nenhuma informação adicional. No terceiro estudo, realizado em equipamento de laboratório de bico pressurizado com pressão de trabalho de 98 kPa e vazão de ar quente de 0,28 m³/min, há a indicação das temperaturas de entrada e saída do ar, 160 °C e 60 °C, respectivamente, e também da alimentação, 30 °C. No último estudo, indicam as temperaturas de 190 °C e 95 °C para o ar de entrada e de saída, respectivamente, e a rotação de 25000 rpm para o disco atomizador. Detalhes sobre o produto obtido nessas condições não são fornecidos, nem informações sobre eventuais problemas operacionais. Em seguida, informam que, em geral, a atomização afeta negativamente as propriedades sensoriais e reológicas do produto obtido pela secagem do iogurte, por causa da perda de acetaldeído e da destruição da estrutura de gel durante a secagem. Contudo, relatam que boa retenção de acetaldeído foi conseguida com iogurte contendo teor de 25% de sólidos totais atomizado em disco rotativo na velocidade de 23000 rpm e com temperaturas de 210 °C e 70 °C para o ar de entrada e saída, respectivamente. Além disso, informam que a adição de hidrocolóides, como gomas carragena, xantana ou gelana, favorece a retenção do acetaldeído e promove melhor solubilidade e dispersão do iogurte em pó.

No trabalho de Boyaval e Schuck (1994) há a indicação da secagem por atomização de iogurte com pH entre 4,0 e 4,1 para obtenção de *L. bulgaricus*, utilizando-se temperaturas para o ar de entrada de 180 °C a 190 °C e, para o ar de saída, 85 °C a 95 °C. Nessas condições, a porcentagem de micro-organismos viáveis em relação à população inicial foi de 0,1%.

O trabalho de Koc *et al.* (2010) teve como propósito otimizar as condições do processo de secagem de iogurte natural por atomização, aumentando a viabilidade dos micro-organismos e melhorando outros atributos de qualidade. Para tanto, utilizaram atomizador de bico de pressão em escala piloto, com admissão de ar concorrente em câmara de secagem com dimensões de 0,87 m de diâmetro e 1,2 m de altura. A pressão de trabalho foi de 296 kPa e a vazão de ar quente, de 1,54 m³/min, fixas para todos os ensaios. O iogurte utilizado foi adquirido do mercado local e continha 14,2% de sólidos totais (em base úmida) e 1,5% de

gordura, tendo sido batido antes de ser levado a secar. Por meio de planejamento experimental composto central, com 20 ensaios, estudaram as seguintes variáveis nas respectivas faixas: temperatura do ar de entrada, entre 150 °C e 180 °C; temperatura do ar de saída, de 60 °C a 90 °C, ajustada pela vazão de alimentação, e temperatura da alimentação, de 4 °C a 30 °C. Com os resultados foram construídos modelos matemáticos empíricos suficientemente exatos, com boa capacidade preditiva dos fenômenos. Por meio de análise de variância (ANOVA) verificou-se que, das variáveis estudadas, a única estatisticamente significativa para todas as respostas do sistema foi a temperatura de saída do ar, e as condições ótimas estabelecidas por meio da metodologia de superfície de resposta foram as seguintes: temperatura do ar de entrada, 171 °C; temperatura do ar de saída, 60,5 °C e temperatura da alimentação, 15 °C. Nessas condições, a porcentagem de micro-organismos viáveis foi de 2%, a maior entre os valores observados. A dependência da porcentagem de células viáveis com a temperatura do ar de saída obedeceu a um comportamento linear, como já fora observado no trabalho de Ananta, Volkert e Knorr, (2005). O produto obtido nas condições ótimas do estudo foi reconstituído até o teor original de sólidos totais e teve sua cor comparada com o iogurte fresco, de acordo com o sistema CIE Lab. A diferença de cor, ΔE , foi de 2,97 tendo sido afetada por discretas interações entre as variáveis independentes. A aceitação sensorial foi feita com base em escala de 5 pontos para quatro atributos avaliados, num total de 20 pontos. Foram avaliadas a aparência, o gosto (*taste and flavor*) e a consistência na boca e na colher, e o produto obteve a média de 18,6 pontos. O teor de umidade foi de 6,83% em base úmida. A análise da morfologia das partículas com auxílio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) mostrou partículas em sua maioria esféricas com a superfície fundamentalmente lisa, com depressões e fissuras eventuais.

Existe uma grande tendência de alimentos contendo ácido láctico, que tem uma temperatura de transição vítrea de -60 °C, em formar depósitos na parede do atomizador, prejudicando o rendimento da operação. Para o iogurte, que tem um teor de ácido láctico variando entre 7,35 e 10,84% (m/m, em base seca), o rendimento— recuperação de sólidos totais — no processo de secagem foi, em média, de 82%. O baixo rendimento pode ser explicado pelo desenho do equipamento que faz que muito material fique nos tubos e conexões. Por outro lado, o depósito na parede (pegajosidade) do iogurte durante a secagem por atomização, principalmente na parte superior do equipamento, foi um fator importante na redução do rendimento. (KOC *et al.*, 2010, p. 503, tradução nossa).

2.4.2 EFEITOS DA SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO NAS BACTÉRIAS LÁCTICAS

Probióticos são definidos como “micro-organismos vivos que, quando administrados em quantidades adequadas, conferem benefício à saúde do hospedeiro” (FAO/WHO, 2001). A quantidade de evidências clínicas no sentido de ratificar o papel dos probióticos na saúde humana, particularmente beneficiando o sistema imunológico, fortalecendo as mucosas e combatendo infecções intestinais, fez que grande interesse fosse despertado com relação a produtos lácteos naturalmente portadores ou enriquecidos com bactérias probióticas, principalmente, mas não exclusivamente, dos gêneros *Lactobacillus* e *Bifidobacterium*, transformando esses alimentos nos produtos de maior sucesso na categoria de alimentos funcionais (FAO/WHO, 2001; MENG *et al.*, 2008).

Além disso, o interesse na obtenção de micro-organismos secos e com atividade biológica é muito grande, pois há mercado internacional potencial em virtude do grande valor agregado ao produto. Para o caso das bactérias probióticas obtidas em forma seca até novo termo foi criado para designar essa categoria: anidrobióticos (MENG *et al.*, 2008). Isso se explica uma vez que as células secas podem ser utilizadas na produção de: a) cápsulas ou tabletes para administração via oral contendo bactérias probióticas; b) culturas para o uso em indústrias de produtos lácteos; c) suplementos funcionais para serem adicionados em alimentos e rações e d) agentes para o controle biológico, como bioconservantes ou bioinseticidas. A liofilização sempre foi a abordagem tradicional na obtenção de micro-organismos secos e viáveis por períodos de 10 até 20 anos, contudo é processo caro, e esse fato fez que a secagem por atomização fosse considerada uma das mais promissoras alternativas a serem estudadas. Entretanto, a secagem por atomização de culturas microbianas lácticas em condições usuais de operação de atomização — temperaturas do ar de entrada entre 170 °C e 200 °C e temperaturas do ar de saída entre 70 °C e 95 °C — resulta em produtos com baixa quantidade de células viáveis (BOYAVAL e SCHUCK, 1994; FU e CHEN, 2011).

Com base na literatura é possível organizar algumas abordagens que favorecem a sobrevivência das células, como é descrito a seguir:

- (1) De todas as espécies de bactérias estudadas, as culturas que estavam na fase estacionária foram as que exibiram maior sobrevivência em relação às que estavam na fase log de crescimento;

- (2) A pré-adaptação das células antes dos choques térmico e osmótico pode melhorar temporariamente a resistência dos micro-organismos ao estresse, favorecendo, dessa forma, uma maior viabilidade após a secagem e durante a armazenagem;
- (3) A utilização de agentes protetores também é capaz de melhorar a sobrevivência das células. Açúcares não redutores e outros solutos compatíveis são agentes protetores eficazes contra os danos causados pela desidratação. O leite desnatado reconstituído é outro agente protetivo (ou de encapsulamento) muito utilizado na secagem por atomização;
- (4) Se comparados com a atomização, outros processos de secagem que utilizam temperaturas inferiores e condições de processo menos agressivas às células permitem melhores condições para a sobrevivência dos micro-organismos;
- (5) Na atomização, o uso de altas temperaturas no ar de saída, normalmente associadas a um baixo teor de umidade no produto final, aumenta o número de células mortas no processo;
- (6) A perda de viabilidade celular durante a armazenagem aumenta com o aumento da temperatura de armazenagem, para situações entre 4 °C e 37 °C. (FU e CHEN, 2011, p. 1129, tradução nossa).

A sobrevivência de células microbianas em processos de secagem convectivos depende de fatores intrínsecos e extrínsecos. Os fatores intrínsecos estão associados à capacidade de suportar o estresse causado pela temperatura e pelo processo de desidratação e isso depende fundamentalmente da espécie e estirpe do micro-organismo considerado, variando muito de caso a caso. Algum nível de controle sobre o estresse também pode ser conseguido por meio de ajustes na composição do meio de cultivo, na fase de desenvolvimento do micro-organismo durante o cultivo e no uso de tratamentos pré-adaptivos à secagem, como a adição de agentes de proteção, homogeneização e pré-aquecimento do material. Os fatores extrínsecos incluem as condições da operação de secagem e o material utilizado como agente protetor e, normalmente, podem ser manipulados no sentido de se obter o máximo de viabilidade celular. Com relação à secagem por atomização, a temperatura do processo é o fator mais importante e a temperatura do ar de saída é, reconhecidamente, o parâmetro que causa o maior impacto na viabilidade das bactérias, de forma que, quanto maior a temperatura de saída do ar, menor o número de células viáveis após o processo, eventualmente, apresentando uma correlação linear da porcentagem de sobreviventes em função da temperatura de saída (ANANTA, VOLKERT e KNORR, 2005; FU e CHEN, 2011).

A perda da viabilidade pode ser explicada pelo fato de o processo de secagem fragiliza a membrana citoplasmática das bactérias, resultando no extravasamento de componentes

intracelulares, uma vez que essa estrutura está entre as mais sensíveis ao estresse causado pela atomização. Contudo, estruturas como a parede celular, o DNA e o RNA também são afetadas, comprometendo a atividade celular (MENG *et al.*, 2008). Quanto maiores as temperaturas do ar de saída do atomizador, maiores os danos e intensidade da degradação da membrana celular (ANANTA, VOLKERT e KNORR, 2005). Para contornar o problema, vários agentes de proteção ou encapsulantes têm sido testados, incluindo leite em pó desnatado, proteínas do soro, trealose, glicerina, betaína, adonitol, sacarose, glicose, lactose e polímeros, como a dextrana e o polietileno glicol (MENG *et al.*, 2008). A adição de dextrinas ao meio, antes da secagem, auxilia a sobrevivência das células (BOYAVAL e SCHUCK, 1994).

A secagem por atomização de *Lactobacillus rhamnosus* GG em meio de leite desnatado reconstituído como agente de proteção permitiu a obtenção de uma porcentagem de sobreviventes de 60% para temperatura do ar de saída de 80 °C (ANANTA, VOLKERT e KNORR, 2005). A utilização de goma acácia na concentração de 10% (m/v), juntamente com leite desnatado reconstituído (10% m/v), melhorou a sobrevivência de *Lactobacillus paracasei* NFBC 338, típica estirpe probiótica termodúrica, ou seja, tolerante ao calor (KEARNEY *et al.*, 2009), seco no meio de sua fase log de crescimento em temperaturas do ar de saída entre 100 °C e 105 °C, e armazenado em temperaturas variando de 4 °C até 30 °C, indicando que a goma acácia pode proteger culturas probióticas durante sua secagem e armazenagem (DESMOND *et al.*, 2002). Outro estudo de secagem por atomização de bactérias probióticas utilizando, dessa vez, bifidobactérias e agentes de proteção como gelatina, goma acácia, leite desnatado reconstituído e amido solúvel, todos na concentração de 10% (m/m), mostrou que a sobrevivência das bactérias depende da linhagem, do tipo de agente protetor e da temperatura utilizada no processo de secagem, tendo o leite desnatado reconstituído se mostrado, dos agentes utilizados, o que propiciou a maior porcentagem de células viáveis, cerca de 80%, para uma das cepas utilizadas (LIAN, HSIAO e CHOU, 2002). Ainda com relação às bifidobactérias, outro estudo buscou o encapsulamento das células por meio de atomização, utilizando leite desnatado reconstituído e com a substituição parcial do leite por substâncias prebióticas: inulina, oligofrutose e inulina enriquecida com oligofrutose. Os resultados mostraram que, conservadas em temperaturas de -18 °C e 4 °C, para todas condições estudadas, as células exibiram alto percentual de sobrevivência por, pelo menos, 180 dias, não havendo diferença estatística entre os valores finais e iniciais das contagens

bacterianas para cada temperatura estudada, havendo maior efeito protetivo nas formulações com prebióticos adicionados ao leite desnatado reconstituído e maior número de células viáveis nas amostras conservadas a -18 °C (FRITZEN-FREIRE *et al.*, 2012).

Finalmente, a última etapa crítica na reativação de micro-organismos probióticos obtidos por atomização é a reidratação, processo realizado lentamente com água e pode ser dividido em quatro etapas: molhar, submergir, dispersar e dissolver. O objetivo é minimizar o choque osmótico nas células e a água, em temperatura ambiente, é fator importante para o sucesso da operação (MENG *et al.*, 2008).

Em virtude do grande número de variáveis que podem afetar a sobrevivência das células, muitos estudos sobre a atomização apresentam resultados contraditórios; contudo ela é alternativa com preços competitivos em relação à liofilização para a preservação e transporte de micro-organismos. A atomização de produtos lácteos com a manutenção de altos percentuais de sobrevivência de micro-organismos ainda é desafio em termos da escolha dos materiais protetores adequados, técnicas de encapsulamento e condições de secagem. As descobertas de novas linhagens de organismos probióticos naturalmente termoestáveis, ou as modificações genéticas nesse sentido, contribuirão na maior e melhor oferta de produtos para esse promissor mercado (FU e CHEN, 2011; PEIGHAMBARDOUST, TAFTI e HESARI, 2001).

2.4.3 EFEITOS DA SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO NA SUPERFÍCIE DAS PARTÍCULAS DE DERIVADOS LÁCTEOS

O estudo sobre como a composição da superfície de partículas obtidas de caseína micelar nativa é afetada por temperaturas de saída do ar do atomizador variando entre 70 °C e 150 °C realizado por Gaiani *et al.* (2010) relata que o teor de caseína na superfície é pouco afetado pela temperatura, contudo, o teor de lipídios decresce de valores entre 5% e 9% para zero com o aumento da temperatura. Esse fato manifestou-se na alteração das propriedades de dissolução dos pós, uma vez que é sabido que superfícies com maior quantidade de componentes hidrofóbicos têm sua umectabilidade diminuída em relação a materiais higroscópicos. Assim, verificou-se ser admissível a mudança da composição da superfície das partículas por meio da modificação da temperatura do ar de saída do atomizador, indicando

a possibilidade de se obter controle sobre a funcionalidade do pó por meio do controle desse parâmetro de processo.

2.4.4 CARACTERÍSTICAS DE IOGURTES SECOS POR ATOMIZAÇÃO

No trabalho de Walton e Mumford (1999), que foi dedicado à caracterização morfológica de partículas obtidas em secagem por atomização, a amostra 26 foi de iogurte em pó. Suas observações deram conta que esse material apresentou densidade aparente de $0,584 \text{ g/cm}^3$ e diâmetro médio de partícula de $20 \text{ }\mu\text{m}$, com variações entre $10 \text{ }\mu\text{m}$ e $135 \text{ }\mu\text{m}$. Quanto à friabilidade, o produto foi classificado na categoria F4, ou seja, partícula dura e quebradiça, apresentando resistência à deformação, quebrando-se em grande número de fragmentos irregulares no ponto de escoamento. Com relação à fluidez, o pó foi considerado coesivo e, em relação ao tipo morfológico, as partículas foram classificadas na categoria de formadoras de película.

Na revisão sobre a obtenção de iogurte em pó realizada por Kumar e Mishra (2004) foram compiladas algumas informações sobre diferentes tipos de iogurte em pó. Nas características físico-químicas relatam valores para a umidade final do produto que variam entre 4% e 6%; densidades aparentes com valores entre $0,45 \text{ g/cm}^3$ e $0,70 \text{ g/cm}^3$, coloração variando entre branco amarelado e creme; gosto entre azedo e levemente azedo. As informações que seguem aparecem única vez na compilação: diâmetro de partícula de $27 \text{ }\mu\text{m}$; índice de solubilidade igual a 3; dispersibilidade de 90%; umectabilidade de 75 s a 150 s; contagem de *S. thermophilus* e *L. bulgaricus* iguais a 10^6 UFC/g (unidades formadoras de colônias).

2.5 MEDIDA DA COR

A medida da cor é importante, pois é característica sensorial relacionada com a identidade do produto. Existem muitos motivos para sua importância e o principal é a padronização de produtos. A cor também é fator crítico na escolha de alimentos, pois influencia a percepção de outras características do produto pelo consumidor. Assim, a manutenção da cor ou sua alteração pode indicar o estado de qualidade do alimento, natural ou industrializado, bem como de diversos produtos tais como tintas, tecidos e cosméticos, entre tantos (CLYDESDALE, 1998).

Em 1931, a Comissão Internacional de Iluminação — CIE — criou um sistema com o objetivo de descrever a cor em função dos objetos, fontes de luz e observador. Foram padronizadas as fontes de luz e a forma de observação. Nesse sistema, a cor de uma amostra é decomposta em números X, Y e Z, denominados valores triestímulos, relacionados com fotorreceptores existentes no olho humano, bastonetes, cones verdes e cones vermelhos que, em princípio, descrevem a sensação da cor. Esses valores triestímulos podem ser entendidos como quantidades de três cores primárias, vermelho, verde e azul¹, em modelo aditivo tricromático de cores (MORITZ, 2011).

Dessa forma, criou-se um modelo matemático para descrever cada cor por meio de fórmulas, criando o que se denomina espaço ou sistema de cor, ou ainda, espectro de cores, que são, normalmente, modelos tridimensionais. Em 1958, os laboratórios Hunter (Reston, VA, USA) desenvolveram o sistema “Hunter L a b” de cores, que utiliza eixos cartesianos com três coordenadas: “L”, que quantifica a luminosidade e varia de zero (preto) até 100 (branco); “a”, para indicar a intensidade de vermelho e “-a” para indicar a intensidade de verde; “b” para indicar a intensidade de amarelo e “-b” para indicar a intensidade de azul. Os valores das coordenadas “a” e “b” normalmente variam de -60 a 60 (HUNTER LAB, 2012). Em 1976, a CIE especificou o espaço de cores “CIE 1976 L* a* b*”. O asterisco após as letras L, a e b é pronunciado como “estrela” e faz parte do nome do sistema de cores para diferenciá-lo do espaço “Hunter L a b”. Contudo, hoje em dia, “Lab” ou “CIELAB” acabou tornando-se abreviação informal para denominar o espaço ou sistema de cor rigorosamente denominado “CIE 1976 (L* a* b*)”. Esse fato pode gerar confusão, sendo recomendável sempre verificar qual sistema efetivamente está sendo utilizado. Contudo, o espaço CIELAB é o mais indicado para a medida de cor em aplicações científicas e industriais e o sistema “Hunter L a b” somente deve ser utilizado se for necessária a comparação com medidas de cores feitas antes da criação do sistema CIELAB (HUNTER LAB, 2012; 2012a; 2012b).

A principal diferença entre o sistema de cores “Hunter L a b” e CIELAB é o fato que, enquanto o sistema Hunter utiliza expressões com base na raiz quadrada para suas coordenadas, o sistema CIE obtém suas coordenadas espaciais por meio de expressões que utilizam raízes cúbicas. As relações não lineares para a obtenção dos valores de L*, a* e b* têm o propósito

¹ No inglês, RGB, em que R = *red* (vermelho), G = *green* (verde) e B = *blue* (azul).

de mimetizar a resposta não linear do olho humano, fazendo que a percepção das diferenças entre duas cores em termos de L^* , a^* e b^* sejam mais lineares, tratando cada cor como um ponto em espaço tridimensional, e calculando a diferença entre eles por meio da distância Euclidiana. Assim, com base nos valores de desvios calculados, é possível identificar a diferença de cor entre duas amostras. Se o ΔL^* é positivo, significa que a amostra é mais clara que o padrão. Por outro lado, se ΔL^* é negativo, a amostra é mais escura que o padrão. Se o Δa^* é positivo a amostra analisada é mais avermelhada que o padrão. No entanto, se Δa^* é negativo, a amostra é mais esverdeada que o padrão. Se Δb^* é positivo, significa que a amostra é mais amarelada que o padrão, e se Δb^* é negativo, a amostra é mais azulada que o padrão. As expressões utilizadas na determinação dos valores de L^* , a^* e b^* , com base em leituras espectrofotométricas, fogem do escopo deste trabalho; entretanto, o colorímetro fornece diretamente esses valores (HUNTER LAB, 2012; MORITZ, 2011).

A diferença de cor total, ΔE^* , é calculada levando em conta as diferenças entre L^* , a^* e b^* da amostra com os valores padrões. As expressões (9), (10), (11) e (12) são empregadas para esse cálculo:

$$\Delta L^* = L^*_{amostra} - L^*_{padrão} \quad (9)$$

$$\Delta a^* = a^*_{amostra} - a^*_{padrão} \quad (10)$$

$$\Delta b^* = b^*_{amostra} - b^*_{padrão} \quad (11)$$

$$\Delta E^* = \sqrt{\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2}} \quad (12)$$

Embora concebido e proposto para ser sistema absoluto e utilizado como escala padrão para comparação entre cores, o CIELAB não é perfeito e as medidas devem ser interpretadas mais como boas aproximações da realidade (HUNTER LAB, 2012). Assim, se um objeto apresentar medida de cor para o parâmetro “a” = 20, significa que, aproximadamente, sua intensidade de cor vermelha é quatro vezes superior à intensidade da cor de objeto cuja medida tenha resultado no valor “a” = 5, e assim por diante.

2.6 OTIMIZAÇÃO DE PROCESSOS

Otimização é a escolha da melhor alternativa entre outras, ou seja, conseguir a melhor opção possível para dada situação. Para que isso ocorra, é necessário que se tenha algum conhecimento sobre as alternativas possíveis, denominada região viável, e algum critério para fundamentar a escolha, denominada função objetivo (ERDOGDU, 2009).

Ao se formular qualquer problema de otimização são necessárias três etapas:

- a) definir um conjunto de variáveis que o método de otimização possa controlar e utilizar para fornecer alternativas;
- b) definir um conjunto de exigências ou restrições que o método de otimização deva obedecer ao explorar as variáveis do problema;
- c) estabelecer uma função objetivo para que as diversas alternativas encontradas possam ser avaliadas e comparadas entre si.

A função objetivo a ser otimizada, minimizada ou maximizada, é uma função escalar que, conforme o caso, pode ser contínua ou discreta; podendo ser formulada por meio de modelo matemático fenomenológico ou por meio de equação empírica ajustada com base em valores experimentais. Geralmente, o modelo fenomenológico ou empírico faz parte das restrições do problema, e não da função objetivo, ou seja, trata-se de um modelo do problema a ser otimizado. A função objetivo é o critério de escolha dentre os pontos viáveis do modelo. Nos problemas em que a função objetivo é contínua, os valores ótimos normalmente dependem de vários parâmetros e, obrigatoriamente, a solução ocorre por meio de abordagem matemática. A resolução do problema pode ser mais ou menos complexa em função da presença de funções lineares, não lineares ou de ambas em sua formulação. Dessa forma, os problemas de otimização com funções contínuas são classificados em “programação linear” — LP (do inglês, *linear programming* — LP) e “programação não-linear” — NLP (do inglês, *non-linear programming* — NLP).

Quando o problema de otimização envolve mais de uma função objetivo ele é denominado otimização multiobjetivo ou problema de tomada de decisão com critérios múltiplos. Normalmente, decisões são tomadas com base em mais de um objetivo, ou seja, com a

intenção de satisfazer diversos critérios. Assim, nem sempre é possível, ou mesmo conveniente, reduzir ou concentrar os objetivos procurados na solução de um problema em um único. Na indústria de alimentos, mas não exclusivamente nela, encontrar soluções ótimas para problemas de processamento e de formulações, por meio da seleção das melhores condições existentes dentre grande número de alternativas pode ser tarefa difícil. A existência de vários métodos de otimização e de diferentes técnicas estatísticas e matemáticas, bem como de programas computacionais, contribui de forma decisiva na busca de soluções ótimas de problemas em diversas áreas do conhecimento (ERDOGDU, 2009).

2.6.1 FORMULAÇÃO CONCEITUAL DE PROGRAMAÇÃO MATEMÁTICA

A formulação conceitual geral dos problemas de programação matemática, uma técnica de otimização comumente empregada em problemas de engenharia, é dada pelo conjunto de condições expressas em (13).

$$\begin{aligned} \min & f(\mathbf{x}, \mathbf{y}) \\ & \mathbf{x}, \mathbf{y} \\ \text{Sujeito a: } & \mathbf{h}(\mathbf{x}, \mathbf{y}) = \mathbf{0} \\ & \mathbf{g}(\mathbf{x}, \mathbf{y}) \leq \mathbf{0} \\ & \mathbf{x} \in X \\ & \mathbf{y} \in Y \end{aligned} \tag{13}$$

Nessa formulação, as variáveis contínuas são dadas por $\mathbf{x}$, vetor com n de variáveis de estado, dependentes e contínuas; $\mathbf{y}$, vetor com d variáveis de decisões discretas; o espaço de alternativas é composto por X , o conjunto das variáveis contínuas no espaço contínuo, e Y , o conjunto das decisões discretas no espaço discreto; a análise da busca por soluções é feita com o auxílio de modelo do problema composto por vetor de equações com dimensão m , $\mathbf{h}_m$, em que $m < n$, e por restrições funcionais, lógicas e físicas compostas por vetor com r inequações $\mathbf{g}_r$. A avaliação do processo de otimização é feita com o auxílio de uma função objetivo f , que é uma função escalar a ser minimizada ou maximizada, de acordo com o interesse do problema (RAO, 2009).

Para variáveis contínuas, é possível apresentar a formulação geral do problema de programação não-linear, NLP, uma vez que ele engloba a formulação do problema de programação linear, LP, caso f , g e h sejam lineares. Se pelo menos uma das funções do problema não for linear em alguma das variáveis de otimização que fazem parte de x , então o problema é classificado como um caso de programação não-linear, NLP. Por convenção, o problema é de minimização; para maximizar uma função, basta multiplicá-la por -1 e abordar o problema como minimização (PINTO e GUT, 2009).

$$\begin{aligned}
 & \min f(x) & (14) \\
 & x \\
 & \text{Sujeito a: } h(x) = 0 & m \text{ equações} \\
 & g(x) \leq 0 & r \text{ inequações} \\
 & x \in X^0
 \end{aligned}$$

Na formulação dada em (14), $f(x): \mathbb{R}^n \rightarrow \mathbb{R}$, $h(x): \mathbb{R}^n \rightarrow \mathbb{R}^m$ e $g(x): \mathbb{R}^n \rightarrow \mathbb{R}^r$ são funções lineares e/ou não-lineares; X^0 é um espaço aberto contido em $\mathbb{R}^n$; $f(x)$ é denominada função objetivo e a região viável é dada por $X = \{x \mid x \in X^0; h(x) = 0; g(x) \leq 0\}$. Os zeros são vetores nulos, portanto, em negrito.

Para o caso de programação não-linear, NLP, soluções ótimas globais são garantidas somente se a função objetivo $f(x)$ for convexa na região viável do problema e se a região viável do problema constituir um espaço convexo, condição obtida quando as restrições $g(x)$ forem convexas e as funções $h(x)$ lineares. A não convexidade de um problema pode ocasionar o surgimento de soluções ótimas múltiplas, denominados ótimos locais e, entre elas, a melhor é denominada de ótimo global do problema. Assim, os algoritmos utilizados garantem apenas uma solução ótima local que pode ser obtida pela determinação de um vetor x^* que satisfaça a condição: $x \in B_\delta(x^*) \cap X \Rightarrow f(x) \geq f(x^*)$, em que $B_\delta(x^*)$ é um espaço aberto em torno do ponto x^* . Os problemas reais, em geral, são não convexos, de forma que podem existir diversas soluções locais ótimas que satisfaçam essa última condição. Para que uma solução x^* possa ser caracterizada como mínimo local do problema ela deve satisfazer as condições de Karush-Kuhn-Tucker — KKT —, a saber (PINTO e GUT, 2009):

- a) os gradientes de $f(x)$, $h_i(x)$ e $g_i(x)$ devem ser linearmente dependentes

$$\nabla f(\mathbf{x}^*) + \sum_{i=1}^m \lambda_i \cdot \nabla h_i(\mathbf{x}^*) + \sum_{j=1}^r \mu_j \cdot \nabla g_j(\mathbf{x}^*) = 0 \quad (15)$$

b) as restrições de igualdade do problema devem ser satisfeitas

$$h_i(\mathbf{x}^*) = 0 \quad 1 \leq i \leq m \quad (16)$$

c) as seguintes condições de complementaridade devem existir

$$\mu_j \cdot g_j(\mathbf{x}^*) = 0 \quad 1 \leq j \leq r \quad (17)$$

$$\mu_j \geq 0 \quad (18)$$

Na expressão (15), λ_i são multiplicadores de Lagrange, correspondentes às equações, e μ_j são multiplicadores de KKT, correspondentes às inequações. Há que notar que em (18) os multiplicadores de KKT apresentam a restrição de serem não negativos e, em (17), as condições de complementaridade impõem valor nulo para μ_j no caso de restrições inativas, ou seja, $g_j(\mathbf{x}^*) < 0$; e, em geral, um valor não nulo para μ_j no caso de restrições ativas, isto é, $g_j(\mathbf{x}^*) = 0$. As condições de KKT não podem ser utilizadas diretamente para localizar o ótimo, pois não há informações sobre quais restrições são ativas e quais são inativas. Desta forma, um algoritmo de busca se faz necessário para a convergência da solução (PINTO e GUT, 2009).

Existem vários métodos de abordagem para a solução de problemas de otimização não lineares, sendo os principais a programação linear sucessiva — SLP (do inglês, *successive linear programming*), os métodos de gradiente reduzido — GRG (do inglês, *generalized reduced gradient*) e programação quadrática sucessiva — SQP (do inglês, *sequential quadratic programming*) cujos pormenores e procedimentos de cálculos fogem dos objetivos desse trabalho.

2.6.2 OTIMIZAÇÃO MULTIOBJETIVO

É comum que, ao se estudar um processo, duas ou mais respostas do sistema sejam de interesse e tenham que ser otimizadas simultaneamente. Os objetivos de uma otimização multiobjetivo podem ser conflitantes, não conflitantes ou parcialmente conflitantes. Objetivos conflitantes se referem a situações em que um objetivo particular somente pode ser melhorado comprometendo o bom resultado de uma ou mais respostas. Objetivos não conflitantes compartilham situações ótimas e objetivos parcialmente conflitantes se referem às situações em que o conflito ocorre apenas em faixa específica de valores. Assim, as otimizações multiobjetivos produzem não apenas uma solução ótima, mas diversas, dependendo da ponderação entre os objetivos de interesse. A abordagem desse problema pode ocorrer de três formas:

- a) escolher apenas uma das respostas do sistema como a função objetivo principal para a otimização e converter as outras respostas em restrições do problema fornecendo os respectivos limites admissíveis;
- b) construir uma única expressão por meio da inclusão ponderada de todas as respostas na função objetivo;
- c) combinar as técnicas definidas em (a) e (b).

As funções relativas às respostas do sistema em estudo podem ser compostas para criar uma função objetivo única — f_{comp} — por meio da adição ou multiplicação matemática ponderada de duas ou mais funções, conforme é apresentado a seguir (RAO, 2009; SENG e RANGAIAH, 2009).

$$f_{comp} = \sum_{i=1}^n \varphi_i \cdot (v_i \cdot f_i) \quad (19)$$

$$f_{comp} = \prod_{i=1}^n (v_i \cdot f_i)^{\varphi_i} \quad (20)$$

Nas expressões (19) e (20), n representa o número de funções objetivos incluídas na função composta $f_{comp} \cdot \varphi_i$, em que $\varphi_i = 1, 2, \dots, n$ são os fatores de ponderação das funções f_i

que satisfazem a condição $0 \leq \varphi_i \leq 1$, de forma que $\varphi_1 + \varphi_2 + \dots + \varphi_n = 1$; v_i representa o fator de escala empregado para deixar todas as respostas das funções na mesma ordem de grandeza, ou seja, escalonadas. Os fatores de ponderação, φ_i , devem ser escolhidos de forma a expressar a importância relativa de cada resposta, de forma que essa escolha tem um componente de subjetividade na tomada de decisão, mas que é inerente a esse processo. Obviamente, sensatez e experiência são elementos decisivos para a adequada ponderação dos fatores. Os fatores de escala ou normalização podem ser estabelecidos de uma das seguintes formas: $v_i = 1/f_{i,max}$, em que $f_{i,max}$ é, aproximadamente, um valor máximo estimado para f_i ; ou, alternativamente ao escalonamento, as funções podem ser normalizadas entre 0 e 1 por meio da substituição de $(v_i \cdot f_i)$ pela expressão $(f_i - f_{i,min}) / (f_{i,max} - f_{i,min})$, em que, respectivamente, $f_{i,min}$ e $f_{i,max}$ representam valores mínimos e máximos para f_i , estimados ou calculados (CHEN e CHEN, 2009).

As soluções ótimas de uma otimização multiobjetivo são denominadas de soluções ótimas de Pareto, soluções de Pareto ou, de forma menos utilizada, soluções ótimas de Edgeworth-Pareto, em homenagem aos dois economistas que no final do século XIX desenvolveram a teoria das curvas de indiferença. Na área de otimização, uma curva de indiferença é denominada fronteira de Pareto ou fronteira ótima. As soluções ótimas de Pareto podem ser representadas em dois espaços, um referente ao objetivo desejado, normalmente, se possível, representado pelo eixo das abscissas em um gráfico, e outro, referente ao espaço de variáveis de tomada de decisão, se possível, representado nas ordenadas. Além disso, pode ocorrer que muitos conjuntos de variáveis de decisão produzam resultados semelhantes ou com pequena diferença entre si em relação ao espaço do objetivo, de forma que, nesses casos, é mister que o responsável pela tomada de decisões — DM (do inglês, *decision maker*) — escolha a solução mais desejável com base no conjunto de variáveis de decisão. Portanto, a otimização multiobjetivo ocorre em duas etapas: a otimização dos objetivos propriamente dita e a escolha adequada do compromisso entre os objetivos conflitantes, de acordo com a perspectiva do responsável pela tomada de decisões. O responsável pela tomada de decisões pode ser uma única pessoa, mas comumente é representado por equipe composta, em maior ou menor número, por pessoal técnico e por gestores, de acordo com a natureza do problema (SENG e RANGAIAH, 2009).

2.6.3 APLICAÇÕES DE OTIMIZAÇÃO MULTIOBJETIVO NA INDÚSTRIA DE ALIMENTOS

Na literatura existem registros da utilização de otimização multiobjetivo em processos da indústria de alimentos. O primeiro estudo foi publicado em 1979, nele, Nishitami e Kunugita determinaram as condições de vazões ótimas para um evaporador múltiplo efeito. Desde então, até o ano de 2007, Seng e Rangaiah (2009) relatam 36 aplicações de otimização multiobjetivo na indústria de alimentos em pesquisa feita em cerca de 40 periódicos. A Tabela 4 indica as áreas nas quais se utilizou o método de otimização multiobjetivo.

A título de ilustração, um desses 36 trabalhos citados é o de Gergely, Bekassi-Molnar e Vatai (2003) em que a otimização multiobjetivo foi aplicada para a obtenção de vinhos de alta qualidade por meio de filtração em membrana. Os autores determinaram as condições ótimas para o processo por meio do método de perda mínima, levando em conta aspectos técnicos e econômicos na filtração em fluxo cruzado em meios filtrantes cerâmicos para vinhos e espumante. A função composta utilizada teve a forma da expressão (19).

Tabela 4 — Áreas da indústria de alimentos em que foi utilizada a técnica de otimização multiobjetivo com a indicação do número de aplicações identificadas e trabalhos encontrados

Área	Aplicações	Trabalhos
Tratamento térmico de alimentos	9	12
Fermentação	9	11
Processos de separação	5	8
Engenharia de alimentos (geral)	4	5

Fonte: Seng e Rangaiah (2009).

Em (2010), Thakur, Wang e Hurburgh estudaram a aplicação da otimização multiobjetivo em um sistema de silos buscando minimizar os problemas de segurança alimentar causados por aglomeração de material nos elevadores de grãos. Por meio de um modelo de programação mista-inteira (MIP) propuseram um modelo com duas funções objetivo que permitiram estimar as condições para o nível mínimo de aglomeração de material e custo total mínimo para o preparo de um carregamento. O modelo foi aplicado para um cenário envolvendo um carregamento de milho e a fronteira de Pareto foi determinada para as condições ótimas do número mínimo de silos necessários para preparar um carregamento a custo mínimo.

O estudo de Sendín, Alonso e Banga (2010) abordou a otimização do processamento térmico de alimentos. Os autores argumentam que a otimização simultânea de vários objetivos ao se esterilizar comercialmente um alimento é mais realística e desejável, contudo, normalmente não é abordada pois a resolução de problemas de programação não-lineares não tem fácil solução. Assim, propuseram um método de otimização com vários critérios, que foi considerado robusto e apresentaram exemplos de aplicação para os casos de autoclaves com temperatura constante e variável, com as respectivas soluções ótimas de Pareto.

O objetivo do estudo de Goñi e Salvadori (2012) foi o da otimização das condições para assar carne bovina em forno. Por meio de simulações para peças de carne bovina com geometrias irregulares para o mesmo tipo de músculo, buscaram minimizar o tempo de cozimento e a perda de massa na carne assada. A restrição imposta foi a temperatura no centro da peça, fixada em 72 °C. Os objetivos são conflitantes e soluções de compromisso ótimas foram apresentadas por meio da fronteira de Pareto. Testes de cozimento mostraram que a modelagem foi adequada.

Em 2012, Purlis estudou o processo de assar pão com o objetivo de determinar o tempo mínimo para garantir a completa gelatinização do amido e o mínimo escurecimento da crosta, caracterizado pelo valor L^* do sistema de cor CIE $L^* a^* b^*$, no sentido de reduzir a formação de acrilamida pela reação de Maillard. Por meio de modelagem, simulação e verificação experimental determinou condições ótimas que também contribuíram para o consumo mínimo de energia na operação.

O estudo feito por Amorim, Günther e Almada-Lobo (2012) abordou o planejamento integrado da produção e distribuição de produtos altamente perecíveis. Nesse caso, para a otimização multiobjetivo foram considerados o aspecto econômico e o valor intangível do frescor do produto. Foram abordadas as situações em que o produto tem um valor fixo para sua vida de prateleira e em que a vida de prateleira é indicada por “melhor se consumido antes de”² e os resultados mostraram que o sistema depende muito da condição de frescor

² Essa situação refere-se à Europa e não é válida no Brasil em virtude do Código de Defesa do Consumidor, Lei nº 8.078, de 11 de setembro de 1990.

do produto considerado. Entretanto, a abordagem integrada mostrou que pode trazer uma redução de custos, estimada pelos autores para uma situação média, da ordem de 40%.

Alegando que a maior parte das aplicações de otimização multiobjetivo na engenharia de alimentos tem sido feita com programas ou plataformas não disponíveis de forma corriqueira na indústria, Sharma, Rangaiah e Cheah (2012) desenvolveram um programa para otimização multiobjetivo com base no *software* Microsoft Excel, por entenderem que engenheiros têm familiaridade com sua utilização tanto em aplicações na indústria, quanto na pesquisa. Para ilustrar a funcionalidade do programa fizeram o projeto de uma unidade para concentração de leite, composta por um sistema de evaporação em filme descendente. Os objetivos conflitantes foram otimizados para duas situações. A primeira visou a minimização simultânea do Custo Operacional Anual e do Custo Total do Capital para o caso de uma instalação considerada padrão. Para a segunda, se fez a mesma minimização considerando-se o comprimento e o diâmetro dos tubos do evaporador variáveis de decisão contínuas. O processo de otimização multiobjetivo com o uso do Excel mostrou-se adequado para os exemplos estudados.

O estudo de Validi, Bhattacharya e Byrne (2014) focou a questão ambiental na cadeia de distribuição de um laticínio. O objetivo foi o de encontrar rotas ótimas viáveis para compatibilizar a redução de emissões de carbono e o custo do transporte. Foi desenvolvido um modelo de otimização multiobjetivo “verde” que permite ao responsável pela tomada de decisões localizar geograficamente rotas de distribuição sustentáveis, com diversos cenários para a escolha.

Dessa forma, a otimização multiobjetivo se apresenta como ferramenta de grande utilidade para oferecer um conjunto de soluções ótimas em diversas áreas da indústria de alimentos, podendo ser aplicada tanto em questões estritamente técnicas, quanto para encontrar soluções de compromisso entre variáveis técnicas e econômicas.

2.6.4 APLICAÇÕES DE OTIMIZAÇÃO EM SECAGEM DE ALIMENTOS POR ATOMIZAÇÃO COM AUXÍLIO DA METODOLOGIA DE SUPERFÍCIES DE RESPOSTA

Na literatura existem vários trabalhos sobre a atomização de produtos alimentícios em que o objetivo é a otimização do processo com a abordagem empírica da metodologia de superfícies de resposta. Alguns trabalhos científicos relevantes são apresentados nesta seção.

A otimização da secagem de levedura cervejeira em atomizador de disco rotativo em escala piloto, com uma câmara de secagem de 1,2 m³, foi feita por Luna-Solano *et al.* (2005). Nesse trabalho foi estudado um problema de otimização para minimizar o consumo de energia na secagem da levedura de forma que o produto final tivesse umidade e viabilidade celular adequadas. A abordagem do problema foi tanto empírica, quanto por simulação com base em equações fenomenológicas, ambas com auxílio de superfícies de respostas.

No trabalho de Jangam e Thorat (2010) buscou-se a otimização da secagem por atomização de extrato de gengibre em equipamento laboratorial com capacidade de evaporação de água de 1 L/h, dotado de bico para dois fluidos. Por meio de um delineamento composto central, o objetivo se concentrou na determinação, com auxílio de superfícies de resposta, da maior porcentagem de 6-gingerol, ativo presente no gengibre.

A obtenção de inulina em pó foi otimizada em atomizador de disco rotativo laboratorial com capacidade de evaporação de água de 1,5 L/h em sua capacidade máxima por Toneli *et al.* (2010). Nesse trabalho houve uma abordagem inicial com delineamento fatorial para verificação da influência das variáveis escolhidas para o estudo e, após, a pesquisa foi detalhada com planejamento composto central para a geração de superfícies de resposta. O parâmetro otimizado foi a quantidade de inulina em pó obtida.

A otimização da secagem de extrato solúvel de soja fermentado com bactérias lácticas foi realizada por Telang e Thorat (2010) em atomizador laboratorial com bico para dois fluidos e capacidade de evaporação de água de 1 L/h. O estudo do comportamento de quatro variáveis foi realizado por meio de um delineamento composto central para a geração de doze superfícies de respostas do sistema. A otimização foi realizada com auxílio do *software Design Expert* 6.0.10 e sete soluções ótimas para o problema foram encontradas.

No estudo de Erbay *et al.* (2014) se buscou a otimização do processo de produção de queijo em pó com auxílio de atomizador escala piloto com disco rotativo. Um delineamento composto central foi utilizado no estudo de três variáveis, gerando cinco respostas do sistema. A otimização das respostas foi feita pelo método da função desejabilidade para a resposta considerada, valendo 0 ou 1, e ponderação para a importância das respostas, de 1 a 5. Uma função composta foi obtida pelo produtório das funções obtidas para cada resposta, como apresentado na expressão (20).

Especificamente, em relação à utilização da metodologia de superfícies de resposta para otimização da secagem de iogurte há o trabalho de Koc *et al.* (2010). Nesse trabalho, iogurte natural foi batido e alimentado em atomizador escala piloto com bico de pressão. Por meio de delineamento composto central, três variáveis foram estudadas e foram determinados os valores para seis respostas do sistema, todas referentes à qualidade do produto. Com o auxílio da metodologia de superfícies de resposta e aplicação do método da função desejabilidade houve a otimização das condições de secagem. As variáveis estudadas foram a temperatura de entrada do ar na câmara de secagem, de 150 °C a 180 °C, a temperatura de saída do ar da câmara de secagem, de 60 °C a 90 °C, e a temperatura do produto alimentado, de 4 °C a 30 °C. As respostas medidas para os produtos foram a atividade de água, acidez titulável, pH, diferença de cor do produto reidratado com o original, contagem de bactérias lácticas e percepção sensorial do produto. A observação microscópica do material com auxílio de microscopia eletrônica de varredura também foi realizada. A otimização foi realizada com auxílio do *software Design Expert 7.0* e foram encontradas três soluções ótimas. A verificação experimental mostrou que o modelo teve capacidade de estimar adequadamente quatro das seis respostas do sistema.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Esta seção apresenta as características do iogurte utilizado e o atomizador Tecnape SD-05, que é descrito em pormenores.

Os parâmetros de entrada e saída — variáveis independentes e dependentes —, que foram medidos ou determinados antes, durante e após os ensaios, e os que deles foram calculados são listados, permitindo verificar a estratégia experimental do estudo.

Em seguida são descritos os métodos empregados no preparo do iogurte batido, pesagens, umidade e como foi feita a conservação das amostras de produtos. As análises instrumentais incluíram a determinação do diâmetro de partículas por difração a *laser*, a cor do produto, microscopia eletrônica de varredura — MEV — e atividade de água. Por fim, é descrita a metodologia adotada para a pesquisa das bactérias lácticas do iogurte e para a avaliação da densidade aparente dos produtos.

A descrição da forma como foram abordados os balanços para a caracterização do desempenho do processo de secagem por atomização e os métodos utilizados na otimização do processo encerram o capítulo.

3.1 IOGURTE

Foi utilizado iogurte natural semidesnatado marca Fazenda Bela Vista (Tadiratiba, SP) embalado em copos com 190 g cada, adquirido em lotes de 100 kg a 150 kg, diretamente do produtor.

A quantidade de iogurte utilizada em cada ensaio variou de 9,5 kg a 10,0 kg.

A composição declarada em rótulo é apresentada na Tabela 5.

Tabela 5 — Composição do iogurte natural Fazenda Bela Vista para copo com 190 g

Constituintes	Massa (g)	Porcentagem (%)
Carboidratos	11	5,8
Proteínas	7,0	3,7
Gordura total	3,8	2,0
Gorduras saturadas	2,4	1,3
Cinzas ³	1,9	1,0
Sódio	0,10	-
Cálcio	0,57	0,3
Matéria seca total ⁴	22,47	12,5
Umidade	167,53	87,5

Fonte: Embalagem do produto, adaptado pelo Autor.

3.2 SECADOR POR ATOMIZAÇÃO TECNAPE SD-05

Os ensaios foram realizados em secador por atomização Tecnape (Piracicaba, SP) modelo SD-05 com capacidade nominal de evaporação de água de 5 L/h, construído em aço inoxidável AISI 304 (Imazepre, Batatais, SP), dotado de tanque de alimentação com capacidade para 30 L acoplado a bomba Nemo monobloco sanitária (Netzsch, Pomerode, SC) de deslocamento positivo com capacidade de bombeamento nominal variável de até 20 L/h. A curva de calibração dessa bomba com iogurte natural semidesnatado batido encontra-se no Anexo A.

O produto é pulverizado por meio de atomizador de disco rotativo, diâmetro 70 mm e altura de 10,2 mm, com 16 canaletas circulares de alimentação, 5,0 mm de comprimento e 2,3 mm de diâmetro (Tecnape, Piracicaba, SP), acionado por motor trifásico de alta frequência (600 Hz) (Tecmaf, Santa Bárbara do Oeste, SP) que, por meio de inversor de frequência, tem capacidade para impor velocidade de até 30000 rpm no disco atomizador. A remoção do calor gerado no motor é feita por meio de refrigerador industrial *Chiller* TMC-1000 com capacidade para 30 L de líquido refrigerante (etileno glicol) e vazão de 2 L/min em circuito fechado (Zender-Tech, Piracicaba, SP).

³ Valor determinado pelo Autor segundo método do IAL (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

⁴ A determinação do teor de umidade em 51 amostras de iogurte, provenientes de 13 lotes, entre 2012 e 2014, apresentou valor médio para o teor de material seco de $(13,0 \pm 0,5)\%$.

O ar é captado do ambiente por ventilador adutor de palhetas retas inclinadas, com diâmetro de 40 cm, e é aquecido por meio da queima direta de GLP em queimador monobloco (*Rayburners* Queimadores Industriais, Socorro, SP), ajustado por válvula de controle antirretorno NMQB24-MFT (Belimo, Danbury, CT, EUA). As temperaturas do ar na entrada e saída da câmara de secagem são medidas por termorresistências do tipo PT100 (Novus, Miami, EUA).

Líquido atomizado e ar são introduzidos na câmara de secagem, que tem volume de 0,63 m³, diâmetro interno de 82 cm e altura de 163 cm; 93 cm na região cilíndrica e 70 cm na região cônica, inferior. A câmara de secagem é dotada de isolamento térmico feito com lã de vidro, abertura para inspeção e limpeza e válvula borboleta para descarga de produto seco em seu fundo, além de dois vibradores pneumáticos NTS 250 HF (BVI – Brunialti Vibradores Industriais, Campinas, SP) de funcionamento intermitente, instalados para reduzir o depósito de partículas que eventualmente podem ficar aderidas à sua parede interna. Nesse sentido, também há, no lado externo da câmara, local especialmente projetado para receber golpes de martelos de borracha para o caso de a ação dos vibradores não ser suficiente.

Os finos, partículas de menor diâmetro, são retirados da câmara, carregados pelo ar por meio de depressão causada pelo ventilador exaustor de palhetas retas inclinadas, com diâmetro de 50 cm, e conduzidos ao ciclone, que tem diâmetro de 38 cm em sua parte superior cilíndrica e 9 cm na parte inferior cônica, com altura de 155 cm; 62 cm na parte cilíndrica e 93 cm na parte cônica. Na extremidade inferior há válvula borboleta para a retirada do pó.

O controle do equipamento é realizado por controlador do tipo PID – proporcional integral derivativo, com interface *touchscreen* DOP-B07S211 (Delta, Taipei, Taiwan) com tela de 7 polegadas. Por meio de acesso direto na tela é possível ligar e desligar o queimador de gás, informar o valor desejado (*set point*) para a temperatura de entrada do ar, a velocidade do disco atomizador, os percentuais de velocidade desejados para a bomba de alimentação do produto, para o ventilador adutor e também para o exaustor. Como consequência desses ajustes ficam determinadas a temperatura do ar de saída e a depressão na câmara de secagem. Esses ajustes podem ocorrer de forma manual ou automática; assim, se forem

especificados os valores desejados na vazão do ventilador adutor e a depressão na câmara, a velocidade do ventilador exaustor será ajustada automaticamente.

Antes do início de qualquer ensaio, o equipamento ficou ligado por, pelo menos, meia hora para sua estabilização térmica.

A Figura 2 mostra o equipamento Tecnape SD-05, instalado no Bloco I, Edifício Walter Borzani, do Instituto Mauá de Tecnologia em seu *campus* de São Caetano do Sul, SP. Detalhes do disco atomizador são mostrados na Figura 3.

Figura 2 — Secador por atomização SD-05 Tecnape

Fonte: O Autor, 2011.

Figura 3 — Aspectos do disco atomizador: à esquerda, no conjunto do motor e, à direita, isolado.

Fonte: O Autor, 2012.

3.3 PARÂMETROS DE ENTRADA E DE RESPOSTA DO PROCESSO

Na Tabela 6 constam os parâmetros ajustáveis no atomizador Tecnape SD-05 para o processo de secagem. Dos cinco, os de número 1 a 3 foram estudados em três níveis de ajustes conforme descrito na seção 3.4.7, adiante. A velocidade do ventilador adutor foi fixada em 100% de sua capacidade (cerca de 300 kg/h) para todos os ensaios, conforme orientação do fabricante do equipamento. A depressão na câmara de secagem pode ser ajustada para valores entre o mínimo de zero e o máximo de 140 mmH₂O, automaticamente, por meio do controle da vazão do ventilador exaustor.

Tabela 6 — Parâmetros do atomizador ajustáveis para os ensaios

Parâmetro	Descrição
1	Velocidade do disco atomizador (rpm)
2	Temperatura do ar de entrada (°C)
3	Vazão de alimentação de produto (% e kg/h)
4	Vazão no ventilador adutor (% e kg/h)
5	Depressão na câmara de secagem (mmH ₂ O)

Fonte: O Autor, 2012.

Na Tabela 7, constam os parâmetros que devem ser medidos, anotados ou determinados em laboratório por ocasião do início dos ensaios, uma vez que são necessários cálculos posteriores na avaliação dos efeitos do processamento. A maneira como são medidos é descrita na seção 3.4, a seguir.

Tabela 7 — Parâmetros que foram medidos no início ou durante o ensaio

Parâmetro	Descrição
1	Pressão atmosférica local (mmHg)
2	Massa de iogurte batido adicionada no equipamento (kg)
3	Temperatura do iogurte batido (°C)
4	Temperatura do ar ambiente (°C)
5	Temperatura de bulbo úmido do ar ambiente (°C)
6	Temperatura do ar na saída da câmara de secagem (°C)
7	Temperatura do ar na saída do equipamento (°C)
8	Temperatura de bulbo úmido do ar na saída do equipamento (°C)
9	Massa de produto retirada da câmara de secagem (g)
10	Temperatura do produto retirado da câmara de secagem (°C)
11	Massa de produto retirada do ciclone (g)
12	Temperatura do produto retirado do ciclone (°C)

Fonte: O Autor, 2014.

Na Tabela 8 constam os parâmetros que devem ser determinados por análises químicas, físicas, microbiológicas e microscópicas; alguns deles servindo de base na determinação dos parâmetros indicados na Tabela 10. Esses valores formam o conjunto de dados com o qual é feita a discussão dos resultados nas diversas etapas do estudo. A maneira como são medidos, determinados ou calculados é descrita nas seções 3.4 e 3.5, em seguida.

Tabela 8 — Parâmetros complementares, de saída ou resultados do processo

Parâmetro	Descrição
1	Umidade e sólidos totais do iogurte fresco
2	Umidade e sólidos totais do produto seco (%)
3	Massa de pó recolhida da câmara de secagem (g)
4	Massa de pó recolhida na limpeza da câmara (g)
5	Massa de pó recolhida no ciclone (g)
6	Diâmetro médio de partícula - Sauter, $D_{3,2}$ (μm)
7	Superfície específica das partículas (m^2/g)
8	$d_{0,1}$ (μm)
9	$d_{0,5}$ (μm)
10	$d_{0,9}$ (μm)
11	Cor (L^* , a^* , b^*)
12	Morfologia das partículas com MEV

Fonte: O Autor, 2014.

A Tabela 9 mostra as análises complementares feitas nas etapas finais do estudo, para caracterizar o produto quando ficaram definidas condições ótimas de processamento.

Tabela 9 — Parâmetros do produto determinados em etapas finais do estudo

Parâmetro	Descrição
1	Atividade de água dos produtos secos
2	Densidade aparente aerada (g/cm^3)
3	Densidade aparente aerada no máximo empacotamento (g/cm^3)
4	Contagem de <i>Lactobacillus delbrueckii</i> subsp. <i>bulgaricus</i> (UFC/g)
5	Contagem de <i>Streptococcus thermophilus</i> (UFC/g)

Fonte: O Autor, 2014.

Tabela 10 — Parâmetros calculados para resultados relativos ao processo e ao produto

Parâmetro	Descrição
1	Recuperação de material seco (%)
2	Retenção de material seco na parede da câmara de secagem (%)
3	Perda de material no equipamento (%)
4	<i>Span</i> da distribuição de partículas (adimensional)
5	Diferença de cor, ΔE^* (adimensional)
6	Diferença de cor no eixo amarelo-azul, Δb^* (adimensional)
7	Índice de Hausner (adimensional)
8	Índice de Compressibilidade (%) ou de Carr (adimensional)
9	Consumo específico de ar ($\text{kg}_{\text{ar}}/\text{kg}_{\text{água}}$)
10	Consumo específico de energia (MJ/kg)
11	Carga térmica no secador (MJ/h)
12	Vazão de água evaporada ($\text{kg}_{\text{ar}}/\text{h}$)

Fonte: O Autor, 2014.

3.4 MÉTODOS

Os procedimentos para o preparo do iogurte batido, para a secagem por atomização e os métodos analíticos utilizados para avaliar o produto final estão descritos nas próximas seções.

3.4.1 PREPARO DO IOGURTE BATIDO

Para o preparo do iogurte batido, lotes típicos de 50 copos com 190 g foram vertidos em recipiente com capacidade para 20 litros e misturados com o auxílio de agitador Ultra-Turrax

T-50 (IKA-Werke (Janke & Kunkel), Staufen, Alemanha) de alta frequência até a obtenção de consistência qualitativamente fluida. Esse procedimento é ilustrado na Figura 4, da esquerda para a direita.

Figura 4 — Etapas do preparo do iogurte batido

Fonte: Arquivos do Autor, 2012.

3.4.2 PESAGENS

As pesagens dos materiais alimentados e obtidos na secagem e limpeza do atomizador foram feitas em balança de precisão Filizola BP15 (São Paulo, SP) e Mettler-Todelo PB 1502L (Barueri, SP), respectivamente.

3.4.3 UMIDADE

A umidade do iogurte *in natura* foi determinada por secagem até peso constante em estufa Tecnal TE-393/2 (Piracicaba, SP) na temperatura de 102 °C, em cápsulas contendo areia, em quintuplicata.

A umidade dos produtos secos foi realizada por titulação pelo método de Karl Fischer com auxílio do equipamento 870 KF Titrino (Metrohm, Herisau, Suíça) em triplicata (BRUTTEL e SCHLINK, 2003).

3.4.4 CONSERVAÇÃO DAS AMOSTRAS OBTIDAS DA SECAGEM DO IOGURTE POR ATOMIZAÇÃO

De cada ensaio obteve-se cerca de 1 kg de produto, que foi recolhido da câmara de secagem durante e após o processamento, por escovação, e do ciclone em sacos plásticos. O material foi homogeneizado manualmente e dividido em duas porções, representando cada uma cerca da metade da massa recolhida. A seguir, o pó foi transferido e acondicionado em potes de vidro transparentes com capacidade para 600 mL, dotados de tampa metálica com anel interno de material elastômero para fechamento hermético. Os dois potes referentes a cada ensaio foram identificados, lacrados e armazenados ao abrigo da luz, à temperatura ambiente. O material de um dos potes foi utilizado nas análises, enquanto o segundo pote ficou como reserva de segurança.

3.4.5 DETERMINAÇÃO DO DIÂMETRO DE PARTÍCULAS POR DIFRAÇÃO A LASER

A análise por difração a *laser* é conhecida pela sigla LALLS ou por sua denominação em inglês: *Low Angle Laser Light Scattering*.

3.4.5.1 Princípio do Método

O método tem como base o fato de o ângulo de difração da luz que atravessa uma dispersão de partículas ser inversamente proporcional ao tamanho da partícula; dessa forma, é possível associar desvios medidos de um feixe de luz com a presença de materiais particulados de diferentes tamanhos. O desenvolvimento de equipamentos confiáveis para essa análise, fez que ela houvesse se difundido tanto no meio acadêmico como no ambiente industrial. De acordo com Rawle (2002), o instrumento é basicamente constituído de fonte de laser capaz de emitir feixe de luz intenso e coerente de determinado comprimento de onda, sensor adequado e, entre eles, dispositivo que permita a passagem da amostra a ser analisada. Usualmente é possível a análise de partículas em suspensão com diâmetros entre 0,1 μm e 3000 μm . Dependendo das características, o material a ser analisado pode ser introduzido no equipamento em forma de pó (de 4 g até 10 g), carregado por corrente gasosa ou então pode ser disperso (de 1 g até 2 g) em algum solvente adequado e, nessa condição, passar pelo feixe de *laser*. Como resultado da análise o aparelho gera distribuição de volumes com base nos

diâmetros medidos. Se o material possuir densidade constante, então a distribuição de volumes pode ser relacionada diretamente com a distribuição mássica das partículas.

3.4.5.2 Realização dos ensaios

As análises da distribuição do tamanho de partículas obtidas nos onze testes realizados foram feitas no Laboratório de Caracterização Tecnológica do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. O equipamento utilizado foi um *Mastersizer 2000* (Malvern *Instruments Ltd.*, Malvern, Reino Unido) com sensibilidade para detecção de partículas de 0,02 μm até 2000 μm . Os pós foram dispersos em álcool isopropílico e a suspensão foi introduzida no equipamento. A análise ocorreu de forma automática e durou cerca de um minuto. Os resultados foram enviados para computador acoplado ao equipamento que gerou laudo para cada análise com base em valores médios de cinco leituras. Dos laudos foram utilizados seis parâmetros para a caracterização das amostras de partículas obtidas nos ensaios, a saber, o *span*, a área superficial específica, o diâmetro médio de Sauter ($D_{3,2}$) e os percentis da distribuição de diâmetro de partículas referentes a 10%, 50% e 90%, respectivamente, $d_{0,1}$, $d_{0,5}$ e $d_{0,9}$. Os laudos das análises constam nos Anexos B, C, D, E, F e G.

3.4.6 DETERMINAÇÃO DA COR DO PRODUTO

As medidas de cor foram realizadas nas instalações do Laboratório de Engenharia de Alimentos – LEA do Departamento de Engenharia Química da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, DEQ-POLI-USP.

Com auxílio de espectrofotômetro ColorQuest XE (Hunter Lab, Reston, VA, EUA), devidamente calibrado de acordo com as instruções do fabricante, foram feitas as medidas dos valores de L^* , a^* e b^* , referentes ao sistema de cores CIELAB, sob o iluminante D65 e com ângulo de observação de 10°, com refletância-especular incluída (RSIN). Nas medidas, foi utilizada única cubeta de quartzo com caminho óptico de 20 mm, limpa a cada troca de amostras. O pó foi compactado na cubeta com auxílio de leve pressão feita com o dedo, até que a superfície a ser exposta à leitura se apresentasse sem interstícios, para minimizar a formação de sombras

no produto. As leituras foram realizadas em quadruplicata, duas para cada face de leitura da cubeta, na temperatura ambiente.

A análise de diferença de cor foi feita comparando-se os valores obtidos nas medidas das amostras e os determinados para o padrão de cor. Foi escolhido o padrão de cor do leite em pó desnatado da marca Molico (Nestlé, Araçatuba, SP), adquirido em mercado local em latas de 300 g. O motivo da escolha foi o fato de o leite Molico, por ser desnatado, ao ser reconstituído, apresenta coloração mais próxima daquela apresentada pelo iogurte fresco. Além disso, o produto em pó é mais claro que o leite em pó integral Ninho (Nestlé, Araçatuba, SP), outro possível produto considerado para o padrão de cor, uma vez que alguns dos produtos obtidos na secagem por atomização têm coloração típica de leite em pó.

Os valores de ΔE^* foram calculados com auxílio das expressões (9) até (12), da seção 3.4.6.

3.4.7 ANÁLISES MICROSCÓPICAS

As análises das amostras foram realizadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV) Quanta 600 FEG (FEI, EUA) equipado com espectrômetro de raios X por dispersão de energia (EDS) Quantax 400 (tecnologia SDD – *Silicon Drift Detector*) e *software Sprit* (Bruker, EUA), no Laboratório de Caracterização Tecnológica do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

A rotina de trabalho estipulada compreendeu a coleta de imagens de elétrons secundários. As amostras foram distribuídas em fita dupla face de carbono, metalizadas com platina e fixadas em suporte próprio para MEV.

3.4.8 ATIVIDADE DE ÁGUA

Os valores da atividade de água — a_w — foram realizadas com auxílio do equipamento Decagon Aqualab 3 TE (Pullman, WA, EUA), em triplicata, na temperatura de $(25,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$.

3.4.9 ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS

A pesquisa para a presença de *Lactobacillus delbrueckii* subsp. *bulgaricus* foi realizada com auxílio do ágar MRS (Man, Rogosa e Sharp) produzido pela Oxoid (Basingstoke, Inglaterra) por meio da inoculação de amostras de diluições decimais seriadas em placas de Petri tipo Dispopenetri (INLAB, Diadema, SP) em duplicata, colocadas em jarras de anaerobiose juntamente com o dispositivo gerador de anaerobiose Anaerogen, ambos produzidos pela Oxoid, e incubadas por 72 horas em estufa a 37 °C. A pesquisa para *Streptococcus thermophilus* foi feita com auxílio do ágar M17, indicado para a contagem seletiva desse micro-organismo pela *International Dairy Federation* — IDF/FIL — no iogurte (ASHRAF e SHAH, 2011). O meio, de procedência da Oxoid, foi inoculado com alíquotas obtidas de diluições decimais seriadas, e as placas, após a respectiva homogeneização entre meio e inóculo, receberam sobrecamada de meio puro. O teste foi realizado em duplicatas e as placas foram incubadas por 72 horas na temperatura de 37 °C. Após o período de incubação, foi contado o número de unidades formadoras de colônias (UFC) e os resultados expressos. Esses procedimentos são os recomendados pela IDF para a contagem de micro-organismos em iogurte (IDF, 2003).

3.4.10 DENSIDADE APARENTE DOS PRODUTOS

Os testes para a determinação da densidade aparente aerada (*bulk density*) e densidade aparente na condição de máximo empacotamento (*tapped density*) foram realizados no Laboratório de Sistemas Particulados, do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo — IPT, gentilmente cedido.

Os valores da densidade aparente em diferentes condições de empacotamento foram determinados com auxílio do equipamento Autotap (Quantachrome, Boynton Beach, EUA) que, por meio de dispositivo mecânico, produz impactos (*taps*) de forma padronizada nas amostras. As condições adotadas corresponderam à repetição de 800 impactos, valor determinado experimentalmente, até a condição de empacotamento máximo do material com maior coesividade entre os testados. A altura de queda foi de 3 mm e frequência de impactos, 250 por minuto.

A densidade aparente aerada foi determinada pela leitura direta do volume ocupado pela massa de amostra, colocada em cilindro graduado com capacidade de 50 mL até que ocupasse cerca de 40 mL. O valor da massa foi também registrado em balança de precisão Mettler Toledo PB1502 (Suíça). O cilindro foi então fixado em suporte adequado no equipamento e submetido ao número de impactos definidos. Ao fim do processo, nova leitura direta do volume ocupado pela amostra compactada foi realizada. Os testes foram realizados em triplicata e, com os valores medidos foi possível o cálculo dos Índices de Hausner e de Compressibilidade (ou de Carr), de acordo com as expressões (5) e (7) ou (6) e (8). Uma vez que as interações entre as partículas, que afetam sua capacidade de compactação, são as mesmas que afetam a fluidez, pós que têm boa capacidade de escoamento apresentam valores próximos entre a densidade aparente aerada e a densidade aparente na condição de máximo empacotamento (USP 37, 2014a).

3.5 BALANÇOS DE MASSA

Os balanços de massa permitem avaliar o desempenho do processo de secagem em termos de quantidades recuperadas de produto.

Na secagem por atomização, a literatura é rica no relato de problemas da aderência de produto no interior da câmara de secagem, o que prejudica o rendimento do processo e a qualidade do produto obtido (BHANDARI e ADHIKARI, 2009; EVONIK, 2013f; FILKOVÁ, HUANG e MUJUMDAR, 2006; GOULA e ADAMOPOULOS, 2008; GOULA e ADAMOPOULOS, 2010; LANGRISH, CHAN e KOTA, 2007; MASTERS, 1991; MASTERS, 2002; WOO *et al.*, 2009).

A seguir se apresenta a forma como foi sistematizada a abordagem para o balanço de massa, com base nas quantidades totais de material obtidas após o encerramento da operação e limpeza do equipamento, com a definição de parâmetros de desempenho, bem como suas formas de cálculo.

3.5.1 FLUXOGRAMA E ROTULAGEM

Os balanços de massa tiveram como base o esquema mostrado na Figura 5.

As correntes identificadas na Figura 5 correspondem às seguintes vazões:

- 1 – ar ambiente, composta de ar e de umidade;
- 2 – ar aquecido pela queima direta de gás (GLP), composta da corrente 1 adicionada dos produtos de combustão⁵ do GLP, CO_2 ⁶ e H_2O ;
- 3 – produto alimentado ao secador, composto, por hipótese de água e material seco;
- 4 – produto seco obtido na câmara de secagem, composto por material seco e umidade;
- 5 – ar de entrada no ciclone, composto de ar, umidade e eventuais finos⁷;
- 6 – saída de ar do sistema, composta de ar, umidade e eventuais finos não retidos no ciclone;
- 7 – finos eventualmente gerados, composta de material seco e umidade;
- 8 – entrada de GLP (composição⁸ aproximada em frações molares: etano, 0,018; propano, 0,254; propeno, 0,180; butano, 0,332; buteno, 0,216);
- 9 – produto obtido no processo de secagem, dado pela soma das correntes 4 e 7, composto de material seco e umidade.

⁵ A combustão do GLP, por hipótese, é admitida completa.

⁶ A quantidade de CO_2 gerada, por hipótese, não tem capacidade de afetar significativamente o valor da vazão mássica de ar seco, nem suas propriedades termodinâmicas.

⁷ Finos é a denominação das partículas diminutas que são carregadas pelo ar e retidas, normalmente, em sistemas de separação a jusante da câmara de secagem.

⁸ SOARES, P. A. D. **Composição do GLP Ultragaz**. [mensagem pessoal]. Mensagem recebida por: <triboli@maua.br> em 25 de jul. 2014.

Figura 5 — Esquema do atomizador SD-05 Tecnape para formulação das equações de balanço material

Fonte: O Autor, 2012.

3.5.2 BALANÇO DE MASSA COM BASE NA PORCENTAGEM DE MATERIAL SECO

Como a unidade é diferente nas correntes de entrada e saída do equipamento é necessário adotar uma base de cálculo sem água para o balanço de massa. Nesta pesquisa, trabalhou-se com a hipótese que o material seco (MS) é o que resta após a remoção da umidade (U) de uma amostra de iogurte.

Todo o material seco a ser processado é colocado no tanque de alimentação e bombeado para a câmara de secagem. Na câmara, a maior parte da água é retirada e dela sai o que se considera o produto seco. Contudo, se houver quantidade de material de dimensões granulométricas muito pequenas, ela é conduzida por transporte pneumático até o ciclone e retirada na forma de finos. O material que fica depositado na parede da câmara de secagem é recolhido ao final do processo por escovação, mas não é considerado produto por apresentar aspecto e cor normalmente bastante diferentes daqueles já recolhidos na câmara e ciclone. Dependendo das condições de operação do processo e da natureza e quantidade de aditivo utilizado, uma parte do material fica aderido nas tubulações e acessórios internos

do equipamento, sendo impossível sua remoção adequada por meios mecânicos. Esse material retido no equipamento somente é removido por meio de lavagem, constituindo-se, dessa forma, em perda do processo, assim como eventuais finos na corrente 6.

Assim, o balanço em termos de material seco é dado pela expressão (21):

$$MS_{entra} = MS_{câmara} + MS_{finos} + MS_{escovação} + MS_{perdas} \quad (21)$$

Os valores das parcelas do balanço de massa foram calculados conforme as expressões apresentadas nas próximas seções.

3.5.2.1 Material processado ou material seco que entrou no processo

É a quantidade de material seco existente no tanque de alimentação do processo. Nele é colocado o iogurte a ser seco mais eventuais aditivos auxiliares de secagem na forma de pó. Por causa do baixo teor de umidade dos aditivos utilizados, a quantidade de água adicionada foi considerada desprezável, de forma que ao material seco do iogurte foi adicionada a massa de aditivo utilizada no ensaio para o cálculo do teor de material seco processado. A expressão (22) estabelece esse balanço.

$$MS_{entra} = M_{iogurte} \cdot \%MS_{iogurte} + M_{aditivo} \quad (22)$$

3.5.2.2 Produto obtido da câmara de secagem e ciclone (finos)

O material obtido da câmara de secagem durante o processo somado aos “finos” recolhidos no ciclone é que efetivamente interessa no processo de secagem. Ao final, suas massas são pesadas separadamente para que se possa avaliar a fração de finos gerada no processo mas, uma vez feito isso, são misturados e é a umidade dessa mistura que é determinada. Assim, a massa de produto obtido é dada pela expressão (23) e seu material seco pela (24).

$$M_{produto} = M_{câmara} + M_{finos} \quad (23)$$

$$MS_{produto} = M_{produto} \cdot \%MS_{produto} \quad (24)$$

3.5.2.3 Material escovado da câmara de secagem

Ao final do processo de secagem e antes da lavagem do equipamento procede-se à escovação da câmara de secagem para remoção de eventual material aderido no seu interior. A escovação foi realizada de maneira suave de forma a facilitar a remoção do pó da parede, sendo esse material recolhido e pesado.

O teor de umidade e, consequentemente, de material seco do pó recolhido na escovação da parede da câmara de secagem foi, por hipótese, admitido igual ao do obtido. Essa hipótese é plausível, pois a diferença entre os valores medidos para algumas amostras se mostrou pequena, conforme pode ser verificado na Tabela 11. Para vazões baixas, de até cerca de 50% da capacidade nominal da bomba, a umidade desse pó escovado é pouco menor que a umidade do produto obtido, uma vez que esse material ficou mais tempo exposto à temperatura elevada do ar na câmara de secagem. Para o caso de vazões superiores às já indicadas, pode ocorrer o fenômeno de o produto ser projetado na parede da câmara ainda sem estar completamente seco, formando um aglomerado, de forma que sua umidade se apresenta superior à do produto obtido.

Tabela 11 — Valores de umidade do produto e do material retirado na escovação da câmara de secagem do atomizador para alguns ensaios

Ensaio	Umidade (%)	
	Produto	Escovação
1	1,7	1,1
2	1,7	1,3
3	1,9	1,0
4	2,6	1,3
5	8,4	10,4

Fonte: O Autor, 2014.

Além de as diferenças de umidade observadas serem pequenas, deve ser ressaltado que a quantidade de água contida no produto seco por unidade de massa é da ordem de grandeza de uma centena de vezes inferior à contida no produto úmido, de forma que sua contribuição para o balanço total de água não é relevante. Por fim, como o material escovado é subproduto indesejável, não se fez a determinação de sua umidade de forma sistemática. Assim, a quantidade de material seco recolhida na escovação da câmara de secagem é dada pela expressão (25).

$$MS_{escovação} = M_{escovação} \cdot \%MS_{produto} \quad (25)$$

3.5.2.4 Perdas de material seco

As perdas de produto são as quantidades de material seco retidas no interior do equipamento não removidas na escovação mais o eventual material não retido pelo ciclone e jogado no ar. Esse último fenômeno nunca foi observado, nem nos ensaios exploratórios, nem nos ensaios específicos do estudo. Portanto, foi considerado perda no processo o material seco retido nas tubulações e acessórios do equipamento, que somente consegue ser removido por meio de lavagem. Assim sendo, a quantidade de material seco que entrou menos a que saiu é o que se perdeu no equipamento. Essa quantidade de material é calculada por diferença pela expressão (26), pois não é possível sua quantificação direta por método simples.

$$MS_{perdas} = MS_{entra} - (MS_{câmara} + MS_{finos} + MS_{escovação}) \quad (26)$$

A Figura 6 ilustra casos de deposição de material em conexões e ciclone.

Figura 6 — Aspectos da deposição do produto nos acessórios do equipamento

Fonte: O Autor, 2014.

Da esquerda para a direita: deposição de produto na porção de saída do duto da câmara de secagem; na seção de entrada do duto do ciclone e no ciclone.

3.6 MÉTODOS UTILIZADOS PARA A OTIMIZAÇÃO

Os problemas de otimização neste estudo foram resolvidos abordagem de programação matemática não linear com auxílio do método de gradiente reduzido generalizado — GRG —, por meio do algoritmo GRG2, existente na ferramenta *Solver* do *software* Microsoft Excel. Estimativas iniciais foram fornecidas para convergência da solução ótima. A verificação da existência de mínimos locais foi feita pela análise de convexidade do problema e graficamente (PINTO e GUT, 2009).

As técnicas de otimização multiobjetivo são classificadas em métodos de geração e de preferência, sendo os primeiros subdivididos em métodos sem preferência, métodos *a posteriori* com normalização e métodos *a posteriori* multiobjetivos. No presente trabalho foi utilizado o método de normalização de respostas com fatores de ponderação, uma abordagem tradicional, que converte a otimização multiobjetivo em problema de otimização de objetivo único, para que possa ser resolvido adequadamente gerando uma solução ótima de Pareto. Esse procedimento é repetido, então, diversas vezes, gerando, em cada ocasião, nova solução ótima de Pareto (SENG e RANGAIAH, 2009).

4 ESTUDO DA INFLUÊNCIA DAS PRINCIPAIS VARIÁVEIS DE PROCESSO

As propriedades dos produtos obtidos por atomização dependem, principalmente, das seguintes variáveis: temperaturas de entrada e de saída do ar na câmara de secagem; vazão de ar; teor de sólidos no material alimentado; tensão superficial do produto alimentado; velocidade do disco atomizador; diâmetro, número e dimensões das canaletas do disco atomizador; e umidade do ar de entrada (AMERICAN INSTITUTE OF CHEMICAL ENGINEERS, 2003; MASTERS, 1997; MASTERS, 2002).

Ao se escolher o iogurte batido, ficaram determinados o teor de sólidos e a tensão superficial. O disco atomizador do Tecnape SD-05 fixa os parâmetros relativos à geometria. A umidade do ar de entrada é variável importante, porém não controlável, uma vez que depende das condições atmosféricas no momento da secagem. A vazão de ar, por recomendação do fabricante, deve ser ajustada na máxima capacidade do ventilador adutor do equipamento. Portanto, como variáveis, restam a velocidade do disco atomizador, as temperaturas do ar de entrada e saída da câmara de secagem, sendo a última determinada pela vazão de alimentação de produto no equipamento e a depressão na câmara de secagem.

4.1 ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA ROTAÇÃO, TEMPERATURA DO AR DE ENTRADA E VAZÃO DE ALIMENTAÇÃO

Para caracterizar as respostas do equipamento Tecnape SD-05 foi feito estudo da influência da velocidade de rotação do disco atomizador, temperatura do ar de entrada e vazão de alimentação de produto em faixas de valores determinados experimentalmente, conforme a seção 4.1.1.1, adiante. A depressão na câmara de secagem foi fixada em 20 mmH₂O conforme recomendação do fabricante do equipamento e com base em resultados de testes exploratórios.

As amostras de pós de iogurte foram analisadas para a caracterização dimensional de partículas e foram geradas informações sobre a área específica, diâmetro médio de Sauter, homogeneidade da amostra e a mediana do tamanho das partículas. Do processo de secagem investigou-se o efeito das condições experimentais na temperatura do ar de saída e foi feita

avaliação da quantidade de material depositado na parede da câmara de secagem. Por fim, avaliou-se a diferença de cor apresentada pelos produtos em relação a um padrão, no caso, leite em pó desnatado.

4.1.1 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

A abordagem fenomenológica da secagem por atomização é bastante complexa e encontra-se tratada em minúcias em várias obras e estudos (BIRCHAL *et al.*, 2006; LANGRISH, 2009; MASTERS, 1991; MEZHERICHER, 2011). A dificuldade em se obter os parâmetros necessários para a utilização das equações representativas dos fenômenos fez com que se fizesse a opção por uma abordagem empírica do processo, com delineamentos experimentais e superfícies de respostas. No Apêndice A são apresentados, de forma sucinta, os fundamentos dessa metodologia.

Na construção de modelos empíricos das respostas do sistema para a secagem do iogurte em diferentes condições de processamento optou-se por delineamento estatístico de experimentos. Com base em ensaios exploratórios, foi possível verificar que três variáveis influenciam fortemente o processo de secagem por atomização, a saber: a velocidade de rotação do disco atomizador (R), a temperatura do ar de entrada na câmara de secagem (T) e a vazão de alimentação do produto (V), uma vez que ela determina a temperatura do ar de saída do processo. Para ser possível o estudo da resposta do sistema por meio de delineamento experimental para três parâmetros em dois níveis — inferior e superior — com ponto central — nível médio — em triplicata são necessários 11 ensaios, que estão organizados de acordo com a Tabela 12. Esse arranjo de experimentos é denominado planejamento fatorial 2^3 completo com ponto central em triplicata. O limite inferior de uma variável estudada é codificado pelo valor “-1” e o superior por “+1”; o nível médio é representado pelo valor zero.

Tabela 12 — Condições codificadas para três variáveis estudadas

Ensaio	R	T	V
1	—	—	—
2	+	—	—
3	—	+	—
4	+	+	—
5	—	—	+
6	+	—	+
7	—	+	+
8	+	+	+
9	0	0	0
10	0	0	0
11	0	0	0

Fonte: O Autor, 2012.

Nota: (+) e (—) representam +1 e -1, respectivamente.

4.1.1.1 Ensaios exploratórios e determinação da região viável

Na determinação do espaço amostral da pesquisa foram realizados doze ensaios em condições consideradas extremas para a operação de secagem, tanto para o produto quanto para o equipamento. Com relação à velocidade do disco atomizador, 30000 rpm é o valor máximo possível no equipamento. Então, foram feitos testes com redução progressiva da rotação, combinada com a temperatura de entrada do ar e a vazão da bomba, até que foi verificada a incapacidade de se obter a secagem do produto, fato evidenciado pelo aparecimento de faixa de material aderida à parede da câmara de secagem na altura próxima à posição do disco atomizador, conforme mostra a Figura 7. Os testes mostraram que o valor mínimo de velocidade do disco atomizador, para o qual não há a formação de faixa de produto úmido na câmara, é de 25000 rpm. Assim, os limites operacionais para a velocidade do atomizador ficaram delimitados na faixa entre 25000 rpm e 30000 rpm.

Figura 7 — Aspecto da câmara de secagem com a utilização de velocidade do disco atomizador de 24000 rpm para temperaturas do ar de entrada de 180 °C (esquerda) e 160 °C (centro e direita) e vazão de alimentação de 40% da capacidade da bomba (6,9 kg/h, à direita)

Fonte: Arquivos do Autor, 2012.

Com relação às temperaturas de entrada do ar na câmara, tem-se que o valor mínimo de 160 °C corresponde ao limite operacional do equipamento. Por motivos construtivos é impossível alcançar temperaturas inferiores a 150 °C e, dessa forma, verificou-se que a manutenção da condição de 160 °C foi operacionalmente possível. Por outro lado, a utilização de temperaturas superiores a 180 °C fez que o pó tomasse coloração caramelo, descaracterizando o aspecto do produto, que deve ter, preferencialmente, coloração próxima à do leite em pó, indicando o excesso de tratamento térmico. Essa situação está acoplada com a vazão de alimentação do produto, a ser discutida em seguida. Assim, os limites práticos estabelecidos para o condicionamento da temperatura do ar de entrada foram estabelecidos em 160 °C e 180 °C.

A faixa de vazão adequada à pesquisa foi determinada com base na capacidade de obter a operação do equipamento sem que o produto úmido ficasse aderido na parede, o que determinou a vazão máxima consequentemente acoplada com a menor temperatura de saída e a cor mais clara e próxima da cor do iogurte. A vazão mínima teve somente como critério o aspecto caramelizado do produto, uma vez que, à medida que a vazão diminui, a temperatura de saída do produto aumenta e, com isso, condições favoráveis à reação de Maillard prevalecem, conferindo cor escura ao produto. O efeito da vazão no aspecto do pó obtido pode ser apreciado na Figura 8. Assim, os limites práticos para a vazão de alimentação de produto no secador por atomização foram estabelecidos para a faixa correspondente à capacidade de alimentação da bomba de 30 até 50%, o que corresponde às vazões de 5,2 kg/h e 8,7 kg/h de iogurte fresco batido, respectivamente.

Figura 8 — Aspecto dos produtos obtidos em condições de velocidade de disco de 24000 rpm, temperatura de entrada do ar de 180 °C e vazões de alimentação correspondentes a 60%, 50%, 40% e 30% da capacidade da bomba, da esquerda para a direita, respectivamente, 10,5 kg/h, 8,7 kg/h, 6,9 kg/h e 5,2 kg/h.

Fonte: Arquivo do Autor, 2012.

Dos testes exploratórios, ficou definido o espaço para o trabalho experimental, conforme a Tabela 13.

Tabela 13 — Resumo das condições experimentais definidas para o estudo

Variável	Parâmetro	Valores		
		Mínimo	Médio	Máximo
<i>R</i>	Velocidade do disco atomizador (rpm)	25000	27500	30000
<i>T</i>	Temperatura do ar de entrada (°C)	160	170	180
<i>V</i>	Vazão de alimentação (% da capacidade da bomba)	30	40	50

Fonte: O Autor, 2012.

4.1.1.2 Programação dos ensaios e respostas analisadas

Os ensaios foram programados de acordo com o delineamento experimental. Dos 11 ensaios necessários na construção de superfície de respostas com polinômios de primeiro grau, oito são fundamentais para fornecer ideia da resposta do sistema às variáveis de entrada e três, — os do ponto central —, servem fundamentalmente para que se tenha boa estimativa dos erros. A ordem de execução dos ensaios foi determinada por sorteio, com auxílio de dado de doze faces e está indicada na Tabela 14. O tratamento estatístico dos resultados foi realizado com auxílio do programa Minitab 16 (Minitab Inc., State College, PA, EUA).

Tabela 14 — Ensaios programados para o estudo da influência das principais variáveis de processo e sua ordem de execução

Ensaio	<i>R</i>	<i>T</i>	<i>V</i>	Ordem de execução
1	—	—	—	5º
2	+	—	—	1º
3	—	+	—	6º
4	+	+	—	7º
5	—	—	+	8º
6	+	—	+	3º
7	—	+	+	10º
8	+	+	+	4º
9	0	0	0	11º
10	0	0	0	9º
11	0	0	0	2º

Fonte: O Autor, 2012.

Para esse conjunto de ensaios, as respostas analisadas foram: distribuição de tamanho de partículas, temperatura de saída do ar da câmara de secagem, quantidade de material aderido na parede da câmara de secagem e diferença de cor.

4.1.2 RESULTADOS DA DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

A análise da distribuição do tamanho de partículas foi realizada por meio da técnica de difração a *laser*, conforme 3.4.5, em equipamento Mastersizer 2000 (versão 5.54) produzido pela Malvern Instruments Ltd, do Reino Unido. Os laudos das análises constam no Anexo B e os diagramas das distribuições das partículas estão organizados na Tabela 15.

Da observação da Tabela 15, verifica-se que a distribuição de partículas foi sensível às condições dos ensaios, dado que, exceto para as repetições no ponto central (ensaios 9, 10 e 11), todos os diagramas apresentam aspectos distintos. Dessa observação já fica evidente o fato de o aumento da vazão de alimentação contribuir positivamente na geração de partículas maiores, aumentando a dispersão de diâmetros na amostra e sugerindo que o valor adotado tenha sido pouco além daquele que permitiria maior homogeneidade do produto em relação ao diâmetro das partículas geradas.

Os resultados da distribuição de partículas do ensaio 4 sugere que a menor vazão adotada (30% da capacidade da bomba) e que a velocidade máxima de rotação do atomizador (30000 rpm) juntamente com a condição de temperatura de entrada de 180 °C são as condições mais adequadas para a obtenção de amostras mais homogêneas. Pela observação da Tabela 15, verifica-se que as condições adotadas no ensaio 4 foram as que geraram a distribuição mais simétrica e com menor dispersão de diâmetros. A observação do perfil de distribuição dos tamanhos das partículas nos ensaios 9, 10 e 11, referentes à triplicata no ponto central mostra a boa reprodutibilidade dos resultados, lembrando que foram, respectivamente, o 11º, 9º e 2º ensaios a serem realizados.

É possível perceber que a utilização da vazão de alimentação em 50% da capacidade da bomba (8,7 kg/h) favoreceu a formação de partículas maiores, como se pode ver nos ensaios 5 a 8. Além disso, verifica-se alguma tendência na formação de distribuição bimodal quando da utilização da temperatura de 160 °C no ar de entrada. O tamanho e a distribuição de tamanhos de partículas afetam diretamente as propriedades de fluidez e umectabilidade de pó alimentício (BARBOSA-CÁNOVAS e JULIANO, 2005). Dessa forma, análises posteriores poderão melhor caracterizar as consequências desse fato e indicar sua conveniência ou não em um produto.

Tabela 15 — Distribuição de tamanho de partículas de acordo com as condições experimentais

Ensaio	Vel. atom. (rpm)	Temp. ar. ent. (°C)	Vazão alim. (%)	Distribuição de tamanho de partículas
1	25000	160	30
2	30000	160	30
3	25000	180	30
4	30000	180	30
5	25000	160	50
6	30000	160	50
7	25000	180	50
8	30000	180	50
9	27500	170	40
10	27500	170	40
11	27500	170	40

Fonte: O Autor, com base nos Laudos de análise do LTC, DEMP-EP-USP, 2012.

4.1.2.1 Área específica das partículas

Os resultados para a área específica das partículas foram obtidos dos laudos de análises de distribuição de tamanho de partículas e se encontram na Tabela 16.

Tabela 16 — Resultados para a área superficial específica da distribuição de tamanhos de partículas em função das condições experimentais

Ensaio	Velocidade do atomizador (rpm)	Temperatura do ar de entrada (°C)	Vazão de alimentação (%)	Área específica (m ² /g)
1	25000	160	30	0,252
2	30000	160	30	0,288
3	25000	180	30	0,248
4	30000	180	30	0,292
5	25000	160	50	0,195
6	30000	160	50	0,159
7	25000	180	50	0,196
8	30000	180	50	0,212
9	27500	170	40	0,231
10	27500	170	40	0,246
11	27500	170	40	0,244

Fonte: O Autor com base nos Laudos constantes no Anexo B.

O efeito das condições experimentais na área específica das partículas é analisado com o auxílio da Tabela 17, organizada com auxílio do Minitab, a qual indica, quantitativamente, a intensidade dos efeitos das variáveis estudadas e suas eventuais interações para o nível de significância escolhido de 5% ($\alpha = 0,05$). O nível de significância de 5% é adotado como regra geral na análise estatística de resultados. Em casos especiais, outros níveis podem ser estabelecidos.

Tabela 17 — Estimativa dos efeitos e de seus coeficientes para a área específica das partículas para os parâmetros codificados

Termo	Efeito	Coeficiente	p
Constante		0,23025	0,000
R	0,01500	0,00750	0,121
T	0,01350	0,00675	0,144
V	-0,07950	-0,03975	0,005
R × T	0,01500	0,00750	0,121
R × V	-0,02500	-0,01250	0,049
T × V	0,01350	0,00675	0,144
R × T × V	0,01100	0,00550	0,196

Fonte: O Autor, 2012.

Nota: Os valores estatisticamente significativos estão em negrito.

Da Tabela 17 é possível inferir que, das variáveis estudadas, a vazão de alimentação teve a maior importância em relação à área específica das partículas, e o sinal negativo de seu coeficiente indica que o aumento da vazão contribuiu na redução da área específica. Certamente isso se deve ao fato que a maior vazão fez que partículas maiores fossem geradas e isso, obviamente, reduz a área específica da população.

Figura 9 — Diagrama de efeitos principais para a área específica das partículas (esquerda) e seu diagrama de interações (direita)

Fonte: Minitab, 2012.

Convenção: nos diagramas à esquerda, círculos representam os pontos extremos e os quadrados representam os pontos centrais; nos diagramas à direita, círculos pretos representam os pontos extremos dos níveis inferiores das variáveis (-1), os quadrados verdes representam os pontos extremos dos níveis superiores (+1); quadrados vermelhos representam os pontos centrais (0). A letra A representa a velocidade de rotação do atomizador; B, a temperatura de entrada do ar e C, a vazão de alimentação.

A análise gráfica dos efeitos principais na Figura 9 mostra que o aumento da velocidade de rotação do atomizador e o aumento da temperatura contribuem pouco para o aumento da área específica, ou seja, na geração de partículas com menor diâmetro. Entretanto, quando esses efeitos são comparados com a contribuição da vazão de alimentação do produto, fica evidente que são superados. Enquanto a velocidade de rotação do atomizador e a temperatura elevam a área específica de cerca de 0,22 m²/g para cerca de 0,24 m²/g por ocasião do aumento de seus valores, o aumento da vazão de alimentação do produto faz que haja queda no valor de cerca de 0,27 m²/g para cerca de 0,19 m²/g. Ou seja, aumento no efeito de cerca de 0,02 unidade é substituído por redução de cerca de 0,08 unidade, cerca de quatro vezes superior. Por essa razão, esse é o efeito preponderante na variação da área específica das partículas.

Os três diagramas de interações são projeções ortogonais de figura tridimensional, na qual a linha preta está em uma face de fundo e a linha verde em uma face frontal de cubo de aresta 2 (-1 a +1), dentro do qual está a superfície descrita pelo modelo matemático. Com relação a eventuais interações entre as variáveis estudadas observa-se discreta interação entre a velocidade de rotação do atomizador (R) e a vazão de alimentação do produto (V). Isso é evidenciado pelo cruzamento das linhas pretas e verdes na Figura 9. Quanto maior o aspecto de um “X” entre as linhas e maiores suas inclinações, mais evidente a interação entre as variáveis de processo. Quanto maior o paralelismo entre as linhas pretas e verdes, maior a evidência, no gráfico, que não existe interação entre as variáveis em questão.

A expressão que descreve o comportamento médio da área específica das partículas é dada a seguir:

$$\hat{A}_{SE} = 0,230 - 0,040 V \quad (27)$$

em que $\hat{A}_{SE}$ representa a área específica (m²/g) e V a vazão da bomba em variável codificada. A análise de variância indica que a fração da variação explicada pelo modelo é de 0,86, de uma fração máxima de variação explicável de 0,992. A diferença é devida à falta de ajuste. Para o índice de curvatura, o valor p é de 0,209 ($> 0,05$) e, portanto, não há curvatura, ou o eventual valor de uma curvatura encontra-se dentro da incerteza do modelo. Isso pode ser verificado pela posição do quadrado vermelho na Figura 9, relativamente próximo à linha que une os

efeitos em suas condições codificadas (-1) e (+1) e pela análise da coluna de resíduos na Tabela 18. Os pequenos valores dos resíduos indicam que o modelo tem boa capacidade preditiva da área específica das partículas.

Tabela 18 — Valores dos resíduos para o modelo da área específica das partículas

Ensaio	<i>R</i>	<i>T</i>	<i>V</i>	Área específica medida (m ² /g)	Área específica calculada (m ² /g)	Resíduos (m ² /g)
1	-	-	-	0,252	0,270	-0,02
2	+	-	-	0,288	0,270	0,02
3	-	+	-	0,248	0,270	-0,02
4	+	+	-	0,292	0,270	0,02
5	-	-	+	0,195	0,190	0,01
6	+	-	+	0,159	0,190	-0,03
7	-	+	+	0,196	0,190	0,01
8	+	+	+	0,212	0,190	0,02
9	0	0	0	0,231	0,230	0,00
10	0	0	0	0,246	0,230	0,02
11	0	0	0	0,244	0,230	0,01

Fonte: O Autor, 2012.

No estudo de sistemas particulados, a literatura concentra-se, fundamentalmente, na análise do diâmetro de Sauter e na distribuição de diâmetros de partículas, que fornece ideia da homogeneidade da distribuição. Assim, como a área específica é corolário do diâmetro e também da distribuição dos diâmetros das partículas, a comparação dos valores encontrados com outros relatados em trabalhos semelhantes será feita de forma indireta, por ocasião da discussão do diâmetro de Sauter e da homogeneidade da amostra.

4.1.2.2 Diâmetro médio de Sauter

Os resultados para o diâmetro médio de Sauter se encontram na Tabela 19.

Tabela 19 — Resultados para o diâmetro de Sauter da distribuição de tamanhos de partículas em função das condições experimentais

Ensaio	Velocidade do atomizador (rpm)	Temperatura do ar de entrada (°C)	Vazão de alimentação (%)	$D_{3,2}$ (μm)
1	25000	160	30	23,849
2	30000	160	30	20,853
3	25000	180	30	24,226
4	30000	180	30	20,569
5	25000	160	50	30,744
6	30000	160	50	37,711
7	25000	180	50	30,585
8	30000	180	50	28,299
9	27500	170	40	26,005
10	27500	170	40	24,341
11	27500	170	40	24,547

Fonte: O Autor com base nos Laudos constantes no Anexo B.

O tamanho médio da partícula, representado pelo diâmetro médio de Sauter — $D_{3,2}$ — em conjunto com a distribuição dos tamanhos de partículas, define as características do secador por atomização. O diâmetro de Sauter é o valor mais adequado para caracterizar a nuvem de gotículas formada na atomização (FILKOVÁ, HUANG e MUJUMDAR, 2006). A Tabela 20 mostra os efeitos e respectivos coeficientes para $D_{3,2}$ das partículas de iogurte.

Tabela 20 — Estimativa dos efeitos e de seus coeficientes para diâmetro de Sauter $D_{3,2}$ das partículas para os parâmetros codificados

Termo	Efeito	Coeficiente	p
Constante		27,105	0,000
R	-0,493	-0,247	0,522
T	-2,369	-1,185	0,066
V	9,461	4,730	0,005
R × T	-2,478	-1,239	0,061
R × V	2,833	1,417	0,048
T × V	-2,416	-1,208	0,064
R × T × V	-2,148	-1,074	0,079

Fonte: Minitab, 2012.

Nota: Os valores estatisticamente significativos estão em negrito.

De acordo com a Tabela 20 é possível notar que os efeitos significativos são a vazão de alimentação de produto e a interação entre temperatura do ar de entrada e vazão de alimentação.

Figura 10 — Diagrama de efeitos principais para o diâmetro de Sauter das partículas (esquerda) e seu diagrama de interações (direita)

Fonte: Minitab, 2012.

Convenção: nos diagramas à esquerda, círculos representam os pontos extremos e os quadrados representam os pontos centrais; nos diagramas à direita, círculos pretos representam os pontos extremos dos níveis inferiores das variáveis (-1), os quadrados verdes representam os pontos extremos dos níveis superiores (+1); quadrados vermelhos representam os pontos centrais (0). A letra A representa a velocidade de rotação do atomizador; B, a temperatura de entrada do ar e C, a vazão de alimentação.

Os parâmetros que mais influenciam o diâmetro médio são a temperatura do ar de entrada e a vazão de alimentação do produto. Enquanto a variação da temperatura do nível inferior para o nível superior provoca redução no diâmetro, a variação equivalente da vazão provoca aumento no diâmetro, como mostra a Figura 10. Com relação às interações, rigorosamente,

considera-se a interação entre a velocidade do atomizador e a vazão de alimentação, conforme a Tabela 20. Entretanto, observando-se os diagramas de interações na Figura 10, nota-se que os valores do teste p para as interações entre a velocidade do atomizador e a temperatura, e entre a temperatura e a vazão são próximas a 0,05. Assim, se a significância do teste fosse relaxada, essas interações passariam a fazer parte da regressão, como sugerem os diagramas. Da Tabela 21 é possível verificar que o diâmetro médio da partícula somente é reduzido quando a bomba de alimentação trabalhar com 30% de sua capacidade. Analogamente ao que ocorre com a mediana do tamanho das partículas — $d_{0,5}$ — verifica-se que na velocidade máxima do disco atomizador há tendência para a redução do diâmetro. A velocidade do disco atomizador não é efeito importante de forma isolada, mas interage com as demais variáveis para influenciar o diâmetro.

A regressão do diâmetro de Sauter das partículas é expressa por:

$$\hat{D}_{3,2} = 27,105 + 4,730 V + 1,417 RV \quad (28)$$

em que $\hat{D}_{3,2}$ representa o diâmetro de Sauter estimado (μm), V a vazão da bomba e R a velocidade de rotação do atomizador, em variáveis codificadas. A fração da variação explicada pelo modelo é de 0,97, enquanto a fração da variação máxima explicável é de 0,994. O índice de curvatura $p = 0,073$ ($> 0,05$) indica que não existe curvatura significativa. De acordo com a Tabela 21 os resíduos obtidos são relativamente pequenos em algumas situações, mas para os ensaios 6 e 8 apresentam comportamento discrepante do conjunto. A incorporação das interações já mencionadas no modelo, eventualmente, poderia melhorar essa situação.

Tabela 21 — Valores dos resíduos para o diâmetro de Sauter das partículas

Ensaio	R	T	V	$D_{3,2}$ (μm)	$\hat{D}_{3,2}$ (μm)	Resíduos (μm)
1	—	—	—	23,849	23,792	0,06
2	+	—	—	20,853	20,958	-0,10
3	—	+	—	24,226	23,792	0,43
4	+	+	—	20,569	20,958	-0,39
5	—	—	+	30,744	30,418	0,33
6	+	—	+	37,711	33,252	4,46
7	—	+	+	30,585	30,418	0,17
8	+	+	+	28,299	33,252	-4,95
9	0	0	0	26,005	27,105	-1,10
10	0	0	0	24,341	27,105	-2,76
11	0	0	0	24,547	27,105	-2,56

Fonte: O Autor, 2012.

No trabalho de Walton e Mumford (1999), que foi dedicado à caracterização morfológica de partículas obtidas em secagem por atomização, foi analisada uma amostra de iogurte em pó que apresentou diâmetro médio de partícula de 20 μm , sendo as medidas feitas com auxílio de microscopia óptica. Na revisão sobre a obtenção de iogurte em pó realizada por Kumar e Mishra (2004) há única referência dando conta de iogurte em pó com diâmetro de partícula de 27 μm ; sem indicação de como foi obtido esse valor. Tampouco há indicação em relação a se esses diâmetros relatados se referem ao diâmetro de Sauter. Obviamente que se desconhecendo a forma de medida dos diâmetros relatados, uma comparação rigorosa fica inviabilizada, contudo, apesar dessa limitação metodológica, os valores para o diâmetro de Sauter observados nos pós de iogurte produzidos são típicos e coerentes com os escassos valores encontrados na literatura. No trabalho de Koc et al. (2010, p. 505) sobre a secagem de iogurte natural em secador por atomização com bico de pressão, existem duas imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura, nas quais aparecem partículas esféricas muito bem formadas. Entretanto, não há a indicação de qualquer informação sobre o diâmetro das partículas no texto. Com o auxílio das imagens e das escalas nelas indicadas é possível estimar o diâmetro das partículas que lá aparecem. A título de ilustração, dada a dificuldade de encontrar esses valores na literatura consultada, foram realizadas dez medidas

com régua, cuja média resultou em diâmetro de 13,2 µm para essas partículas. Não há indicação no texto se a imagem da fotografia escolhida tinha outra finalidade além de mostrar a morfologia das partículas.

4.1.2.3 Largura ou *span* da distribuição de tamanho de partículas

O *span*, largura ou índice de dispersão de partículas é dado pela relação entre os percentis 10, 90 e 50 da distribuição, de acordo com a expressão (29).

$$S = \frac{d_{0,9} - d_{0,1}}{d_{0,5}} \quad (29)$$

Os resultados para o *span* da distribuição de partículas se encontram na Tabela 21.

Tabela 22 — Resultados para os percentis 10, 50 e 90 e *span* da distribuição de tamanhos de partículas em função das condições experimentais

Ensaio	Velocidade do atomizador (rpm)	Temperatura do ar de entrada (°C)	Vazão de alimentação (%)	$d_{0,1}$ (µm)	$d_{0,5}$ (µm)	$d_{0,9}$ (µm)	<i>Span</i>
1	25000	160	30	13,199	27,185	62,964	1,83
2	30000	160	30	12,111	23,345	47,340	1,51
3	25000	180	30	13,424	27,477	64,315	1,85
4	30000	180	30	11,863	23,528	45,710	1,44
5	25000	160	50	14,785	38,132	166,575	3,98
6	30000	160	50	16,425	57,507	193,548	3,08
7	25000	180	50	15,428	37,443	113,389	2,62
8	30000	180	50	13,993	34,457	133,687	3,47
9	27500	170	40	13,584	30,484	90,978	2,54
10	27500	170	40	12,918	28,557	74,967	2,17
11	27500	170	40	13,261	28,245	73,193	2,12

Fonte: O Autor com base nos Laudos constantes no Anexo B, 2012.

Na análise de diâmetro de partículas por difração a *laser*, $d_{0,9}$ representa o diâmetro da esfera equivalente (do mesmo volume) abaixo do qual estão 90% das partículas; $d_{0,1}$ representa o diâmetro da esfera equivalente (do mesmo volume) abaixo do qual estão 10% das partículas e, $d_{0,5}$, a mediana da distribuição. Quanto menor é o valor do *span* da distribuição, mais

homogênea é a amostra de partículas. Dessa forma, o *span*, ou largura da distribuição, serve como índice de homogeneidade da distribuição de diâmetros das partículas. Entende-se que, quanto mais homogênea a amostra em relação ao tamanho das partículas, melhor o desempenho do processo.

A Tabela 23 apresenta os efeitos calculados com auxílio do Minitab. Observando-se os valores fica evidente a importância da vazão de alimentação do produto. Esse fato já ficou destacado na discussão sobre a área específica e será novamente abordado por ocasião da discussão sobre a mediana da distribuição dos tamanhos de partículas, na seção 4.1.2.4, a seguir.

Tabela 23 — Estimativa dos efeitos e de seus coeficientes para o *span* da distribuição de partículas para os parâmetros codificados

Termo	Efeito	Coeficiente	p
Constante		2,4728	0,001
R	-0,1945	-0,0973	0,350
T	-0,2550	-0,1275	0,254
V	1,6300	0,8150	0,010
R × T	0,4170	0,2085	0,122
R × V	0,1730	0,0865	0,395
T × V	-0,2305	-0,1153	0,288
R × T × V	0,4625	0,2312	0,103

Fonte: Minitab, 2012.

Nota: Os valores estatisticamente significativos estão em negrito.

Figura 11 — Diagrama de efeitos principais para o *span* da distribuição das partículas (esquerda) e seu diagrama de interações

Fonte: Minitab, 2012.

Convenção: nos diagramas à esquerda, círculos representam os pontos extremos e os quadrados representam os pontos centrais; nos diagramas à direita, círculos pretos representam os pontos extremos dos níveis inferiores das variáveis (-1), os quadrados verdes representam os pontos extremos dos níveis superiores (+1); quadrados vermelhos representam os pontos centrais (0). A letra A representa a velocidade de rotação do atomizador; B, a temperatura de entrada do ar e C, a vazão de alimentação.

A observação da Figura 11 permite que se verifique a intensidade do efeito da vazão de alimentação do produto no sentido de aumentar a heterogeneidade da distribuição de partículas quando em seu nível superior (50%), inclusive superando o efeito contrário apresentado pela temperatura que, ao ser elevada de 160 °C para 180 °C contribui no sentido de tornar o produto mais homogêneo em relação ao diâmetro das partículas. Também pode ser observado que o ponto central (quadrado vermelho) está um pouco deslocado das linhas e o efeito de curvatura apresenta valor $p = 0,333$, indicando que a hipótese da presença de curvatura na resposta deve ser rejeitada.

A expressão que descreve o *span* da amostra é dada a seguir.

$$\hat{S} = 2,47 + 0,82 V \quad (30)$$

em que $\hat{S}$ representa o *span* e V , a vazão da bomba em variável codificada. Para esse caso, tanto a fração da variação máxima explicável, quanto que a fração da variação explicada pelo modelo são iguais a 0,812; não havendo falta de ajuste no modelo. Além disso, observando-se a Tabela 24 verifica-se que os valores dos resíduos são grandes, o que indica que a regressão não tem boa capacidade para estimar os valores medidos, ou seja, o modelo não é preditivo.

Tabela 24 — Valores dos resíduos para o modelo de *span* da amostra

Ensaio	<i>R</i>	<i>T</i>	<i>V</i>	<i>Span</i> medida	<i>Span</i> calculada	Resíduos
1	—	—	—	1,83	1,66	0,51
2	+	—	—	1,51	1,66	-0,43
3	—	+	—	1,85	1,66	0,57
4	+	+	—	1,44	1,66	-0,64
5	—	—	+	3,98	3,29	2,02
6	+	—	+	3,08	3,29	-0,61
7	—	+	+	2,62	3,29	-1,96
8	+	+	+	3,47	3,29	0,54
9	0	0	0	2,54	2,28	0,81
10	0	0	0	2,17	2,28	-0,33
11	0	0	0	2,12	2,28	-0,48

Fonte: O Autor, 2012.

Comparando-se os valores indicados na Tabela 24 com a única informação disponível sobre iogurte em pó obtido por atomização no trabalho de Walton e Mumford (1999), que informa terem sido encontradas partículas com diâmetro médio de 20 μm , apresentando variações entre 10 μm e 135 μm , verifica-se que, mesmo sem que se possa fazer comparação rigorosa direta, percebe-se que a variação dos diâmetros encontrados nos ensaios é da ordem de grandeza daquele da literatura. Trata-se de informação limitada, com certeza, mas indica que os resultados encontrados são típicos.

4.1.2.4 Mediana da distribuição de tamanhos das partículas

Na análise de diâmetro de partículas por difração a *laser*, $d_{0,5}$ representa o diâmetro da esfera equivalente (do mesmo volume) abaixo do qual estão 50% das partículas, ou seja, a mediana da distribuição.

Os resultados para o percentil 50 da distribuição de partículas se encontram na Tabela 25.

Tabela 25 — Resultados para o percentil 50 da distribuição de tamanhos de partículas em função das condições experimentais

Ensaio	Velocidade do atomizador (rpm)	Temperatura do ar de entrada (°C)	Vazão de alimentação (%)	$d_{0,5}$ (μm)
1	25000	160	30	27,185
2	30000	160	30	23,345
3	25000	180	30	27,477
4	30000	180	30	23,528
5	25000	160	50	38,132
6	30000	160	50	57,507
7	25000	180	50	37,443
8	30000	180	50	34,457
9	27500	170	40	30,484
10	27500	170	40	28,557
11	27500	170	40	28,245

Fonte: O Autor com base nos Laudos constantes no Anexo B, 2012.

A observação da Tabela 26 mostra que os efeitos individuais mais significativos foram os da temperatura do ar de entrada e o da vazão de alimentação de produto; contudo é possível perceber que todas as interações foram significativas, destacando-se a ocorrência da interação entre os três fatores estudados, que é pouco frequente.

Tabela 26 — Estimativa dos efeitos e de seus coeficientes para o $d_{0,5}$ das partículas para os parâmetros codificados

Termo	Efeito	Coeficiente	p
Constante		33,634	0,000
R	2,150	1,075	0,129
T	-5,816	-2,908	0,021
V	16,501	8,251	0,003
R × T	-5,617	-2,809	0,023
R × V	6,045	3,022	0,020
T × V	-6,054	-3,027	0,019
R × T × V	-5,563	-2,782	0,023

Fonte: Minitab, 2012.

Nota: Os valores estatisticamente significativos estão em negrito.

Figura 12 — Diagrama de efeitos principais para o $d_{0,5}$ das partículas (esquerda) e seu diagrama de interações (direita)

Fonte: Minitab, 2012.

Convenção: nos diagramas à esquerda, círculos representam os pontos extremos e os quadrados representam os pontos centrais; nos diagramas à direita, círculos pretos representam os pontos extremos dos níveis inferiores das variáveis (-1), os quadrados verdes representam os pontos extremos dos níveis superiores (+1); quadrados vermelhos representam os pontos centrais (0). A letra A representa a velocidade de rotação do atomizador; B, a temperatura de entrada do ar e C, a vazão de alimentação.

A análise gráfica dos efeitos principais por meio da Figura 12 permite perceber discreta influência da velocidade do disco atomizador no sentido do aumento do diâmetro médio com o aumento da velocidade. Contudo, os parâmetros que mais influenciam o diâmetro médio das partículas são a temperatura do ar de entrada e a vazão de alimentação do produto, sendo a última o parâmetro mais importante. Enquanto o aumento da temperatura favorece a redução do diâmetro, o aumento da vazão tem a capacidade de inverter essa tendência, sobrepondo-se ao efeito anterior. A existência de três interações duplas e uma tripla mostra a complexa dependência entre os parâmetros estudados.

Para facilitar a compreensão dessas interações foi construída a Tabela 26. O diâmetro médio de partícula somente é reduzido se a condição de vazão de alimentação do produto for de 30% — ensaios 1 a 4 —, o que está coerente com a análise dos efeitos principais. Ainda, para esse caso, verifica-se que há um segundo componente importante na redução do diâmetro médio, a velocidade do disco atomizador. Quanto ela está em seu nível superior, há uma contribuição para a redução do diâmetro. Para essa situação de vazão, o efeito da temperatura não é muito pronunciado. Contudo, a análise dos valores na situação em que a vazão está em 50% é capaz de mostrar a influência da temperatura. Nesse caso é possível constatar que mesmo na situação em que a velocidade do disco esteja em seu nível superior, o fato de a temperatura do ar de entrada estar em seu nível inferior (160 °C) determina o

maior diâmetro de partícula encontrado nos ensaios. É interessante o fato de a velocidade do disco atomizador não aparecer como efeito importante isolado, mas interagir com a temperatura e com a vazão de alimentação, influenciando o diâmetro das partículas. Isso seria difícil de ser percebido sem o auxílio de delineamento experimental.

A influência dos parâmetros na mediana do tamanho das partículas pode ser descrita pela expressão a seguir:

$$\hat{d}_{0,5} = 33,63 - 2,91 T + 8,25 V - 2,81 RT + 3,02 RV - 3,03 TV - 2,78 RTV \quad (31)$$

na qual $\hat{d}_{0,5}$ representa o valor da mediana (μm), T a temperatura do ar de entrada, V a vazão de alimentação e R a velocidade do disco atomizador, em variáveis codificadas. A análise de variância indica que a fração da variação explicada pelo modelo é de 0,94, de uma fração máxima de variação explicável de 0,997; a diferença é devida à falta de ajuste. Além disso, para o índice de curvatura, o valor $p = 0,031$ ($< 0,05$) indica que há curvatura, que pode ser observado pelos valores dos resíduos nos pontos centrais. Nos pontos extremos, vide Tabela 27 os resíduos são pequenos e, para essa situação, a capacidade preditiva do modelo é boa, contudo, se verifica evidente diferença quando se faz a comparação entre os resíduos dos pontos extremos com os referentes ao ponto central.

O diâmetro da mediana da distribuição de partículas é superior ao diâmetro de Sauter e encontra-se na faixa de valores típicos já relatados na seção sobre a homogeneidade da distribuição de partículas, de acordo com a literatura (WALTON e MUMFORD, 1999). Segundo Fillová, Huang e Mujumdar (2006) o valor da mediana da distribuição do tamanho de partículas, eventualmente, é utilizado em cálculos de secagem por atomização, sendo especialmente útil quando existe grande quantidade de partículas muito pequenas ou muito grandes. Dessa forma, indicações sobre esse parâmetro na literatura são muito raras.

Tabela 27 — Valores dos resíduos para $d_{0,5}$

Ensaio	R	T	V	$d(0,5)$ (μm)	$\hat{d}(0,5)$ (μm)	Resíduos (μm)
1	—	—	—	27,185	28,250	-1,07
2	+	—	—	23,345	22,270	1,08
3	—	+	—	27,477	28,550	-1,07
4	+	+	—	23,528	22,450	1,08
5	—	—	+	38,132	39,210	-1,08
6	+	—	+	57,507	56,430	1,08
7	—	+	+	37,443	38,510	-1,07
8	+	+	+	34,457	33,370	1,09
9	0	0	0	30,484	33,630	-3,15
10	0	0	0	28,557	33,630	-5,07
11	0	0	0	28,245	33,630	-5,39

Fonte: O Autor, 2012.

4.1.3 TEMPERATURA DO AR DE SAÍDA DA CÂMARA DE SECAGEM

Em secador ideal, o processo de secagem ocorre isentalpicamente, de forma que a energia necessária na evaporação de água do material úmido é obtida da redução da temperatura do ar de entrada no equipamento. Assim, a temperatura do ar de saída da câmara de secagem é resposta do sistema às condições operacionais. Quanto mais baixa for essa temperatura, desde que a umidade do produto final seja satisfatória⁹, menores as consequências típicas do calor, como alteração de cor e destruição de micro-organismos.

Os resultados da temperatura do ar de saída encontram-se na Tabela 28.

⁹ De acordo com o trabalho de Stencil (2004), umidades inferiores a 8% em base úmida já devem garantir a estabilidade microbiológica do pó obtido na secagem do iogurte.

Tabela 28 — Resultados para temperatura do ar de saída da câmara de secagem em função das condições experimentais

Ensaio	Velocidade do atomizador (rpm)	Temperatura do ar de entrada (°C)	Vazão de alimentação (%)	T ar saída (°C)
1	25000	160	30	102,3
2	30000	160	30	108,0
3	25000	180	30	125,6
4	30000	180	30	121,1
5	25000	160	50	73,8
6	30000	160	50	80,6
7	25000	180	50	94,8
8	30000	180	50	99,3
9	27500	170	40	94,5
10	27500	170	40	101,2
11	27500	170	40	102,0

Fonte: O Autor, 2012.

Da observação da Tabela 29 constata-se que a temperatura do ar de entrada e a vazão de alimentação do produto são os únicos parâmetros relevantes para o valor da temperatura do ar de saída da câmara de secagem.

Tabela 29 — Estimativa dos efeitos e de seus coeficientes para a temperatura do ar de saída da câmara de secagem para os parâmetros codificados

Termo	Efeito	Coeficiente	p
Constante		100,69	0,000
R	3,13	1,56	0,396
T	19,02	9,51	0,023
V	-27,12	-13,56	0,011
R × T	-3,12	-1,56	0,396
R × V	2,52	1,26	0,477
T × V	0,83	0,41	0,804
R × T × V	1,98	0,99	0,568

Fonte: Minitab, 2012.

Nota: Os valores estatisticamente significativos estão em negrito.

Figura 13 — Diagrama de efeitos principais a temperatura de saída do ar da câmara de secagem (esquerda) e diagrama de interações (direita)

Fonte: Minitab, 2012.

Convenção: nos diagramas à esquerda, círculos representam os pontos extremos e os quadrados representam os pontos centrais; nos diagramas à direita, círculos pretos representam os pontos extremos dos níveis inferiores das variáveis (-1), os quadrados verdes representam os pontos extremos dos níveis superiores (+1); quadrados vermelhos representam os pontos centrais (0). A letra A representa a velocidade de rotação do atomizador; B, a temperatura de entrada do ar e C, a vazão de alimentação.

A Figura 13 auxilia a percepção gráfica dos efeitos. Com relação à temperatura de entrada, fica evidente que o seu aumento determina aumento na temperatura de saída. Já com a vazão ocorre o inverso e seu efeito é mais pronunciado. Isso é coerente com a situação física, pois com o aumento da vazão, maior a quantidade de água a ser evaporada e, consequentemente, maior a redução da temperatura do ar de entrada e menor a temperatura do ar de saída. Quanto a interações de efeitos, a Figura 13 mostra que elas são diminutas ou não existem, o que fica bem evidenciado na interação entre a temperatura do ar de entrada e a vazão de alimentação (T e V).

A expressão que representa esses efeitos é:

$$\hat{T}_S = 100,69 + 9,51 T - 13,56 V \quad (32)$$

em que $\hat{T}_S$ representa a temperatura do ar de saída (°C), T a temperatura do ar de entrada e V a vazão de alimentação, em variáveis codificadas. A análise de variância indica que a fração da variação explicada pelo modelo é de 0,95, de uma fração máxima de variação explicável de 0,98; a diferença é devida à falta de ajuste. O índice de curvatura apresenta valor $p = 0,654$ ($> 0,05$) o que sugere a ausência de curvatura no modelo. Os valores pequenos dos resíduos indicam que a regressão é preditiva.

Tabela 30 — Valores dos resíduos para a temperatura de saída do ar

Ensaio	R	T	V	T ar saída (°C)	$\hat{T}$ ar saída (°C)	Resíduos (°C)
1	—	—	—	102,3	104,8	-2,5
2	+	—	—	108,0	104,8	3,2
3	—	+	—	125,6	123,8	1,8
4	+	+	—	121,1	123,8	-2,7
5	—	—	+	73,8	77,6	-3,8
6	+	—	+	80,6	77,6	3,0
7	—	+	+	94,8	96,6	-1,8
8	+	+	+	99,3	96,6	2,7
9	0	0	0	94,5	100,7	-6,2
10	0	0	0	101,2	100,7	0,5
11	0	0	0	102,0	100,7	1,3

Fonte: O Autor, 2012.

A temperatura do ar de saída do secador por atomização depende do valor da temperatura do ar de entrada e da vazão de alimentação do produto e a expressão (32) confirma esse fato. Para facilitar a comparação com valores encontrados na literatura foi organizada a Tabela 31.

Tabela 31 — Compilação de valores para a temperatura do ar de entrada e de saída para a secagem de iogurte em secadores por atomização

Atomizador	T entrada (°C)	T saída (°C)	Fonte
Bico de pressão	120	73	Kumar e Mishra (2004)
Bico de pressão	160	60	Kumar e Mishra (2004)
Disco rotativo	190	95	Kumar e Mishra (2004)
Disco rotativo	210	70	Kumar e Mishra (2004)
Não informado	180 a 190	85 a 95	Boyaval e Schuck (1994)
Bico de pressão	150 a 180	60 a 90	Koc <i>et al.</i> (2010)
Não informado	160	60	Fu e Chen (2011)
Não informado	170	80 a 85	Fu e Chen (2011)

Fonte: Indicadas na última coluna da tabela.

De forma geral, existem registros para a secagem de iogurte com condições de temperatura de entrada do ar na câmara de secagem variando de 120 °C até 190 °C e na temperatura de saída, variando de 60 °C até 95 °C. Comparando-se com os valores utilizados neste estudo,

verifica-se que, praticamente, o limite superior informado pela literatura é o limite inferior obtido nos ensaios, visto que a temperatura do ar de saída apresentou valores desde 74 °C até 126 °C, aproximadamente. Somente os ensaios 5, 6 e 7 registraram temperaturas de saída de ar na faixa de valores compilada da literatura. Nas condições 5 e 6 a temperatura do ar de entrada estava em seu nível inferior, 160 °C e, no ensaio 7, no nível superior, 180 °C.

4.1.4 QUANTIDADE DE MATERIAL ADERIDO NA CÂMARA DE SECAGEM

O material aderido na parede da câmara de secagem é efeito muito indesejável e os resultados são mostrados na Tabela 32. Seu cálculo foi feito de acordo com o descrito na seção 3.5.2.3

Tabela 32 — Resultados para a porcentagem de material retido na câmara de secagem em função das condições experimentais

Ensaio	Velocidade do atomizador (rpm)	Temperatura do ar de entrada (°C)	Vazão de alimentação (%)	R_{MS} (%)
1	25000	160	30	26,2
2	30000	160	30	15,5
3	25000	180	30	21,4
4	30000	180	30	19,8
5	25000	160	50	34,8
6	30000	160	50	28,0
7	25000	180	50	22,7
8	30000	180	50	26,5
9	27500	170	40	19,4
10	27500	170	40	20,7
11	27500	170	40	19,5

Fonte: O Autor, 2012.

A presença significativa deste fenômeno indica que o material escolhido para secar ou as condições de processo não são as mais adequadas. Sua avaliação foi feita pela porcentagem, em material seco, do material removido da câmara de secagem do atomizador por meio de escovação em relação à massa total de material seco recolhido no processo, ou seja, massa recolhida da câmara de secagem — durante e após — o processo, mais a massa recolhida no ciclone. Entende-se que, quanto menor a quantidade de material retido na parede, melhor é

o processo de secagem por atomização. Idealmente, não deve haver depósito de produto na parede da câmara de secagem.

A Tabela 33 mostra que todos os três parâmetros de processo estudados — velocidade do disco do atomizador, temperatura do ar de entrada e vazão de alimentação do produto — interferem significativamente na deposição de material na parede.

Tabela 33 — Estimativa dos efeitos e de seus coeficientes para a quantidade de material aderido na câmara de secagem para os parâmetros codificados

Termo	Efeito	Coeficiente	p
Constante		24,367	0,000
R	-3,826	-1,913	0,016
T	-3,550	-1,775	0,019
V	7,306	3,653	0,005
R × T	4,917	2,458	0,010
R × V	2,309	1,155	0,043
T × V	-3,255	-1,628	0,022
R × T × V	0,395	0,197	0,510

Fonte: Minitab, 2012.

Nota: Os valores estatisticamente significativos estão em negrito.

A análise dos efeitos individuais com auxílio da Figura 14 mostra que o aumento da velocidade de rotação do disco do atomizador e o aumento da temperatura do ar de entrada na câmara de secagem contribuem na redução da quantidade de material depositado, mas a vazão de alimentação faz que a quantidade de material depositado na parede aumente com o aumento da vazão. Isso leva à conclusão, na análise desse aspecto, que o valor para o nível superior da vazão de alimentação escolhido para os ensaios foi excessivo e comprometeu a obtenção de melhores resultados de desempenho do processo.

A análise da Tabela 32 mostra como as condições dos ensaios conduziram a distintos resultados de comportamento do sistema em relação ao depósito de material na parede da câmara de secagem. O valor máximo de 34,8% foi alcançado com os níveis inferiores de velocidade de rotação do disco do atomizador e de temperatura do ar de entrada, juntamente com o nível superior na vazão de produto, enquanto o valor mínimo de depósito, 15,5%, se deu no nível superior de rotação do disco (30000 rpm) e níveis inferiores de temperatura do

ar de entrada (160 °C) e de vazão de alimentação (30%). Outras combinações na temperatura do ar de entrada de 160 °C não produziram efeito tão significativo.

Figura 14 — Diagrama de efeitos principais para a deposição de material na parede da câmara de secagem (esquerda) e seu diagrama de interações (direita)

Fonte: Minitab, 2012.

Convenção: nos diagramas à esquerda, círculos representam os pontos extremos e os quadrados representam os pontos centrais; nos diagramas à direita, círculos pretos representam os pontos extremos dos níveis inferiores das variáveis (-1), os quadrados verdes representam os pontos extremos dos níveis superiores (+1); quadrados vermelhos representam os pontos centrais (0). A letra A representa a velocidade de rotação do atomizador; B, a temperatura de entrada do ar e C, a vazão de alimentação.

A expressão da regressão é dada a seguir e leva em conta a contribuição dos efeitos singulares e também as interações entre as três variáveis estudadas. A existência de três termos com interações dá uma dimensão da complexidade do fenômeno.

$$\hat{R}_{MS} = 24,37 - 1,91 R - 1,78 T + 3,65 V + 2,46 RT + 1,16 RV - 1,63 TV \quad (33)$$

Na expressão, $\hat{R}_{MS}$ representa a porcentagem de material seco aderido na parede da câmara de secagem (%), T a temperatura do ar de entrada, V a vazão de alimentação e R a velocidade do disco atomizador, em variáveis codificadas. A fração da variação máxima explicável pelo modelo é 0,997 enquanto a fração da variação explicada pelo modelo é 0,996; a diferença é devida à falta de ajuste. Os resíduos da regressão, mostrados na Tabela 34, são pequenos. O teste de hipótese indica que há curvatura, indicado pelo valor $p = 0,002$, contudo, pela comparação dos valores dos resíduos no ponto central, verifica-se que ela não é acentuada.

Tabela 34 — Valores dos resíduos para o material retido na parede

Ensaio	R	T	V	R_{MS} (%)	$\hat{R}_{MS}$ (%)	Resíduos (%)
1	—	—	—	26,2	26,4	-0,2
2	+	—	—	15,5	15,3	0,2
3	—	+	—	21,4	21,2	0,2
4	+	+	—	19,8	20,0	-0,2
5	—	—	+	34,8	34,6	0,2
6	+	—	+	28,0	28,2	-0,2
7	—	+	+	22,7	22,9	-0,2
8	+	+	+	26,5	26,3	0,2
9	0	0	0	19,4	19,8	-0,4
10	0	0	0	20,7	19,8	0,8
11	0	0	0	19,5	19,8	-0,4

Fonte: O Autor, 2012.

É provável que a condição de temperatura do ar de entrada de 160 °C favoreça o material em relação à temperatura de 180 °C, no que se refere à sua condição vítrea-gomosa, sendo a temperatura superior mais propícia para a aderência do material. Entretanto, a utilização de temperaturas inferiores a 160 °C é limitada por aspectos construtivos do equipamento Tecnapé SD-05. Mesmo assim, a análise dos resultados indica que a redução do depósito na parede da câmara de secagem seria beneficiada pelo uso de temperaturas inferiores.

A questão reside em aspectos físico-químicos do material a ser seco e, em especial, sua temperatura de transição vítrea. Esse aspecto tecnológico pode ser parcialmente contornado com a adição de materiais, como maltodextrinas, que modifiquem a temperatura de transição vítrea do produto levado a secar (MESTE *et al.*, 2002). Isso pode ser exemplificado por meio da expressão semiteórica de Couchman e Karasz

$$\ln T_g = \frac{\sum_i (m_i \Delta C_{pi} T_{gi})}{\sum_i m_i \Delta C_{pi}} \quad (34)$$

em que m_i representa a fração mássica, T_{gi} , a temperatura de transição vítrea e o ΔC_{pi} , o aumento do calor específico na T_{gi} para cada componente i da mistura. Pela equação (34) fica evidente que a adição de substâncias com valores de temperatura de transição vítrea superiores aos dos componentes originais, eleva a T_g da mistura.

A pegajosidade ou aderência (*sticking*) de material à parede da câmara é umas das principais causas de perda de produto durante o processo de secagem (WOO *et al.*, 2007). Esse problema é caracterizado pela aderência de partículas semissecas na parede, como é mostrado na Figura 15. As partículas deveriam estar secas no momento em que entram em contato com a parede para deslizarem pela câmara de secagem. A presença de gotículas maiores no secador por atomização pode fazer que estas gotas cheguem à parede da câmara antes que o processo de secagem esteja completo, resultando na tendência de as partículas ficarem depositadas na parede, principalmente no nível em que se encontra o atomizador. Quando o produto fica acumulado, ele é submetido ao calor durante mais tempo em relação ao produto que escoar e deixa a câmara. A aglomeração do produto, além de formar torrões e diminuir a fluidez do pó durante seu escoamento, pode reduzir a capacidade de reidratação e dispersibilidade, favorecer a oxidação de lipídios e a perda de gosto do produto, prejudicando o aspecto sensorial e a vida de prateleira e, por fim, reduzir a eficiência e o rendimento do processo. É senso comum que um produto com aglomerados é considerado de baixa qualidade e com potencial perigo microbiológico, não sendo atrativo aos consumidores (BARBOSA-CÁNOVAS *et al.*, 2005)

Figura 15 — Depósito de produto na câmara de secagem

Fonte: O Autor, 2012.

Diversos estudos foram realizados no sentido de se obter a redução da pegajosidade do produto com a utilização de aditivos de secagem para minimizar o depósito na parede (GOULA e ADAMOPOULOS, 2008; LANGRISH, CHAN e KOTA, 2007; MESTE *et al.*, 2002; QUEK, CHOK e SWEDLUND, 2007; TURCHIULI *et al.*, 2011). Muitos desses aditivos possuem alto peso molecular e alta temperatura de transição vítrea. O processo de deposição na parede ocorre inicialmente com a adesão das partículas na parede limpa da câmara de secagem. Após as partículas cobrirem a parede, novas partículas se aderem por coesão às partículas já aderidas na parede. Os aditivos utilizados para diminuir o processo de deposição reduzem as forças de coesão e adesão do produto a ser seco (LANGRISH, CHAN e KOTA, 2007). Esse fenômeno é muito comum com alimentos que, geralmente são amorfos, levando-os a apresentar alta tendência de se tornarem elásticos e pegajosos, fato que é explicado pela transição vítrea (LEITE, MURR e PARK, 2005). A utilização de maltodextrinas misturadas com vários produtos que apresentam pegajosidade efetivamente auxilia no processo, elevando a temperatura de transição vítrea da mistura e reduzindo a deposição na parede (BHANDARI e ADHIKARI, 2009). Outras propostas para reduzir a quantidade de material depositado, com resultados promissores, foram o recobrimento da superfície da parede da câmara de secagem com *Teflon* (WOO, DAUD, *et al.*, 2009) e a desumidificação do ar de entrada, juntamente com a adição de maltodextrinas na mistura levada a secar (GOULA e ADAMOPOULOS, 2010).

Por fim, segundo Le Meste *et al.* (2002), os fenômenos de colapso estrutural, gomosidade e aglomeração, que são fundamentalmente dependentes de características de fluidez dos materiais, podem ser bem explicados com base no conceito de transição vítrea.

4.1.5 ANÁLISE DA DIFERENÇA DE COR

A análise da diferença de cor é realizada de maneira comparativa entre as amostras e um padrão. Os resultados das medidas encontram-se na Tabela 35.

O padrão de cor utilizado foi o leite em pó desnatado Molico (Nestlé, Araçatuba, SP). Utilizou-se um espectrofotômetro *ColorQuest XE* (Hunter Lab, Reston, VA, EUA) e, por meio do sistema de cores CIELAB foram determinados os valores de L^* , a^* e b^* , em que L^* corresponde à luminosidade e a^* e b^* são coordenadas de cromaticidade ($+a^*$ = vermelho e

+b* = amarelo) sob o iluminante D65 e ângulo de 10°. Os cálculos para a diferença de cor, ΔE^* , foram realizados de acordo com a seção 3.4.6. Os fatores que influenciaram a diferença de cor dos pós de iogurte obtidos são mostrados na Tabela 36. Entende-se que, quanto menor a diferença de cor do produto em relação ao padrão, melhor o processo de secagem.

Tabela 35 — Valores para a medida da diferença de cor

Ensaio	R	T	V	ΔE^*
1	—	—	—	14,11
2	+	—	—	6,14
3	—	+	—	3,79
4	+	+	—	9,36
5	—	—	+	17,16
6	+	—	+	33,11
7	—	+	+	27,34
8	+	+	+	3,92
9	0	0	0	7,37
10	0	0	0	6,15
11	0	0	0	5,10

Fonte: O Autor, 2012.

Tabela 36 — Estimativa dos efeitos e seus coeficientes para a análise da diferença de cor das partículas para os parâmetros codificados

Termo	Efeito	Coeficiente	p
Constante		14,368	0,001
R	-2,465	-1,232	0,092
T	-6,529	-3,264	0,015
V	12,036	6,018	0,004
R × T	-6,454	-3,227	0,015
R × V	-1,270	-0,635	0,255
T × V	-2,979	-1,490	0,066
R × T × V	-13,229	-6,615	0,004

Fonte: Minitab, 2012.

Nota: Os valores estatisticamente significativos estão em negrito.

Figura 16 — Diagrama de efeitos principais da medida da diferença da cor dos produtos (esquerda) e seu diagrama de interações (direita)

Fonte: Minitab, 2012.

Convenção: nos diagramas à esquerda, círculos representam os pontos extremos e os quadrados representam os pontos centrais; nos diagramas à direita, círculos pretos representam os pontos extremos dos níveis inferiores das variáveis (-1), os quadrados verdes representam os pontos extremos dos níveis superiores (+1); quadrados vermelhos representam os pontos centrais (0). A letra A representa a velocidade de rotação do atomizador; B, a temperatura de entrada do ar e C, a vazão de alimentação.

Da observação da Tabela 36 e da Figura 16 é possível notar que, das variáveis isoladas, a vazão de alimentação é a que mais contribui na variação da diferença de cor, seguida da temperatura do ar de entrada. Observa-se também uma interação entre a velocidade do atomizador e a temperatura do ar de entrada. Contudo, o que chama a atenção é a existência de uma interação tripla entre as variáveis, que não é mostrada na Figura 16. Dada essa situação, a análise de contribuições individuais dos termos fica difícil diante da complexa dependência entre os parâmetros estudados. Para essa análise, é necessário verificar os resultados obtidos com a expressão de regressão, mostrados na Tabela 36. Dessa forma, percebe-se que duas condições de combinações de variáveis conduzem à menor diferença de cor entre a amostra e o padrão, aquelas dos ensaios 3 e 8, que têm em comum apenas a temperatura do ar em seu nível superior, pois as condições de velocidade do atomizador e vazão de alimentação encontram-se nos mesmos níveis em cada ensaio, porém opostos quando os ensaios são comparados. Mesmo assim, é possível perceber que, em geral, valores elevados na vazão de alimentação deram origem a produtos com diferenças de coloração bem acentuadas em relação ao padrão, exceto o ensaio 8.

Tabela 37 — Valores dos resíduos para a medida da diferença de cor

Ensaio	R	T	V	ΔE^*	$\Delta \hat{E}^*$	Resíduos
1	—	—	—	14,11	15,00	-0,89
2	+	—	—	6,14	8,23	-2,09
3	—	+	—	3,79	1,70	2,09
4	+	+	—	9,36	8,47	0,89
5	—	—	+	17,16	13,81	3,36
6	+	—	+	33,11	33,49	-0,38
7	—	+	+	27,34	26,96	0,38
8	+	+	+	3,92	7,28	-3,36
9	0	0	0	7,37	14,37	-7,00
10	0	0	0	6,15	14,37	-8,22
11	0	0	0	5,10	14,37	-9,27

Fonte: O Autor, 2012.

A influência dos parâmetros na diferença de cor do produto obtido é representada pela expressão:

$$\Delta \hat{E} = 14,37 - 3,26 T + 6,02 V - 3,23 RT - 6,62 RTV \quad (35)$$

em que $\Delta \hat{E}$ representa a diferença de cor, T , a temperatura do ar de entrada, V , a vazão de alimentação e R , a velocidade do disco atomizador, em variáveis codificadas. A fração da variação máxima explicável pelo modelo é 0,997, enquanto a fração da variação explicada pelo modelo é 0,987. O índice de curvatura $p = 0,009 (< 0,05)$ comprova a existência de curvatura significativa, o que pode ser percebido pela distância do ponto central às linhas dos diagramas A, B e C, representada pelo quadrado vermelho na Figura 16. De acordo com os valores dos resíduos para a diferença de cor, observa-se que a regressão não tem boa capacidade preditiva.

A medida da diferença de cor realizada no trabalho de Koc *et al.* (2010) foi feita em produtos semelhantes aos obtidos neste trabalho e com a mesma metodologia, inclusive com espectrofotômetro do mesmo fabricante. A única diferença é que o padrão de cor adotado foi o iogurte fresco, de forma que as amostras em pó tiveram que ser reidratadas para a medida

dos valores L^* , a^* e b^* de acordo com o sistema CIE Lab. Os valores encontrados no estudo para ΔE^* variaram de 3,06 até 30,36. Coincidentemente semelhantes com a faixa de valores mostrados na Tabela 37. Os valores maiores na diferença de cor estão relacionados com baixas vazões de alimentação de produto correspondentes a altas temperaturas no ar de saída, a saber, 84 °C e 90 °C, e a maior diferença foi observada na temperatura de 90 °C, o que é plausível com a hipótese da ocorrência de reação de Maillard, observada nos produtos obtidos no presente estudo. Como o estudo foi realizado em secador por atomização com bico de pressão em única condição, o efeito da rotação do atomizador pode vir a explicar o fato, nos ensaios 3 e 8, com temperaturas de saída do ar de 125,6 °C e 99,3 °C (Tabela 30), relativamente superiores às relatadas no estudo, a diferença de cor não ter sido tão grande em relação à diferença de colorações observada com temperaturas de 84 °C e 90 °C. Contudo, essa comparação somente poderia ser rigorosamente realizada no caso de as medidas feitas nesse trabalho tiverem sido feitas com o produto reconstituído, o que poderá ser feito oportunamente para melhor investigação dos resultados dos dois estudos. Infelizmente, a medida da cor e de suas diferenças ainda não é prática corrente entre os pesquisadores, o que dificulta a compilação dessas informações. Isso pode ser explicado, em parte, pelo elevado custo dos espectrofotômetros para essa finalidade.

4.1.6 CONCLUSÕES PARCIAIS DO ESTUDO DA ROTAÇÃO, TEMPERATURA DO AR DE ENTRADA E VAZÃO DE ALIMENTAÇÃO

O delineamento experimental mostrou-se escolha adequada para o estudo da secagem por atomização, uma vez que as respostas do sistema apresentam interações entre si, fato que dificilmente seria observado por meio do uso da estratégia de variar uma condição de cada vez, mantendo-se todas as outras fixas.

Houve depósito na parede da câmara de secagem em todos os testes. Isso significa que as condições ideais para a secagem do iogurte não foram encontradas nesta etapa da pesquisa. A análise dos resultados permitiu que se conhecesse a importância relativa de cada parâmetro estudado e como ele influencia respostas de importância tecnológica. Contudo, o depósito na parede da câmara de secagem, mesmo sendo problema conhecido da secagem por atomização de determinados materiais, constitui provavelmente o maior desafio a ser

enfrentado para que se considere o processo todo de secagem satisfatório. A análise dos resultados aponta que uma redução da temperatura do ar de entrada na câmara de secagem deve contribuir na redução do depósito. Entretanto, limites operacionais do equipamento utilizado não permitem que sejam obtidas temperaturas inferiores a 160 °C em regime estável de operação. Essa tentativa esbarra no desligamento automático do queimador de gás. Até o momento não se sabe se algum tipo de ajuste no sistema de admissão e controle do gás combustível é possível, ou se a questão passa por aspectos construtivos do equipamento, como o tamanho do queimador instalado que exige vazão mínima de gás para funcionar e, mesmo mínima, essa vazão já é suficiente para aquecer o ar em temperaturas da ordem de 150 °C a 160 °C. Isso ocorre em condição de vazão máxima de ar ambiente de entrada no equipamento, o que limita as opções operacionais no sentido da redução dessa temperatura.

Dos parâmetros estudados, a vazão de alimentação de produto revelou-se o mais importante, uma vez que eventual excesso de alimentação compromete o desempenho de todo o processo, fato que foi comentado diversas vezes na discussão dos resultados. As melhores condições para a produção de pó com maior homogeneidade e menor quantidade de material depositado na parede ocorreram com o menor valor da vazão de alimentação, 30% da capacidade da bomba, e com o valor superior da velocidade do disco atomizador, 30000 rpm. Com relação à temperatura, tanto para 160 °C quanto para 180 °C para o ar de entrada, os resultados foram satisfatórios, sendo melhores na condição de 160 °C. Contudo, não se pode considerar que o processo de secagem tenha sido realizado com sucesso.

A Tabela 38 apresenta uma compilação dos resultados encontrados, que indicam o desempenho do processo de secagem por atomização.

Tabela 38 — Resumo dos resultados obtidos para parâmetros indicadores de desempenho do processo de secagem de iogurte natural batido em secador por atomização

Ensaio	R	T	V	Span	T _{ar} saída (°C)	R _{MS} (%)	ΔE*
1	–	–	–	1,83	102,3	41,1	14,11
2	+	–	–	1,51	108,0	22,1	6,14
3	–	+	–	1,85	125,6	34,2	3,79
4	+	+	–	1,44	121,1	29,3	9,36
5	–	–	+	3,98	73,8	54,4	17,16
6	+	–	+	3,08	80,6	39,6	33,11
7	–	+	+	2,62	94,8	40,5	27,34
8	+	+	+	3,47	99,3	43,9	3,92
9	0	0	0	2,54	94,5	27,7	7,37
10	0	0	0	2,17	101,2	27,4	6,15
11	0	0	0	2,12	102,0	26,8	5,10

Fonte: O Autor, 2012.

Nota: Os menores valores na coluna de cada parâmetro estão destacados em negrito, uma vez que são considerados os melhores resultados obtidos; um segundo conjunto com valores baixos também é destacado em itálico.

Da análise da tabela é possível verificar que os valores mínimos, considerados os desejáveis, ocorrem em quatro condições de estudo diferentes. Assim, nas condições do planejamento experimental, não houve condição que acomodasse os vários objetivos desejados. Dessa forma, para definir quais condições se mostraram as melhores, com o objetivo de orientação para a continuação do estudo será necessário encontrar uma solução de compromisso, que deverá ser verificada na prática. Desse modo, foram considerados também os valores baixos encontrados para os parâmetros estudados, na expectativa que haja alguma combinação favorável para que se alcancem os objetivos propostos. Com isso, as condições do ensaio 2 apresentaram resultados razoavelmente satisfatórios em dois parâmetros, homogeneidade da amostra e diferença de cor, e o resultado mínimo para porcentagem de material depositado na parede. Portanto, pode-se concluir que, nesta primeira etapa do projeto, as melhores condições de trabalho foram: velocidade de rotação do atomizador - 30000 rpm; temperatura de entrada do ar na câmara de secagem – 160 °C e vazão de alimentação da bomba – 30% da capacidade, ou 5,2 kg/h.

4.2 CONSIDERAÇÕES SOBRE A UTILIZAÇÃO DE EQUIPAMENTO EM ESCALA PILOTO

A execução de ensaios em equipamento em escala piloto agregou nível de complexidade adicional ao estudo, uma vez que o equipamento não é desenhado nem instrumentado para pesquisa, mas sim para testes exploratórios de secagem de diversos materiais. Dessa forma, comparando-se o equipamento utilizado com outros de menor capacidade de evaporação de água, normalmente dedicados à pesquisa, percebe-se que as aquisições das informações de processo parecem ser mais rigorosas nesses últimos. Se, por um lado, isso se apresenta como dificuldade, é sabido que se um ensaio de secagem for satisfatório em equipamento piloto é provável que se consiga resultados aproximados aos do piloto em unidade de maior porte, o que é muito desejável para o desenvolvimento de processos industriais. Acertar o escalonamento de processo com base em parâmetros de processo obtidos em equipamentos de pequena capacidade de evaporação é muito difícil. Contudo, a aprendizagem da operação correta de equipamento em escala piloto é penosa, pois há vários subsistemas interligados, que não existiriam em equipamentos de laboratório, suscetíveis de panes mecânicas e elétricas, além do fator mais crítico de todos: equipamentos semi-industriais são projetados para funcionamento contínuo, o que não ocorre durante a realização de pesquisas. A situação de funcionamento intermitente favorece muito a ocorrência das referidas panes.

4.3 ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA DEPRESSÃO NA CÂMARA DE SECAGEM

A mudança da condição de depressão na câmara de secagem é uma das funcionalidades do secador Tecnape SD-05 e pode ser ajustada até o valor máximo de 140 mmH₂O (1,37 kPa). Mesmo não sendo variação grande em termos de pressão absoluta, o aumento da depressão influencia a trajetória das partículas. Após sair do disco atomizador, a trajetória das gotículas é afetada, inicialmente, pelo vórtice de ar que existe próximo ao disco, causado por sua rotação e, finalmente, pela vazão de ar na câmara de secagem. Em atomizadores em escala piloto, o efeito da rotação do disco tem grande influência no perfil de escoamento e trajetória das partículas na câmara; entretanto, em atomizadores industriais esse efeito é pequeno e a trajetória das partículas é governada, principalmente, pelo difusor de ar (MASTERS, 1991). Uma vez que o problema da deposição de material na parede da câmara de secagem foi identificado na primeira etapa desta pesquisa, entendeu-se que era necessário utilizar uma

estratégia de operação que favorecesse o escoamento do pó, retardando sua trajetória até a parede. O aumento da depressão na câmara poderia contribuir na redução da quantidade de material aderido na parede em virtude da mudança na trajetória das partículas, aumentando o percurso e, com isso, permitindo tempo maior para a secagem, uma vez que uma das hipóteses para o fenômeno de aderência seria o fato de a partícula não atingir a parede da câmara com teor de umidade adequado para seu escoamento e posterior retirada do equipamento.

Outro aspecto importante relacionado com a depressão na câmara é o da estabilidade operacional do queimador do equipamento. Para se trabalhar na condição de menor temperatura do ar de entrada, 160 °C, limite prático operacional, com depressão de 20 mmH₂O, é necessário ajustar a abertura da válvula de alimentação de gás para o queimador em torno de 1% de sua capacidade. Esse procedimento fez que o queimador se desligasse automaticamente em diversas ocasiões. O maior benefício do aumento da depressão na câmara de secagem é a melhoria da estabilidade de operação do equipamento, uma vez que permite que a regulagem da válvula de admissão de gás ao queimador ocorra numa posição intermediária de abertura. Esse fato foi decisivo para que se optasse pela utilização de valor elevado para a depressão na câmara de secagem na sequência desse trabalho.

4.3.1 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Para o estudo da influência da depressão foi escolhida a condição fixa de velocidade do disco atomizador de 25000 rpm, uma vez que nessa condição houve maior deposição de material na parede da câmara de secagem. Dessa forma, foram aproveitados quatro ensaios da primeira etapa do estudo e acrescidos testes na condição da depressão máxima permitida pelo equipamento, conforme mostrado na Tabela 39. Como o objetivo deste estudo foi o de, fundamentalmente, verificar se a depressão de alguma forma tinha efeito sobre os índices utilizados para caracterizar tanto o produto quanto o processo, se optou por projeto fatorial 2³, sem repetições, nas condições de temperatura e vazão previamente utilizadas na primeira etapa do estudo e para valores de depressão na câmara de secagem ajustados de forma a representar a faixa de regulagem possível para esse parâmetro no equipamento.

Como os quatro primeiros ensaios foram aproveitados de estudo anterior, somente houve sorteio para a ordem de realização dos ensaios 5 a 8.

Tabela 39 — Condições adotadas para o estudo da influência da depressão na câmara de secagem para a condição de velocidade do disco atomizador de 25000 rpm com base nas condições iniciais do estudo para a temperatura e vazão de alimentação

Ensaio	Temperatura (°C)	Vazão (%)	ΔP (mmH ₂ O)	X1	X2	X3	Ordem
1	160	30	20	—	—	—	1º
2	180	30	20	+	—	—	2º
3	160	50	20	—	+	—	3º
4	180	50	20	+	+	—	4º
5	160	30	140	—	—	+	5º
6	180	30	140	+	—	+	7º
7	160	50	140	—	+	+	6º
8	180	50	140	+	+	+	8º

Fonte: O Autor, 2014.

Nota: X1, X2 e X3 representam, de forma codificada, as variáveis Temperatura, Vazão e Depressão na câmara de secagem, respectivamente. Ordem se refere à sequência de execução dos ensaios.

4.3.2 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os parâmetros medidos para o estudo da influência da depressão no nível de velocidade do disco atomizador de 25000 rpm, nas condições de temperatura e vazão adotadas no delineamento inicial, conforme mostrado na Tabela 39, estão organizados na Tabela 40. Os valores foram calculados de acordo com a abordagem definida na seção 3.5, Balanços de massa.

Tabela 40 — Resultados para o estudo da influência da depressão na câmara de secagem para a condição de velocidade do disco atomizador de 25000 rpm com base nas condições iniciais do estudo para a temperatura e vazão de alimentação

Condição			T ar saída (°C)	Umidade (%)	ΔE^*	Δb^*	Recuperação de produto (%MS)	Retenção na câmara (%MS)	Perda no equipamento (%MS)
X1	X2	X3							
–	–	–	102,3	2,2	14,11	8,11	37,6	26,2	36,2
+	–	–	125,6	4,9	3,79	-1,28	41,1	21,4	37,5
–	+	–	73,8	3,2	17,16	10,07	29,2	34,8	36,0
+	+	–	94,8	3,3	27,34	12,72	33,4	22,7	43,9
–	–	+	125,7	1,4	32,25	13,01	39,3	27,0	33,8
+	–	+	145,7	1,1	43,90	4,28	35,6	27,7	36,7
–	+	+	108,3	1,4	16,80	11,19	30,3	40,7	29,0
+	+	+	124,9	1,4	30,70	13,83	32,6	30,3	37,1

Fonte: O Autor, 2014.

Os resultados foram analisados por meio da metodologia para análise fatorial com auxílio do programa Minitab 16 e mostraram que dentre os parâmetros analisados, apenas a temperatura do ar de saída foi significativamente afetada pela variação dos parâmetros nas faixas consideradas, conforme mostra a Figura 17, que destaca os efeitos significativos das variáveis temperatura, vazão de alimentação de produto e depressão na câmara de secagem para o estudo.

A escolha da condição de 25000 rpm para a velocidade do disco atomizador, condição mais desfavorável para o processo e para o produto, conforme já discutido nesta seção, fez que os resultados dos outros parâmetros estudados, exceto a temperatura de saída do ar da câmara de secagem, fossem suficientes e normalmente distribuídos, de modo que efeitos significativos não foram revelados.

O cálculo dos efeitos avaliou a importância relativa de cada parâmetro nas respostas e as possíveis interações entre eles, de forma que foram calculados oito coeficientes, o que esgotou os graus de liberdade existentes e impediu a realização da análise de variância. Desse modo, a análise possível concentrou-se na pesquisa da existência de efeitos significativos ou não em relação à distribuição normal dos resultados e na avaliação de suas intensidades para os resultados da temperatura do ar de saída da câmara de secagem. A Tabela 41 mostra os valores obtidos e a Figura 17 ilustra essa situação.

Tabela 41 — Efeitos e coeficientes estimados para a influência da temperatura do ar de entrada, vazão e depressão na câmara de secagem na temperatura do ar de saída em variáveis codificadas

Termo	Efeito	Coeficiente
Constante	112,64	
Temperatura	20,21	10,10
Vazão	-24,37	-12,18
Depressão	27,03	13,51
Temperatura × Vazão	-1,40	-0,70
Temperatura × Depressão	-1,94	-0,97
Vazão × Depressão	5,28	2,64
Temperatura × Vazão × Depressão	-0,25	-0,12

Fonte: O Autor, 2014.

Figura 17 — Diagrama normal para os efeitos estimados para a influência dos parâmetros na temperatura do ar de saída da câmara de secagem para nível de significância (α) igual a 0,05

Fonte: O Autor, 2014.

A Figura 18 mostra que tanto a temperatura do ar de entrada quanto a depressão na câmara de secagem, quando tiveram seus valores mudados do nível inferior para o nível superior, causaram aumento na temperatura do ar de saída da câmara; a temperatura, em cerca de 20 °C e a depressão, em cerca de 27 °C. O efeito do aumento da temperatura do ar de entrada no consequente aumento da temperatura do ar de saída é óbvio e dispensa comentários. Já o aumento da temperatura por causa do aumento da depressão se deu pelo aumento da vazão de ar no equipamento. Assim, para que a temperatura se mantenha constante com o

aumento da massa de ar a ser aquecida, é necessária a introdução de mais calor no sistema, o que, em nível prático, ocorreu pela abertura da válvula de admissão de GLP ao queimador. Por outro lado, a variação da vazão de alimentação de produto, de seu nível inferior para o superior, fez que a temperatura do ar de saída da câmara tivesse redução de temperatura da ordem de 25 °C, o que é explicado pela maior quantidade de água evaporada na condição de maior vazão. Uma vez que foi necessária maior transferência de calor do ar para a água, consequentemente, o ar foi resfriado.

Figura 18 — Valores médios para os efeitos principais das variáveis na temperatura do ar de saída da câmara de secagem

Fonte: O Autor, 2014.

A Figura 19 ilustra que as interações entre os fatores são irrelevantes, como é possível observar pela Tabela 41. Eventualmente, pode se considerar existente discreta interação entre a vazão e a depressão. Contudo a impossibilidade de execução dos cálculos de análise de variância não permite o avanço dessa discussão.

Figura 19 — Diagrama de interações duplas para as variáveis na temperatura de saída do ar da câmara de secagem

Fonte: O Autor, 2014.

4.3.3 CONCLUSÕES DO ESTUDO DA DEPRESSÃO NA CÂMARA DE SECAGEM

A observação dos resultados evidenciou a grande importância da variação da velocidade do disco atomizador nas respostas do sistema e mostrou que a temperatura do ar de saída é afetada tanto pela vazão de alimentação do produto, quanto pela depressão existente na câmara de secagem. Este estudo permitiu descobrir que, além da vazão de alimentação, o nível de depressão também é responsável por determinar a temperatura do ar da câmara de secagem. Afora esse efeito bem evidente, a depressão não pareceu, nos níveis e condições estudados, ser variável relevante para a melhoria de condições do processo, o que ocorreria se houvesse redução da quantidade de material na parede, nem para a melhoria da cor do produto, pois o aumento da temperatura do ar de saída favorece reações que escurecem o produto.

4.4 COMPLEMENTO AO ESTUDO DA DEPRESSÃO NA CÂMARA DE SECAGEM

O estudo sobre a influência da velocidade de rotação do disco atomizador, temperatura do ar de entrada na câmara de secagem e vazão de alimentação de produto, seção 4.1, mostrou que, para as condições estudadas, a vazão de alimentação foi a variável que mais teve influência no processo. A dependência da temperatura do ar de saída da câmara de secagem com sua

temperatura de entrada e com a vazão ficou estabelecida pela expressão (32), na seção 4.1.3. A descoberta que o nível de depressão afeta a temperatura do ar de saída da câmara de secagem gerou uma questão que não pôde ser respondida com o estudo fatorial, ou seja, o quanto a temperatura do ar de saída da câmara de secagem é afetada em função do nível de depressão adotado na câmara de secagem para uma condição de temperatura constante para o ar de entrada. O conhecimento desse fenômeno é importante, uma vez que a temperatura de saída do ar da câmara de secagem, para o caso da secagem de produtos sensíveis ao calor, pode ter influência relevante em suas características finais. Dessa forma, para descobrir e quantificar o tipo e a intensidade da relação existente entre a vazão de alimentação de produto, nesse caso, caracterizado pela sua quantidade de água e o nível de depressão imposto na câmara de secagem foi realizado planejamento composto central — PCC —, constituído por delineamento fatorial 2^2 , dois fatores em dois níveis, com pontos axiais e com ponto central em triplicata, com o objetivo de se estudar esse fenômeno com o auxílio de superfície de resposta. Essa estratégia permite, caso fique evidenciada uma boa correlação entre os dados, a construção de um modelo empírico da dependência da temperatura de saída do ar da câmara de secagem em função do nível de depressão e da vazão de alimentação.

4.4.1 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Para facilitar o estudo, utilizou-se água pura na alimentação do secador. Foram fixadas a temperatura do ar de entrada na câmara de secagem em 160 °C, valor adotado em função dos resultados da etapa inicial do estudo, e a velocidade do disco atomizador em 26000 rpm, valor esse o máximo possível atingido pelo motor do equipamento após uma série de problemas ocorridos¹⁰. A faixa de valores para a depressão foi a permitida pelo atomizador, de 20 mmH₂O até 140 mmH₂O e a faixa para as vazões de água foram determinadas desde o valor mínimo utilizado nos ensaios da primeira fase do estudo até valor máximo possível, logo abaixo da vazão na qual era possível ver gotas de água na parede do equipamento. Isso determinou que a faixa de vazões ficasse entre 20% e 60% da capacidade nominal da bomba de alimentação

¹⁰ Durante o ano de 2013, por conta de diversos fatores, o motor do equipamento queimou seis vezes, havendo uma sequência de paradas para manutenção que inviabilizaram o uso do atomizador por 10 meses. O estudo inicial foi realizado com velocidades do disco atomizador entre 25000 e 30000 rpm e o valor 26000 rpm encontra-se entre os limites estudados. Caso fosse possível, a velocidade do disco que seria adotada para a continuação do estudo seria a de 30000 rpm por causa dos melhores resultados obtidos nessa condição na fase inicial da pesquisa.

(3,5 kg/h e 10,6 kg/h, respectivamente). Os níveis e os respectivos valores utilizados nas variáveis de processo são mostrados na Tabela 42, a seguir.

Tabela 42 — Parâmetros estudados e níveis adotados para o planejamento composto central do complemento ao estudo da depressão na câmara de secagem

Parâmetro	Nível				
	$-\alpha$	-1	0	+1	$+\alpha$
Vazão (%)	20	25,9	40	54,1	80
Depressão (mmH ₂ O)	20	37,6	80	122,4	140

Fonte: O Autor, 2014.

Nota: Para esse tipo de delineamento, $\alpha = \sqrt{2}$.

Para auxiliar a compreensão desse tipo de delineamento experimental, a Figura 20 mostra superfície de resposta hipotética obtida de regressão com base no conjunto de valores de delineamento completo para dois fatores, com pontos axiais e ponto central.

Figura 20 — Diagrama representativo de superfície de resposta obtida com base em delineamento completo com pontos axiais e ponto central para o estudo de dois fatores, X1 e X2

Fonte: O Autor e Claudia Alquezar Facca, 2014.

4.4.2 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 43 mostra as condições adotadas para o estudo e o resultado médio para três leituras da temperatura do ar de saída da câmara de secagem.

Tabela 43 — Condições adotadas para o estudo da influência da vazão de água e da depressão na câmara de secagem para a condição de velocidade do disco atomizador de 26000 rpm e temperatura do ar de entrada de 160 °C

Ensaio	Vazão (%)	Depressão (mmH ₂ O)	X1	X2	Temp. ar saída (°C)	Ordem
1	25,9	37,6	—	—	123,5	3º
2	54,1	37,6	+	—	89,7	2º
3	25,9	122,4	—	+	126,6	10º
4	54,1	122,4	+	+	97,8	9º
5	20	80	— α	0	131,6	7º
6	60	80	+ α	0	91,7	5º
7	40	20	0	— α	105,7	1º
8	40	140	0	+ α	114,1	11º
9	40	80	0	0	110,5	4º
10	40	80	0	0	108,7	6º
11	40	80	0	0	109,8	8º

Fonte: O Autor, 2014.

Nota: X1 e X2 representam, de forma codificada, as variáveis Vazão e Depressão na câmara de secagem, respectivamente.

A Figura 21 mostra que os valores da temperatura do ar de saída da câmara de secagem obedecem modelo de distribuição normal, o que permite o tratamento estatístico dos dados, a saber, cálculo da tabela de análise de variância para verificação dos efeitos significativos (valor $p < 0,05$) e, posteriormente, cálculo de nova tabela de análise de variância apenas para os efeitos que se mostraram significativos no primeiro cálculo. Por fim, a determinação de uma equação de regressão com os efeitos significativos.

A Tabela 44 mostra que, entre os fatores estudados e suas possíveis interações, o modelo linear mostrou o melhor ajuste para os valores experimentais. O valor “ $p < 0,05$ ” na regressão exclui a hipótese nula de que os efeitos observados se devem somente ao acaso e, para o caso da falta de ajuste, o valor “ $p > 0,05$ ” indica que a hipótese nula de que o modelo está ajustado aos dados deve ser aceita.

A Tabela 45 repete o procedimento de análise de variância, dessa vez excluindo os termos que não se mostraram significativos na primeira abordagem. Assim, o teste é feito apenas para o modelo linear e os resultados reafirmam o exposto no parágrafo anterior. Os valores para o coeficiente de determinação ficam menores que os calculados na Tabela 44, pois os outros fatores originalmente considerados na análise foram removidos e, mesmo que não tenham se mostrado significantes para a explicação do fenômeno, tinham pequena contribuição no ajuste do modelo. A Tabela 46, por fim, apresenta os coeficientes para o modelo linear ajustado para a superfície de resposta da temperatura do ar de saída da câmara de secagem em função da vazão de alimentação e depressão na câmara nas condições estudadas.

Figura 21 — Diagrama de distribuição normal em função dos resíduos da temperatura do ar de saída da câmara de secagem

Fonte: O Autor, 2014.

Tabela 44 — Análise de variância para o teste dos modelos linear e quadrático para o estudo da influência da vazão de alimentação de água e da depressão na temperatura do ar de saída da câmara de secagem

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Regressão	5	1842,70	368,54	181,44	0,000
Modelo linear	2	1833,06	916,53	451,22	0,000
Vazão	1	1766,56	1766,56	869,70	0,000
Depressão	1	66,50	66,50	32,74	0,002
Modelo quadrático	2	3,47	1,74	0,85	0,479
Vazão × Vazão	1	3,20	2,42	1,19	0,325
Depressão × Depressão	1	0,28	0,28	0,14	0,728
Interações	1	6,17	6,17	3,04	0,142
Vazão × Depressão	1	6,17	6,17	3,04	0,142
Erro residual	5	10,16	2,03		
Falta de ajuste	3	8,55	2,85	3,56	0,227
Erro puro	2	1,60	0,80		
Total	10	1852,85			

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Valores dos coeficientes de determinação para a regressão com todos os coeficientes: $R^2 = 99,45\%$; $R^2_{pred} = 96,52\%$. Os efeitos significativos estão destacados em negrito. GL - graus de liberdade.

Tabela 45 — Análise de variância para o teste do modelo linear para o estudo da influência da vazão de alimentação de água e da depressão na temperatura do ar de saída da câmara de secagem

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Regressão	2	1833,06	916,53	370,40	0,000
Modelo linear	2	1833,06	916,53	370,40	0,000
Vazão	1	1766,56	1766,56	713,93	0,000
Depressão	1	66,50	66,50	26,88	0,001
Erro residual	8	19,80	2,47		
Falta de ajuste	6	18,19	3,03	3,78	0,224
Erro puro	2	1,60	0,80		
Total	10	1852,85			

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: GL – graus de liberdade.

Com base na Tabela 46, é possível estabelecer expressão para estimar o valor da temperatura do ar de saída da câmara de secagem.

Tabela 46 — Coeficientes da regressão estimados para o estudo da vazão de alimentação de água e da depressão na temperatura do ar de saída da câmara de secagem

Termo	Coeficiente	Erro padrão do coeficiente	F	p
Constante	109,982	0,4743	231,890	0,000
Vazão	-14,860	0,5561	-26,719	0,000
Depressão	2,883	0,5561	5,184	0,001

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: $R^2 = 98,93\%$; $R^2_{pred} = 97,65\%$ ¹¹.

A equação (36) permite estimar o valor da temperatura do ar de saída da câmara de secagem, em graus Celsius, para valores da vazão de água (V) e da depressão (D) em variáveis codificadas para os limites compreendidos entre $-\alpha$ e $+\alpha$ no delineamento experimental, explica 98,93% da variabilidade presentes nas medidas efetuadas e tem coeficiente de determinação preditivo de 97,6%, o que indica que a regressão tem elevada capacidade de estimar novos valores para a resposta. Sua representação gráfica pode ser observada na Figura 22.

$$\hat{T}_s = 110,0 - 14,9 V + 2,9 D \quad (36)$$

Em função dos resultados dos valores “p” para a regressão ($p < 0,05$) e para a falta de ajuste ($p > 0,05$), juntamente com o valor do coeficiente de determinação ($R^2 = 0,989$) é válida a construção de superfície de resposta para ilustrar o comportamento da temperatura do ar de saída da câmara de secagem em função da vazão de alimentação de água pura e da depressão na câmara de secagem nas faixas de seus respectivos valores consideradas nesse estudo, conforme mostra a Figura 22.

¹¹ O valor de R^2 é uma medida da capacidade de a regressão estimar a resposta y , por meio do modelo $\hat{y}$, ambos calculados com base nas variáveis independentes $x_1, x_2, \dots, x_n$; enquanto o valor de R^2_{pred} é uma medida da capacidade de a regressão estimar *novas observações*, daí coeficiente de determinação *preditivo*, uma vez que é obtido por meio de um cálculo que leva em consideração a diferença entre os valores y_i e suas estimativas $\hat{y}_{(i)}$ por regressões calculadas omitindo, para cada situação i , o valor de y_i (CHEN e CHEN, 2009).

Figura 22 — Superfície de resposta para a temperatura do ar de saída da câmara de secagem em função da vazão de alimentação de água e da depressão na câmara para as condições estudadas

Fonte: O Autor, 2014.

Como a vazão de alimentação de água (ou de produto em solução ou suspensão) e a depressão influenciam a temperatura do ar de saída da câmara de secagem de forma antagônica, o aumento da vazão contribui para a redução da temperatura, e o aumento da depressão contribui para sua redução. O valor mínimo da temperatura do ar de saída é obtido na condição de maior vazão e de menor depressão e vice-versa. Contudo, já é sabido que na condição de maior vazão surgem problemas operacionais na secagem, de forma que a otimização do processo não pode levar em conta apenas um fator.

4.4.3 CONCLUSÕES DO COMPLEMENTO DO ESTUDO DA DEPRESSÃO NA CÂMARA DE SECAGEM

O complemento ao estudo da influência da depressão na câmara de secagem e da vazão de alimentação (de água ou de produto, por extensão) confirmou que estas duas variáveis determinam o valor da temperatura do ar de saída da câmara de secagem e, nesse caso em que a temperatura do ar de entrada na câmara de secagem foi fixada em 106 °C, de acordo com a equação (36), a contribuição da depressão se mostrou inferior à da vazão para o efeito final.

5 ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE ADITIVOS DE SECAGEM

O maior obstáculo encontrado na etapa inicial deste trabalho é o fato de o material processado ficar retido na parede da câmara de secagem (KUMAR e MISHRA, 2004), e que, nos melhores casos, chega a cerca de 20% a 30% (TRIBOLI e GUT, 2013), ocasionando perda de produto, paradas regulares para limpeza e perda de qualidade do produto final (escurecimento devido à maior exposição a temperatura elevada).

A importância da temperatura de transição vítrea (T_g) para produtos submetidos à secagem por atomização já foi discutida em 4.1.4. É comum em alimentos que contêm ácido láctico ($T_g = -60\text{ °C}$) a formação de depósitos na parede do atomizador, prejudicando o rendimento da operação (KOC *et al.*, 2010). A questão reside em aspectos físico-químicos do material a ser seco e, em especial, sua temperatura de transição vítrea, ou seja, é provável que a temperatura de transição vítrea da matriz do iogurte possa estar sendo ultrapassada durante o processo de secagem. Esse aspecto tecnológico pode ser parcialmente contornado com a adição de materiais que modifiquem a temperatura de transição vítrea da mistura levada a secar, como maltodextrinas (MESTE *et al.*, 2002). Levando em consideração essa hipótese, aditivos que possuam temperatura de transição vítrea elevada podem ser adicionados ao iogurte com o objetivo de diminuir a condição de gomosidade da mistura. Outros aditivos como leite em pó desnatado e goma acácia também foram estudados, uma vez que a literatura cita seus usos como auxiliares de secagem em derivados lácteos (FU e CHEN, 2011; PEIGHAMBARDoust *et al.*, 2011).

Em materiais que contêm carboidratos, durante o processo de secagem rápida, ocorre o fenômeno de vitrificação, em que se formam massas de material que funcionam como pontes líquidas ou mesmo sólidas entre partículas. A sílica pirogênica é material hidrofílico que absorve a película de água existente sobre a superfície dessas massas, quebrando as pontes de líquido e evitando o crescimento de pontes sólidas. Além disso, atua como barreira física de material inerte, aumentando a distância entre as partículas e reduzindo as forças de atração entre elas, favorecendo a fluidez do pó. A sílica pirogênica tem grande aplicação na área farmacêutica, sendo o aditivo mais utilizado com extratos vegetais na secagem por

atomização (OLIVEIRA e PETROVICK, 2010). Portanto, com essas propriedades, esse material tem potencial utilização com agente auxiliar de secagem para o iogurte.

5.1 ADITIVOS DE SECAGEM UTILIZADOS

Os aditivos empregados nesta etapa do estudo foram: Maltodextrina DE 05 (T_g ca. 200 °C, Tate & Lyle), Maltodextrina DE 10 (T_g ca. 160 °C, Tate & Lyle), EMCAP (maltodextrina de estrutura ramificada, Cargill), Goma Acácia (Nexira), Leite em pó desnatado Molico (T_g ca. 90 °C, Nestlé) e sílica pirogênica Aerosil 200 (T_g ca. 1200 °C¹², Evonik). A mistura e homogeneização do iogurte com o aditivo foi feita em um Ultra-Turrax T-50 (IKA-Werke, Alemanha), de forma semelhante ao que já fora feito na primeira etapa do estudo. Como houve formação de espuma, foram utilizados os antiespumantes Polissorbato 80 (Pantec) ou Xiameter AFE-1520 (Dow Corning). Especificamente no caso do Aerosil, a mistura foi feita em batedeira de 20 L (Perfecta, Curitiba) não havendo formação de espuma na mistura, conseqüentemente, não foi necessária a utilização de antiespumante.

5.1.1 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Nesta etapa do estudo, o objetivo foi verificar, entre os seis aditivos estudados, quais os mais promissores no sentido de reduzir o problema de aderência na câmara de secagem. Na etapa seguinte, uma vez definidos os aditivos, estudar a influência de suas concentrações no processo de secagem e nas características do produto. Nesse sentido, para não aumentar desnecessariamente o número de ensaios, não foram feitas repetições em ambas etapas.

Testes exploratórios com maltodextrinas em concentrações citadas na literatura (FU e CHEN, 2011) produziram nenhum ou pouco efeito observável. Dessa forma optou-se por utilizar quantidade de aditivo equivalente ao teor de material seco do iogurte, ou seja, uma proporção de 1:1, equivalente a concentração de 12,7% a 12,8% em relação à massa de iogurte utilizada no processamento, exceto para o caso do Aerosil, que se transformou numa pasta não bombeável para concentrações superiores a 3%, concentração equivalente a uma proporção

¹² BRANCO, M. **Temperatura de transição vítrea do Aerosil 200**. [mensagem pessoal]. Mensagem recebida por: <triboli@maua.br> em 25 de fev. 2014.

de aditivo de 0,23:1 de material seco, ou seja, 18,7% em relação ao teor de sólidos. Segundo Oliveira e Petrovick (2010), para o caso de extratos vegetais, a utilização de dióxido de silício coloidal em concentrações de 10% a 20% em relação ao teor de sólidos foi capaz de exercer efeito antiaglutinante nos produtos secos. O uso de dióxido de silício também é relatado no trabalho de Roustapour, Hosseinalipour e Ghobadian (2006), em que foi utilizado na concentração de 10% em relação à quantidade de solução, na secagem de suco de limão por atomização em atomizador em escala piloto. O dióxido de silício foi escolhido em razão de sua elevada temperatura de transição vítrea com o objetivo de reduzir a pegajosidade do produto.

As condições de processo fixas para todos os ensaios dessa etapa foram: velocidade do disco atomizador, 26000 rpm - valor esse o máximo conseguido pelo equipamento após uma série de problemas com seu motor durante teses exploratórios com os aditivos, de forma que, por essa razão, o valor máximo de velocidade de rotação do disco atomizador de 30000 rpm teve que ser alterado para 26000 rpm; depressão na câmara de secagem, 140 mmH₂O; temperatura do ar de entrada na câmara de secagem, 160 °C.

Para a vazão de alimentação, buscou-se a capacidade máxima de produção possível para cada aditivo, uma vez que vazões elevadas contribuem para uma cor adequada para o produto (TRIBOLI e GUT, 2013), o que foi determinado por meio de tentativas. Com as maltodextrinas DE 5 e DE 10 foi possível operar em 100% da capacidade da bomba (17,5 kg/h); com iogurte sem aditivos, leite em pó desnatado e Aerosil trabalhou-se com 50% da capacidade (8,7 kg/h); com EMCAP, 40% (7,0 kg/h) e com goma acácia, 35% (6,1 kg/h). Isso se explica pelo fato de o principal objetivo deste estudo ser o de avaliar se a adição de determinado aditivo em concentração elevada, juntamente com a utilização de condição desfavorável para a secagem, previamente determinada em testes exploratórios, poderiam resultar em algum efeito benéfico para o processo que justificasse estudo mais pormenorizado.

5.1.2 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As quantidades de produto obtidas e de material aderido na parede da câmara de secagem são aspectos fundamentais na avaliação do rendimento de processo de secagem por atomização. A distribuição de material seco para os testes com os seis aditivos, dados sobre a

distribuição de partículas e a diferença de cor e a diferença de cor no eixo amarelo-azul podem ser verificadas na Tabela 47, que será discutida adiante.

Tabela 47 — Resultados para o estudo da influência de aditivos na secagem de iogurte

Parâmetros	iogurte puro	iogurte com aditivos					
		DE 05	DE 10	EMCAP	Goma acácia	Molico	Aerosil
Recuperação de MS (%)	39,1	48,7	49,8	39,2	17,7	25,2	76,0
Retenção de MS (%)	40,1	26,7	30,6	22,1	15,0	44,8	14,4
Perda de MS (%)	20,8	24,6	19,7	38,7	67,3	30,0	9,7
Diâmetro de Sauter - $D_{3,2}$ (μm)	28,2	34,8	33,5	35,1	23,2	20,3	12,5
$d_{0,1}$ (μm)	13,5	17,5	15,6	19,1	16,8	15,5	10,0
$d_{0,5}$ (μm)	34,1	44,9	44,9	41,9	41,6	39,2	23,0
$d_{0,9}$ (μm)	158	112,9	166,1	91,2	485,6	100,7	44,8
<i>Span</i>	4,2	2,1	3,3	1,7	11,3	2,2	1,5
ΔE^*	10,2	4,4	3,0	2,7	6,6	2,1	2,8
Δb^*	7,2	0,4	-1,3	-1,8	2,8	-1,9	-2,6

Nota: Aditivos na concentração de 12,7%, exceto o Aerosil foi utilizado na concentração de 3% no estudo.

Com relação à fluidez do pó, foi observado comportamento drasticamente diferente com o uso do Aerosil, que produziu pó de livre escoamento, enquanto as outras amostras apresentaram escoamento semilivre. A modificação da fluidez pelo Aerosil pode explicar a menor perda de material no equipamento e baixa retenção de material na câmara de secagem, conseqüentemente, determinando maior recuperação de produto.

A Figura 23 apresenta os diagramas de distribuições de partículas para o iogurte puro e com aditivos. Sua análise permite verificar que, de forma geral, comparadas com a distribuição de partículas do iogurte puro, a adição de maltodextrinas e de sílica pirogênica contribuiu na redução do diâmetro das partículas maiores do produto final. Isso pode explicar o fato de as menores porcentagens de retenção de material na câmara de secagem terem sido obtidas com os aditivos DE 5, EMCAP e Aerosil, havendo nítida vantagem para o Aerosil. Por outro lado, o Aerosil, por ter partículas com diâmetro médio de 3 μm (EVONIK, 2006), contribuiu para o aumento da quantidade de partículas com diâmetro inferior a 10 μm . Os respectivos laudos de análises dessas distribuições encontram-se no Anexo D.

Figura 23 — Distribuição de tamanho de partículas para o iogurte e aditivos selecionados

Fonte: O Autor, com base nos Laudos de análise do Laboratório de Caracterização Tecnológica, DEMP-EP-USP, 2014.

Observa-se na Figura 24 que, mesmo que por motivos operacionais as vazões de alimentação não tenham sido iguais para todos os testes, os resultados obtidos com Aerosil se destacam em relação aos dos outros aditivos pela maior recuperação de produto, menor retenção de material na parede da câmara de secagem e menor perda de produto no equipamento.

Figura 24 — Distribuição do material seco de acordo com os aditivos utilizados na secagem de iogurte por atomização em equipamento piloto

Fonte: O Autor, 2014.

Com relação à diferença de cor, os resultados para ΔE^* e para Δb^* — o eixo amarelo-azul — são mostrados na Tabela 1 e na Figura 25. A menor diferença de cor em relação ao padrão ocorreu na situação em que o aditivo foi o próprio leite em pó desnatado Molico; a segunda com o aditivo EMCAP e terceira com o Aerosil, sendo a diferença entre ambos muito pequena. O fato de os aditivos, exceto o leite em pó desnatado, serem pós brancos fez que os produtos em geral apresentassem intensidade para a cor amarela inferior à do padrão adotado e, nesse caso, o pó obtido com o auxílio de Aerosil apresentou-se o mais claro de todos. É interessante notar que o pó obtido sem uso de aditivos apresentou a maior discrepância de cor.

Figura 25 — Diferenças de cores entre as amostras e o padrão

Fonte: O Autor, 2014.

5.1.3 CONCLUSÕES DO ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE ADITIVOS

Comparando os resultados obtidos entre os seis aditivos estudados, a sílica pirogênica Aerosil 200 foi escolhida como o aditivo mais promissor para a melhoria das condições de secagem do iogurte por atomização.

5.2 ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA SÍLICA PIROGÊNICA

Uma vez escolhida a sílica pirogênica como o aditivo a ter seu comportamento mais bem estudado se passou à segunda etapa dessa fase do estudo. Nesse caso, o objetivo foi a determinação da faixa viável de concentrações de sílica a serem misturadas com o iogurte e, nessas concentrações, que efeitos seriam percebidos.

As condições fixas adotadas para o estudo da influência da concentração de sílica pirogênica no processo de secagem do iogurte por atomização foram: velocidade do disco atomizador — 26000 rpm — temperatura do ar de entrada na câmara de secagem, 160 °C; vazão de alimentação de iogurte, 50% da capacidade nominal da bomba (8,7 kg/h), e depressão na câmara de secagem, 140 mmH₂O. A concentração de Aerosil variou de 0% até 5%, em

intervalos de 1%, em relação à massa de iogurte levada a secar. A adição de Aerosil nas concentrações de 4% e 5% exigiu diluição com água até uma condição bombeável.

5.2.1 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 48 apresenta os resultados dessa parte do estudo, relativos à influência do teor de sílica pirogênica no desempenho da secagem, na qual é possível observar que a máxima recuperação e a menor quantidade de material aderido na parede foram obtidas com concentrações de Aerosil da ordem de 3%.

Tabela 48 — Resultados para o estudo da influência de Aerosil na secagem de iogurte

Parâmetros	Concentração de aditivo (%)					
	0,0	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Recuperação de MS (%)	39,1	34,6	55,6	76,0	77,0	75,0
Retenção de MS na câmara (%)	40,1	33,4	21,2	14,4	21,7	24,5
Perda de MS no equipamento (%)	20,8	32,0	23,1	9,7	1,3	0,5
Diâmetro de Sauter - $D_{3,2}$ (μm)	28,2	29,0	24,7	12,5	13,2	14,3
$d_{0,1}$ (μm)	13,5	14,3	13,4	10,0	10,2	10,7
$d_{0,5}$ (μm)	34,1	34,8	28,6	23,0	24,8	27,2
$d_{0,9}$ (μm)	158	138	72,0	44,8	50,8	58,9
<i>Span</i>	4,2	3,5	2,1	1,5	1,6	1,8
ΔE^*	10,17	5,56	6,37	2,78	6,28	8,53
Δb^*	7,20	3,76	4,65	-2,64	-6,09	-8,22

Fonte: O Autor, 2014.

A Figura 26 permite observar que a quantidade de material retido na câmara de secagem tem valor mínimo para a concentração de 3% de Aerosil, enquanto a perda de produto retido no equipamento é reduzida à medida que a concentração de sílica aumenta até o valor de 5%. Os valores para a recuperação de produto para concentrações de Aerosil variando de 3% até 5% não são muito diferentes entre si, sugerindo que, nas condições de processo utilizadas, 3% é o valor máximo a ser utilizado.

Figura 26 — Distribuição do material seco de acordo com a concentração de Aerosil na secagem de iogurte por atomização em equipamento piloto

Fonte: O autor, 2014.

O comportamento curioso ocorre por conta da distribuição de material retido na câmara e perdido no equipamento, cuja soma é praticamente constante para as concentrações de 3%, 4% e 5%, mas com o teor de material retido na câmara aumentando e a perda de produto no equipamento sendo reduzida. Pela observação da Figura 27, juntamente com os dados da Tabela 48, é possível verificar que para concentrações de Aerosil superiores a 3% o diâmetro das partículas maiores, $d_{0,9}$, começa a aumentar. Partículas maiores demoram mais tempo para secar além do fato de, por terem maior massa, têm maior quantidade de água. Essa pode ser uma das explicações de por que o material consegue atingir a parede da câmara antes de estar seco e nela ficar aderido.

Os respectivos laudos de análises das distribuições de partículas mostrados na Figura 27 encontram-se no Anexo D.

Figura 27 — Distribuição de tamanho de partículas de acordo com concentrações de Aerosil

Fonte: O Autor, com base nos Laudos de análise do Laboratório de Caracterização Tecnológica, DEMP-EP-USP, 2014.

Com relação à cor, na Tabela 48, observa-se que pelo fato de a cor do Aerosil ser branca ele exerce efeito de esmaecimento da cor amarela à medida que sua concentração aumenta no produto, estando a tonalidade amarela do padrão situada na região compreendida entre as concentrações de 2% e 3% de Aerosil. Já a menor diferença de cor em relação ao padrão

ocorre com 3% de Aerosil. De qualquer maneira, a observação da Figura 28 permite inferir que a cor ideal do produto encontra-se certamente entre os teores de 2% e 4% de Aerosil.

Figura 28 — Diferenças de cores entre as amostras com diferentes concentrações de Aerosil e o padrão

Fonte: O Autor, 2014.

Contudo, como pode ser apreciado na Figura 29, o aumento da concentração de Aerosil, de zero até 3% na distribuição de partículas é responsável por drástica redução do tamanho das partículas maiores, o que pode ser inferido da curva de $d_{0,9}$, indicando que na concentração de 3% esse efeito parece ser máximo. Semelhante comportamento, porém não com a mesma intensidade, é observado nas curvas de $d_{0,5}$ e $d_{0,1}$. Assim, o aumento da fluidez do pó pode ser atribuído, em grande parte, à redução do diâmetro, das partículas. O *span* da distribuição acompanha com muita proximidade a curva de $d_{0,9}$, mostrando que a redução da dispersão no diâmetro das partículas dependeu basicamente da diminuição da quantidade de partículas de maior volume. A influência do aditivo também pode ser observada no comportamento do diâmetro de Sauter que, em concentrações de zero até 2% mantém-se próximo à curva de $d_{0,5}$ e nas concentrações de 3% a 5%, aproxima-se da curva de $d_{0,1}$, indicando redução no diâmetro da partícula representativa da amostra.

Figura 29 — Diâmetro de partículas e dispersão - *span* - da distribuição

Fonte: O Autor, 2014.

A análise das imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) na Figura 30 sugere que, mais do que atuar diretamente no diâmetro individual das partículas formadas, o Aerosil atuou como agente dispersante em aglomerados de partículas e a mudança de aspecto é evidente para o teor de 3%, uma vez que nas partículas formadas com a adição de 2% de Aerosil ainda é possível identificar o aspecto das partículas de iogurte puro. Dessa forma, percebe-se que o Aerosil atuou na redução da quantidade de partículas com diâmetro maior. Isso pode ser explicado por um efeito de diminuição da coesão entre as partículas, por causa de sua afinidade com moléculas de água, e também como barreira física (EVONIK, 2013d; EVONIK, 2013e; EVONIK, 2013f). Além disso, com a baixa umidade no produto final, as temperaturas de transição vítrea dos componentes elevam-se para valores próximos àqueles dos componentes secos, uma vez que o efeito de plasticização exercido pela água diminui, consequentemente, elevando a temperatura de transição vítrea da mistura dos componentes.

Por fim, o trabalho de Koc *et al.* (2010) que teve como propósito otimizar as condições do processo de secagem de iogurte natural em atomizador de bico, demonstrou que as partículas analisadas por MEV se mostraram, em sua maioria esféricas, com a superfície fundamentalmente lisa, com depressões e fissuras eventuais, semelhante ao iogurte puro mostrado na Figura 30.

Figura 30 — Microscopia eletrônica de varredura (MEV) para amostras de iogurte puro (esquerda), com 2% de Aerosil (centro) e 3% de Aerosil (direita), para aumentos de 650× (superior) e 10000× (inferior)

Fonte: Laboratório de Caracterização Tecnológica, DEMP-EP-USP, 2014.

5.2.2 CONCLUSÕES DO ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA SÍLICA PIROGÊNICA

O estudo mostrou que, entre os aditivos utilizados como auxiliares de secagem de iogurte por atomização, o Aerosil, utilizado em concentrações entre 2% e 4%, mostrou-se o mais promissor para a melhoria do processo, uma vez que com seu uso se obteve a maior recuperação de produto, a menor retenção de material na parede da câmara de secagem e a menor perda de produto do equipamento, além da cor mais próxima daquela do padrão escolhido. Por causa da ação dispersante do aditivo em aglomerados de partículas foi obtido pó de livre escoamento e com *span* da ordem de 1,5, o que indica boa homogeneidade na distribuição de partículas do produto.

6 ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA VAZÃO E DA CONCENTRAÇÃO DE SÍLICA PIROGÊNICA

A primeira etapa da pesquisa, cujo objetivo foi o de identificar os parâmetros de processo mais relevantes para a secagem no atomizador Tecnape SD-05 demonstrou que, para o desempenho do processo de secagem, a vazão de alimentação do iogurte é o parâmetro mais importante, uma vez que afeta diretamente a recuperação de produto seco e a quantidade de material aderido na parede. Na segunda etapa do estudo, que consistiu do estudo da influência da natureza e quantidade de aditivos no processo de secagem, a sílica pirogênica hidrofílica, especificamente, o Aerosil 200 (Evonik, Hanau, Alemanha) mostrou ser o aditivo mais promissor no sentido de reduzir os problemas identificados de deposição de material na parede da câmara de secagem. Dessa forma, uma vez identificada a dificuldade de se obter a secagem com alta recuperação de produto e baixa quantidade de material aderido na parede com base em iogurte puro, optou-se pela pesquisa da adição de auxiliares de secagem relatados na literatura (FU e CHEN, 2011; OLIVEIRA e PETROVICK, 2010). Portanto, com base nas etapas anteriores do trabalho resolveu-se estudar a influência da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto, com o objetivo da determinação de condições adequadas para a secagem por atomização com disco rotativo em atomizador de escala piloto.

6.1 AEROSIL: PROPRIEDADES, USOS E TOXICOLOGIA

A primeira sílica pirogênica sintetizada pelo processo de hidrólise em temperaturas elevadas foi obtida pelo químico Dr. Harry Klöpfer em 1941. Sua produção industrial se iniciou em 1942 pela empresa Degussa, hoje denominada Evonik, e o nome Aerosil se transformou em marca registrada comercial em 1943. Em 2007, o Aerosil F, fabricado de acordo com normas de Análise de Perigos e Pontos de Controle Críticos¹³, para utilização em alimentos, foi introduzido no mercado.

A Figura 31 mostra esquema básico do processo de produção de Aerosil (EVONIK, 2011), explicando como se dá a formação e a aglomeração das partículas de óxido de silício.

¹³ Do inglês HACCP – *Hazard Analysis and Critical Control Points*.

Figura 31 — Crescimento da partícula de Aerosil e formação de agregados

Fonte: Evonik, 2011 (adaptado pelo Autor).

Tanto o Aerosil 200 quanto o Aerosil 200 F são denominados tecnicamente por sílica pirogênica hidrofílica e apresentam propriedades idênticas, a saber: área superficial específica (BET¹⁴) de $(200 \pm 25) \text{ m}^2/\text{g}$; densidade aparente na condição de empacotamento máximo de cerca de 50 g/L, umidade <1,5% e teor de SiO_2 superior a 99,8%, ambos em base mássica (EVONIK, 2013a; EVONIK, 2013b). O Aerosil 200 Pharma é denominado tecnicamente por óxido de silício coloidal, sendo também conhecido por sílica coloidal (EVONIK, 2013c). Independentemente da especificação, o Aerosil se apresenta na forma de pó fino branco, amorfo, sem odor e sabor, de forma que, utilizado nas quantidades usuais, suficiente para causar o efeito desejado, não altera o sabor, nem causa alteração relevante na cor de formulações em forma de pós. Em sistemas líquidos interfere na reologia, como aditivo ou carga funcional, com propriedades de estabilizante, espessante e agente de firmeza por meio da formação de rede tridimensional de agregados de óxido de silício que se rompe de forma reversível com esforços de cisalhamento (EVONIK, 2006). Em sistemas particulados, em geral, e em formulações alimentícias em forma de pós, em particular, melhora as características de escoamento e atua como agente antiaglomerante (EVONIK, 2013b). Em produtos farmacêuticos, é adjuvante aplicado como agente dessecante para ativos sensíveis à umidade, antiaderente para pós higroscópicos, antiaglomerante, antiumectante, estabilizante de emulsões, agente de polimento em dentifrícios, de fluidez e de dispersão de ativos, entre outras aplicações (EVONIK, 2013c). A quantidade de Aerosil que deve ser utilizada em sistemas

¹⁴ De acordo com o método de Brunauer, Emmett e Teller.

particulados como agente melhorador de fluidez e antiaglomerante em pós macios, de acordo com recomendações do fabricante, pode chegar a 5% (EVONIK, 2013e).

A Figura 32 exibe partícula de Aerosil 200, em que se pode observar a alta rugosidade desse material.

Figura 32 — Aspecto de partícula de Aerosil 200

Fonte: PROGRA2¹⁵, Université Lille 1, 2014.

Fundamentalmente, o modo de ação do Aerosil decorre de suas propriedades químicas e mecânicas. Do ponto de vista químico, a sílica pirogênica é formada por dois tipos de grupos de moléculas funcionais: o silanol e o siloxano. Sua natureza hidrofílica é devida à presença de grupos silanol que permitem a interação e consequente adsorção de moléculas de água por meio de ligação de pontes de hidrogênio. Por outro lado, os grupos siloxano, em sua maioria, são quimicamente inertes e hidrofóbicos (ZHURAVLEV, 2000). Contudo, a quantidade de grupos hidrofílicos predomina no Aerosil, fazendo prevalecer seu comportamento hidrofílico. A capacidade de adsorção de água está diretamente relacionada com a superfície específica do Aerosil e o fenômeno ocorre em camada delgada, de forma que grande área superficial permite grande adsorção de água. Ainda com relação à capacidade de adsorver umidade, o Aerosil não é considerado material higroscópico pois não apresenta o fenômeno de

¹⁵ <http://www.icare.univ-lille1.fr/progra2/database/indexeng.html>. Acesso em 11/7/2014.

deliquescência e não forma grumos à medida que fica hidratado, sendo o processo de adsorção de água completamente reversível. Do ponto de vista mecânico, as estruturas tridimensionais da sílica funcionam como barreiras físicas, atuando como espaçadores entre as partículas, reduzindo o efeito de forças atrativas dependentes da distância. Adicionalmente, por serem esféricas e muito pequenas, as partículas de Aerosil, ao recobrirem materiais, exercem o efeito de rolamentos, atuando como agente lubrificante (EVONIK, 2006).

Figura 33 — Representação dos grupos silanol em arranjos típicos e siloxano

Fonte: Evonik, 2006 (adaptado pelo Autor).

Da esquerda para a direita: grupo silanol livre, grupo silanol geminal, grupos vicinais de silanol unidos por ponte de hidrogênio e grupo siloxano.

De acordo com o FDA¹⁶, a sílica pirogênica é classificada na categoria de substâncias geralmente reconhecidas como seguras — GRAS¹⁷ — podendo ser utilizada em concentrações de até 2,0% em massa em diversas categorias de produtos alimentícios, inclusive em produtos lácteos e seus derivados, na qualidade de antiaglutinante, antiespumante, estabilizante, adsorvente, carga, auxiliar de filtração, emulsificante, agente para controle de viscosidade, estabilizante e agente clarificante para cerveja (CHEESEMAN, 2010).

No Brasil, a Resolução da Diretoria Colegiada número 45 de 3/11/2010 regulamentou o uso de aditivos alimentares com Ingestão Diária Aceitável — IDA — não especificada ou não limitada, para uso de acordo com Boas Práticas de Fabricação — BPF —, autorizando o uso de óxido de silício, ou sílica, com limite *quantum satis* — q.s. —, ou seja, em quantidade suficiente para obter o efeito tecnológico desejado, desde que não altere a identidade e a genuinidade do alimento. Apenas sopas e caldos desidratados, molhos desidratados e condimentos preparados tiveram o limite máximo numérico definido para o óxido de silício em 3,0%; e sal

¹⁶ United States Food and Drug Department

¹⁷ Do inglês *substances Generally Recognized As Safe*

e sais adicionados e pós para o preparo de bebidas gaseificadas ou não gaseificadas, em 1% (ANVISA, 2010).

Assim sendo, o Aerosil é aditivo seguro do ponto de vista toxicológico e com propriedades funcionais, que pode ser utilizado como carga, excipiente ou adjuvante, de acordo com a finalidade desejada.

De acordo com recomendações do fabricante para o uso de Aerosil como auxiliar de secagem em atomizadores, sua adição pode ocorrer de cinco maneiras diferentes. As duas primeiras são as mais indicadas para que a funcionalidade do aditivo seja a melhoria da fluidez do pó e o antiaglutinamento das partículas, sendo consideradas as formas mais adequadas para a dosagem do Aerosil. A primeira sugestão é a que o aditivo seja adicionado através do topo do equipamento; a outra, por meio de orifício na parede lateral do equipamento, se houver, logo abaixo da zona úmida, ou seja, da região da formação da névoa de partículas. Caso não sejam possíveis, recomenda-se que a sílica seja dispersa juntamente com o ar aquecido antes da entrada na câmara de secagem, o que deve favorecer a redução da quantidade de material depositado na parede. Se não for possível a adição nos casos citados, indica-se que a sílica seja misturada com o produto logo após a saída da câmara de secagem, exigindo, dessa forma, etapa adicional de homogeneização para o produto. Por fim, restou a opção de adicionar o Aerosil diretamente no líquido alimentado ao secador, opção que se justifica para o caso de líquidos que apresentem dificuldade em formar névoas adequadas para a secagem. Nessa situação, a sílica, ao ser misturada com o produto a ser seco, forma uma matriz que auxilia a formação de gotas isoladas em vez de agregados de gotas, o que facilita a secagem. Como, com esse procedimento, a maior parte da sílica fica incorporada ao material, menor quantidade fica na superfície das partículas secas, local onde a presença do Aerosil exerce o efeito antiaglutinante com maior intensidade (EVONIK, 2013f). Neste estudo, por limitações construtivas do equipamento, a adição da sílica somente foi possível por meio de sua mistura direta com o iogurte, na ocasião em que ele foi homogeneizado antes de ser colocado no tanque de alimentação.

6.2 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Nessa etapa do estudo, o objetivo foi o de estudar a influência da concentração da sílica pirogênica e da vazão de alimentação no processo de secagem e nas características do produto. Foi escolhido delineamento 2² composto e com ponto central em triplicata. Os valores para as concentrações de sílica pirogênica foram definidos com base em etapa anterior do estudo — Estudo da influência de aditivos na secagem —, na qual os melhores resultados foram conseguidos com a concentração de 3% de Aerosil em relação à massa de iogurte processado. Os valores para a faixa de vazão foram determinados empiricamente com o objetivo de explorar as condições operacionais do atomizador Tecnape SD0-05 em sua maior extensão possível, o que conduziu aos valores de 20% e 80% da capacidade nominal da bomba de alimentação, correspondendo, respectivamente a vazões de iogurte batido de 3,5 kg/h e 14,0 kg/h. As condições de processo fixas para todos os ensaios dessa etapa foram: velocidade do disco atomizador, 26000 rpm, temperatura do ar de entrada na câmara de secagem, 160 °C e depressão na câmara de secagem, 140 mmH₂O.

A Tabela 49 exhibe as condições experimentais definidas para as variáveis, suas respectivas codificações e a ordem de realização dos ensaios.

Além das respostas quantitativas obtidas nas análises das amostras resultantes dos ensaios, foi feita análise qualitativa dos pós obtidos por meio de microscopia eletrônica de varredura — MEV.

Tabela 49 — Parâmetros estudados, níveis adotados, variáveis codificadas e ordem de realização dos ensaios para o planejamento composto central

Ensaio	Variáveis		Variáveis codificadas		Ordem
	Aerosil (%)	Vazão (%)	X1	X2	
1	0,44	28,8	—	—	11º
2	2,56	28,8	+	—	2º
3	0,44	71,2	—	+	5º
4	2,56	71,2	+	+	4º
5	0,00	50,0	$-\alpha$	0	8º
6	3,00	50,0	$+\alpha$	0	9º
7	1,50	20,0	0	$-\alpha$	1º
8	1,50	80,0	0	$+\alpha$	7º
9	1,50	50,0	0	0	6º
10	1,50	50,0	0	0	10º
11	1,50	50,0	0	0	3º

Fonte: O Autor, 2014.

Nota: Ordem refere-se à sequência de realização dos ensaios.

6.3 METODOLOGIA PARA O ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA SÍLICA PIROGÊNICA E DA VAZÃO DE ALIMENTAÇÃO

Essentially, all models are wrong, but some are useful.

...the practical question is how wrong do they have to be to not be useful.

George E. P. Box e Norman R. Draper¹⁸

Com base no delineamento planejado na Tabela 49 o iogurte adicionado de Aerosil foi processado e foram medidas respostas cujas análises individuais são apresentadas nas próximas seções. Elas podem ser agrupadas em respostas mais relacionadas com a qualidade do produto obtido e outras mais relacionadas com o desempenho do processo de secagem. Assim, as seguintes respostas quantitativas podem ser consideradas mais diretamente referentes à qualidade do produto:

- a) temperatura do ar de saída da câmara de secagem;

¹⁸ Box, G. E. P., Draper, N. R. *Empirical Model Building and Response Surfaces*. New York: John Wiley, 1987. p. 74 e 424.

- b) umidade e atividade de água do produto final;
- c) características granulométricas das partículas;
- d) cor do produto final.

Por outro lado, o desempenho da secagem foi caracterizado quantitativamente por:

- a) recuperação de produto, com base na quantidade de material seco obtido do equipamento durante o processo de secagem;
- b) retenção de produto na câmara de secagem, com base na quantidade de material seco removido por escovação do equipamento após o processo de secagem;
- c) perdas de material no processo, obtida por diferença entre a quantidade de material seco alimentada e os valores recuperados e retidos de produto.

Por fim, foi feita análise qualitativa dos sistemas particulados obtidos com auxílio de microscopia eletrônica de varredura — MEV — por meio da inspeção da forma, agrupamento e aspecto das partículas, determinadas pelas condições impostas ao processo de secagem e que se refletem diretamente em atributos de qualidade dos produtos.

O tratamento dos dados quantitativos foi feito pela metodologia de análise de superfícies de resposta com auxílio do programa de computador Minitab 16 e obedeceu às etapas:

- a) teste da normalidade da distribuição das respostas como condição inicial para o tratamento estatístico dos dados;
- b) análise de variância — ANOVA — para a identificação de efeitos importantes para variáveis estudadas em suas contribuições lineares, quadráticas e de interações, testados para o nível de significância usual de 5%;
- c) repetição da ANOVA, desta vez, somente com os efeitos significativos identificados para a resposta testada e verificação se a hipótese nula para a falta de ajuste pode ser rejeitada, indicando que o modelo de regressão está ajustado aos dados;
- d) avaliação da qualidade do ajuste da regressão por meio dos parâmetros: coeficiente de determinação, R^2 , coeficiente de determinação preditivo, R_{pred}^2 e por meio da análise de resíduos;
- e) estabelecimento da equação para o modelo de regressão com seus coeficientes;

- f) construção, caso haja a presença das duas variáveis estudadas no modelo, da respectiva superfície de resposta, para ilustrar o comportamento do fenômeno nas condições do estudo.

Apesar de existirem muitas ferramentas estatísticas para verificação de modelos, a principal delas, para a maioria dos casos de modelagem de processo é a análise gráfica de resíduos. Os métodos numéricos, como as estimativas de coeficientes de determinação também são úteis, porém, de menor utilidade que os métodos gráficos. A vantagem dos métodos gráficos é que eles ilustram uma série de aspectos complexos da relação entre o modelo e os dados, uma vez que os métodos numéricos concentram-se em um aspecto particular da relação entre os dados e o modelo, procurando exprimir vários aspectos do ajuste em único valor numérico ou resultado de um teste. Dessa forma, os métodos numéricos desempenham papel importante na confirmação das técnicas gráficas. Por exemplo, o *teste de falta de ajuste* pode ser útil para decidir se a regressão ficou ajustada ou não aos dados, caso a análise gráfica não seja conclusiva. Os métodos numéricos apresentam vantagem sobre os métodos gráficos quando o número de parâmetros estimados é da ordem de grandeza do conjunto de dados utilizados, o que ocorre frequentemente no caso de otimização com o uso de delineamentos experimentais (NIST/SEMATECH, 2012). Portanto, neste estudo, a verificação dos modelos obtidos para as respostas do sistema foi feita com base em métodos numéricos e análise gráfica dos resíduos indiretamente, com o auxílio de gráficos de paridade. Os gráficos de paridade são construídos com os valores estimados pela regressão em função dos dados observados, de forma que a coincidência de ambos produz uma distribuição de pontos que representa uma reta com coeficiente angular igual 1. A maior aproximação dessa condição indica que as diferenças entre os valores observados e estimados são pequenas, ou seja, os resíduos são pequenos. Ainda, para que um modelo seja considerado bem ajustado, os resíduos devem estar distribuídos aleatoriamente ao longo da reta. Tendências observadas nos resíduos ou no alinhamento dos pontos indicam um mal ajuste, mesmo que os pontos estejam próximos à linha de 45°. A preferência pela abordagem da análise gráfica por meio de gráficos de paridade, em vez de gráficos de resíduos, deveu-se ao fato de os primeiros serem mais intuitivos na percepção do Autor, além de permitirem verificar se os valores estão ou não distribuídos de forma aleatória, mesmo não sendo a melhor ferramenta para essa análise.

6.3.1 TEMPERATURA DO AR DE SAÍDA DA CÂMARA DE SECAGEM

A Tabela 50 exibe os valores da temperatura do ar de saída da câmara de secagem nas condições estudadas.

Tabela 50 — Valores da temperatura do ar de saída da câmara de secagem para as condições estudadas

Ensaio	Aerosil (%)	Vazão (%)	T ar saída (°C)
1	0,44	28,8	123,3
2	2,56	28,8	122,0
3	0,44	71,2	85,8
4	2,56	71,2	89,7
5	0,00	50	101,5
6	3,00	50	107,6
7	1,50	20	131,0
8	1,50	80	82,0
9	1,50	50	105,7
10	1,50	50	106,9
11	1,50	50	102,5

Fonte: O Autor, 2014.

A Figura 34 mostra o teste de normalidade para a distribuição de observações feitas para a temperatura do ar de saída da câmara de secagem, condição necessária para o prosseguimento do tratamento estatísticos dos dados. O teste de normalidade da distribuição das observações, em virtude de ser procedimento básico e ter sido feito para todas as respostas analisadas e, para todas, a condição de normalidade foi satisfeita, foi ilustrado apenas para a análise do comportamento da temperatura do ar de saída da câmara de secagem.

Figura 34 — Diagrama de distribuição normal para os valores dos resíduos observados para a temperatura do ar de saída da câmara de secagem

Fonte: Minitab, 2014.

A Tabela 51 mostra os coeficientes da regressão obtida para a superfície de resposta da dependência da temperatura de saída do ar da câmara de secagem com a concentração de Aerosil e vazão de alimentação, para o ajuste de todos os efeitos possíveis pelo modelo utilizado, ou seja, linear, quadrático e interações entre as variáveis. Adicionalmente, apresenta o valor p do teste estatístico para a hipótese nula de que os efeitos observados são devidos ao acaso somente. A análise foi realizada com variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e o teste p mostrou que, dentre os possíveis efeitos existentes, somente a vazão se mostrou significativa para o nível de 5%.

Tabela 51 — Coeficientes de regressão estimados para a temperatura do ar saída da câmara de secagem considerados todos os efeitos

Termo	Coeficiente	p
Constante	105,053	0,000
Aerosil (%)	1,388	0,073
Vazão (%)	-17,387	0,000
Aerosil (%) × Aerosil (%)	-0,331	0,669
Vazão (%) × Vazão (%)	0,638	0,422
Aerosil (%) × Vazão (%)	1,295	0,195

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito. $R^2 = 99,39\%$; $R^2_{pred} = 97,70\%$.

A Tabela 52 mostra a ANOVA para o teste do modelo linear no estudo da influência da concentração de Aerosil e vazão de alimentação na temperatura do ar de saída da câmara de secagem, indicando que as hipóteses de modelo linear e de a vazão como único fator significativo devem ser aceitas. O teste para a falta de ajuste indica que essa hipótese deve ser rejeitada e que o modelo se ajusta aos dados no nível de significância de 5%.

Tabela 52 — Análise de variância com os efeitos significativos para a temperatura do ar saída da câmara de secagem

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Regressão	1	2418,35	2418,35	529,17	0,000
Linear	1	2418,35	2418,35	529,17	0,000
Vazão (%)	1	2418,35	2418,35	529,17	0,000
Resíduo	9	41,13	4,57		
Falta de ajuste	3	3,81	1,27	0,20	0,890
Erro puro	6	37,32	6,22		
Total	10				

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

A Tabela 53 exibe os coeficientes para a regressão obtida para a superfície de resposta da dependência da temperatura de saída do ar da câmara de secagem com a vazão de alimentação, em variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e, em nota, o valor de 98,33% para o coeficiente de determinação e o de 97,71% para o coeficiente de determinação preditivo.

Tabela 53 — Coeficientes da regressão estimados para a temperatura do ar saída da câmara de secagem para o efeito linear da vazão

Termo	Coeficiente	<i>p</i>
Constante	105,276	0,000
Vazão (%)	-17,3866	0,000

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: $R^2 = 98,33\%$; $R^2_{pred} = 97,71\%$.

A expressão (37) mostra a equação para valores estimados da temperatura do ar de saída da câmara de secagem e, com ela, é possível calcular os valores previstos pelo modelo para cada uma das situações estudadas, em que V é a vazão, em variável codificada.

$$\hat{T}_{ar\ saída}(^{\circ}C) = 105,3 - 17,4 V \quad (37)$$

Finalmente, com as informações disponíveis é possível construir a Figura 35, dos valores previstos pelo modelo em função daqueles observados, e avaliar a distribuição dos resíduos no gráfico para, juntamente com os valores dos coeficientes de determinação, avaliar a qualidade do ajuste do modelo de regressão aos dados.

Figura 35 — Gráfico de paridade para o modelo da temperatura do ar de saída da câmara de secagem

Fonte: O Autor, 2014.

Com base nas figuras e cálculos é possível considerar que o modelo para a temperatura do ar de saída da câmara de secagem é preditivo, pois as diferenças entre os valores estimados e os observados são pequenas e os valores não apresentam tendência em sua distribuição.

A dependência da temperatura do ar de saída da câmara de secagem com a vazão apenas é fenômeno esperado, uma vez que quanto maior a vazão, admitindo-se que a umidade do produto final em geral seja baixa, maior a quantidade de água a ser evaporada na câmara de secagem. Como o processo de secagem por atomização por hipótese é adiabático (hipótese plausível), o calor necessário para o aquecimento e vaporização da água é retirado do ar previamente aquecido. Assim, nas condições estudadas, quanto mais água a ser evaporada, menor a temperatura do ar de saída da câmara de secagem. Como a adição de Aerosil ao

iogurte diminui a quantidade de água por unidade de volume alimentado, uma dependência do fenômeno com a variação de sua concentração também era esperada. Entretanto, como a variação de 0% a 3% é pequena, não foi possível detectar o efeito.

6.3.2 UMIDADE DO PRODUTO FINAL

A Tabela 54 apresenta os resultados observados nas condições do estudo para a umidade dos produtos finais.

Tabela 54 — Valores da umidade e atividade de água dos produtos finais para as condições estudadas

Ensaio	Aerosil (%)	Vazão (%)	Umidade (%)
1	0,44	28,8	2,2
2	2,56	28,8	2,3
3	0,44	71,2	5,8
4	2,56	71,2	11,0
5	0	50	2,2
6	3,00	50	3,3
7	1,50	20	1,6
8	1,50	80	9,5
9	1,50	50	2,0
10	1,50	50	2,2
11	1,50	50	1,6

Fonte: O Autor, 2014.

A inspeção da Tabela 54 mostra que houve uma variação significativa de umidade, de 1,6% a 11,0% nos produtos obtidos e que o valor de umidade para o ensaio 4, em relação ao conjunto geral está nitidamente elevado. A repetição da análise de umidade confirmou os valores. Uma possível explicação para esse comportamento anômalo, uma vez que o valor supera a umidade do produto do ensaio 8, obtido na condição de vazão referente a 80% da capacidade da bomba de alimentação, apresenta-se com a observação da Figura 36. Nesse ensaio, houve grande deposição de material úmido na parede da câmara de secagem, sendo possível que alguma quantidade de material não seco tenha se desprendido do conjunto, caído no frasco

de retirada de produto da câmara de secagem e sido homogeneizado com o material seco, elevando, de forma não esperada, sua umidade.

Figura 36 — Condição do material aderido na parede da câmara de secagem no ensaio 4

Fonte: O autor, 2014.

A Tabela 55 mostra os coeficientes da regressão obtida para a superfície de resposta da dependência da umidade do produto final com concentração de Aerosil e vazão de alimentação, para o ajuste de todos os efeitos possíveis pelo modelo utilizado, ou seja, linear, quadrático e interações entre as variáveis. Adicionalmente, apresenta o valor p do teste estatístico para a hipótese nula de que os efeitos observados são devidos ao acaso somente. A análise foi realizada com variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e o teste p mostrou que, dentre os possíveis efeitos existentes, os efeitos linear e quadrático para a vazão se mostraram significativos para o nível de 5%.

Tabela 55 — Coeficientes da regressão para a umidade dos produtos estimados considerados todos os efeitos

Termo	Coeficiente	p
Constante	1,9300	0,020
Aerosil (%)	0,8544	0,059
Vazão (%)	2,9415	0,000
Aerosil (%) × Aerosil (%)	0,7075	0,152
Vazão (%) × Vazão (%)	2,0937	0,004
Aerosil (%) × Vazão (%)	1,2813	0,050

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

$R^2 = 99,55\%$; $R^2_{pred} = 69,11\%$.

A Tabela 56 apresenta a ANOVA para o teste dos modelos linear e quadrático no estudo da influência da concentração de Aerosil e vazão de alimentação na umidade do produto final,

indicando que tanto a hipótese de modelo linear para a vazão, como a de modelo quadrático para a vazão devem ser aceitas. O teste para a falta de ajuste indica que essa hipótese deve ser rejeitada e que o modelo se ajusta aos dados no nível de significância de 5%.

Tabela 56 — Análise de variância com os efeitos significativos para a umidade dos produtos

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Regressão	2	91,198	45,599	18,07	0,001
Linear	1	69,217	69,217	27,43	0,001
Vazão (%)	1	69,217	69,217	27,43	0,001
Quadrático	1	21,981	21,981	8,71	0,018
Vazão (%) × Vazão (%)	1	21,981	21,981	8,71	0,018
Erro Resíduo	8	20,185	2,523		
Falta de ajuste	2	5,136	2,568	1,02	0,414
Erro puro	6	15,049	2,508		
Total	10				

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

A Tabela 57 exibe os coeficientes para a regressão obtida para a superfície de resposta da dependência da umidade dos produtos com a vazão de alimentação em variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e, em nota, o valor de 81,88% para o coeficiente de determinação e o de 63,51% para o coeficiente de determinação preditivo.

Tabela 57 — Coeficientes da regressão estimados para a umidade dos produtos para os efeitos linear e quadrático da vazão

Termo	Coeficiente	p
Constante	2,59588	0,005
Vazão (%)	2,94146	0,001
Vazão (%) × Vazão (%)	1,88566	0,018

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: $R^2 = 81,88\%$; $R^2_{pred} = 63,51\%$.

A expressão (38) mostra a equação para valores estimados da umidade dos produtos e, com ela, é possível calcular os valores previstos pelo modelo para cada uma das situações estudadas, em que V é a vazão, em variável codificada.

$$\hat{U} = 2,6 + 3,0 V + 1,9 V^2 \quad (38)$$

Finalmente, com as informações disponíveis é possível construir a Figura 37, dos valores previstos pelo modelo em função daqueles observados, e avaliar a distribuição dos resíduos no gráfico para, juntamente com os valores dos coeficientes de determinação, avaliar a qualidade do ajuste do modelo de regressão aos dados.

Figura 37 — Gráfico de paridade para o modelo da umidade dos produtos finais

Fonte: O Autor, 2014.

Com base nas figuras e cálculos é possível considerar que o modelo para a umidade dos produtos não é preditivo, pois as diferenças entre os valores estimados e os observados são grandes.

Excetuando os três valores de umidades mais elevadas, referentes aos ensaios 3, 4 e 8, em que a vazão foi maior, os restantes valores encontram-se na faixa de valores típicos obtidos em produtos com composição semelhante, tais como leite e leite desnatado, que variam de 2,5% a 4% (FILKOVÁ, HUANG e MUJUMDAR, 2006) e encontram-se, tipicamente, abaixo dos valores de umidade entre 4% e 7% obtidos no trabalho de Koc *et al.* (2010) na secagem de iogurte natural em atomizador de bico de pressão.

De qualquer maneira, o modelo indica que quanto maior a vazão de alimentação, maior será a umidade do produto final. Essa informação é útil para que se tenha ideia aproximada do

valor de vazão de alimentação a ser adotado caso o teor de umidade seja fator limitante para a qualidade do produto. Contudo, para a estabilidade microbiológica, o valor da atividade de água, analisado na próxima seção, é mais relevante.

6.3.3 ATIVIDADE DE ÁGUA

A Tabela 58 apresenta os resultados observados nas condições do estudo para a atividade de água dos produtos finais, sendo possível observar que houve uma variação significativa, de 0,15 a 0,70, nos produtos obtidos.

Tabela 58 — Valores da umidade e atividade de água dos produtos finais para as condições estudadas

Ensaio	Aerosil (%)	Vazão (%)	a_w
1	0,44	28,8	0,131
2	2,56	28,8	0,218
3	0,44	71,2	0,380
4	2,56	71,2	0,702
5	0	50	0,337
6	3,00	50	0,275
7	1,50	20	0,179
8	1,50	80	0,626
9	1,50	50	0,276
10	1,50	50	0,212
11	1,50	50	0,154

Fonte: O Autor, 2014.

A Tabela 59 mostra os coeficientes da regressão obtida para a superfície de resposta da dependência da atividade de água com a concentração de Aerosil e vazão de alimentação, para o ajuste de todos os efeitos possíveis pelo modelo utilizado, ou seja, linear, quadrático e interações entre as variáveis. Adicionalmente, apresenta o valor p do teste estatístico para a hipótese nula de que os efeitos observados são devidos ao acaso somente. A análise foi realizada com variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e o teste p mostrou que, dentre os possíveis efeitos existentes, somente a vazão se mostrou significativa para o nível de 5%.

Tabela 59 — Coeficientes de regressão estimados para a atividade de água considerados todos os efeitos

Termo	Coeficiente	p
<i>Constante</i>	<i>0,21400</i>	<i>0,009</i>
Aerosil (%)	0,04025	0,258
Vazão (%)	0,17044	0,003
Aerosil (%) × Aerosil (%)	0,04671	0,268
Vazão (%) × Vazão (%)	0,09512	0,052
Aerosil (%) × Vazão (%)	0,05858	0,246

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

$R^2 = 88,72\%$; $R^2_{pred} = 30,13\%$.

A Tabela 52 exibe a ANOVA para o teste do modelo linear para o estudo da influência da concentração de Aerosil e vazão de alimentação na atividade de água do produto, indicando que as hipóteses de modelo linear e de vazão como único fator significativo devem ser aceitas. O teste para a falta de ajuste indica que essa hipótese deve ser rejeitada e que o modelo se ajusta aos dados no nível de significância de 5%.

Tabela 60 — Análise de variância com os efeitos significativos para a atividade de água dos produtos

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Regressão	1	0,23241	0,23241	17,48	0,002
Linear	1	0,23241	0,23241	17,48	0,002
Vazão (%)	1	0,23241	0,23241	17,48	0,002
Resíduo	9	0,11966	0,009840		
Falta de ajuste	3	0,04449	0,001770	0,14	0,392
Erro puro	6	0,07518	0,012529		
Total	10	0,35207			

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

A Tabela 61 apresenta os coeficientes para a regressão obtida para a superfície de resposta da dependência da atividade de água dos produtos com a vazão de alimentação, em variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e, em nota, o valor de 66,01% para o coeficiente de determinação e o de 46,72% para o coeficiente de determinação preditivo.

Tabela 61 — Coeficientes de regressão estimados para a atividade de água para o efeito linear da vazão

Termo	Coeficiente	p
Constante	0,31715	0,000
Vazão (%)	0,17044	0,002

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: $R^2 = 66,01\%$; $R^2_{pred} = 46,72\%$.

A expressão (39) mostra a equação para valores estimados da atividade de água dos produtos e, com ela, é possível calcular os valores previstos pelo modelo para cada uma das situações estudadas, em que V é a vazão, em variável codificada.

$$\hat{a}_w = 0,317 + 0,170 V \quad (39)$$

Finalmente, com as informações disponíveis é possível construir a Figura 38, dos valores previstos pelo modelo em função daqueles observados, e avaliar a distribuição dos resíduos no gráfico para, juntamente com os valores dos coeficientes de determinação, avaliar a qualidade do ajuste do modelo de regressão aos dados.

Figura 38 — Gráfico de paridade para o modelo da atividade de água dos produtos

Fonte: O Autor, 2014.

Com base nas figuras e cálculos é possível considerar que o modelo para a atividade de água do produto não é preditivo, pois as diferenças entre os valores estimados e os observados são grandes.

O modelo indica que quanto maior a vazão de alimentação, maior a atividade de água do produto final, não havendo influência da concentração de Aerosil nas condições estudadas. Os valores para a atividade de água encontrados por Koc et al. (2010) na secagem de iogurte natural em atomizador de bico de pressão ficaram na faixa de 0,10 a 0,17, portanto, restritos a faixa mais estreita e menores que as observadas neste estudo. O trabalho de Stencl (2004) de modelagem de isothermas de sorção para iogurte em pó, obtido por secagem em atomizador, mostrou que o valor de atividade de água de 0,6, considerado valor crítico para o desenvolvimento de micro-organismos, corresponde a valores de umidade entre 8,1% e 8,9% em base úmida. Dessa forma, desconsiderando os valores de atividade de água, e também de umidade, obtidos no ensaio 4, e no ensaio 8, no qual a vazão foi de 80% da capacidade de alimentação da bomba, as demais condições de vazão utilizadas no estudo produziram materiais que podem ser considerados microbiologicamente estáveis.

6.3.4 ANÁLISE DAS CARACTERÍSTICAS DAS PARTÍCULAS

As distribuições de diâmetros das amostras de partículas obtidas nos ensaios dessa etapa do estudo foram determinadas por auxílio da técnica de difração a *Laser* e os resultados mais representativos presentes nos laudos de análises reproduzidos no Anexo E foram compilados na Tabela 62. São eles: o diâmetro de Sauter — $D_{3,2}$ — representativo do diâmetro da partícula que apresenta a mesma relação entre área e volume de toda a distribuição, considerado, para fins práticos, o diâmetro de partícula representativo da condições de atomização; os diâmetros representativos dos percentis 10, 50, a mediana, e 90 da distribuição, que reunidos criam a variável *span*, índice que caracteriza a largura da dispersão e, portanto, sua homogeneidade; e, por fim, a área superficial específica — A_{SE} —, que é índice representativo de toda a distribuição. A Figura 39 exibe as respectivas distribuições juntamente com as condições experimentais que as criaram e permite a análise qualitativa dos resultados.

Tabela 62 — Resultados para parâmetros selecionados da análise de distribuição de partículas por difração a laser

Ensaio	Aerosil (%)	Vazão (%)	Span	A_{SE} (m ² /g)	$D_{3,2}$ (μm)	$d_{0,1}$ (μm)	$d_{0,5}$ (μm)	$d_{0,9}$ (μm)
1	0,44	28,8	1,62	0,281	21,4	12,3	23,7	50,9
2	2,56	28,8	1,42	0,306	19,6	11,3	22,5	43,3
3	0,44	71,2	3,38	0,201	29,8	14,1	38,5	144,2
4	2,56	71,2	2,46	0,226	26,6	15,9	35,9	104,1
5	0,00	50,0	3,59	0,183	32,8	15,8	40,8	162,3
6	3,00	50,0	1,56	0,375	16,0	10,5	23,4	46,9
7	1,50	20,0	1,66	0,295	20,3	11,7	22,4	48,8
8	1,50	80,0	2,79	0,147	40,9	18,3	61,4	189,6
9	1,50	50,0	2,39	0,238	25,2	13,4	29,1	83,0
10	1,50	50,0	2,69	0,229	26,2	13,9	30,0	94,6
11	1,50	50,0	2,96	0,217	27,7	14,1	32,8	110,9

Fonte: O Autor, 2014.

Nota: ASE – Área superficial específica, $D_{3,2}$ – Diâmetro de Sauter.

A análise da Figura 39 permite verificar que as condições utilizadas nos ensaios de 1 a 8 produziram amostras diferentes e que as condições experimentais para a triplicata no ponto central produziram amostras semelhantes.

Nos ensaios 1 até 4, são abordadas condições de contraste entre as variáveis de estudo e os níveis alto e baixo, uma vez que nesse tipo de planejamento, além desses existem os níveis mínimo, médio e máximo. Os ensaios 1 e 3, comparados com o 2 e o 4, exibem o efeito do Aerosil na resposta do sistema, e é possível verificar que, quando a concentração de Aerosil passa do nível baixo para o alto, o ramo direito da distribuição de partículas é afetado, havendo redução da quantidade de partículas com diâmetros maiores. De forma oposta, o efeito da variação da vazão da condição baixa para a alta, o que é visto ao se compararem os ensaios 1 e 2 com o 3 e o 4, faz que a geração de partículas com diâmetros maiores seja favorecida, situação que fica evidente no ensaio 3, para o qual o nível da concentração de Aerosil é baixo.

Figura 39 — Distribuição de tamanho de partículas para o delineamento final

Fonte: O Autor, com base nos Laudos de análise do LCT, DEMP-EP-USP, 2014.

Os ensaios 5 até 8 consideram condições de extremos de um fator em função do valor médio do outro. De tal modo, os ensaios 5 e 6 contrastam os níveis mínimo e máximo de Aerosil com o valor médio da vazão e o que se observa é a modificação drástica no ramo direito da curva de distribuição de partículas, evidenciando a influência do Aerosil na redução da quantidade de partículas com diâmetros grandes na distribuição. De forma complementar, os ensaios 7 e 8 confrontam os níveis mínimo e máximo utilizados para a vazão com o nível médio empregado para o Aerosil e ambas distribuições são bimodais. A mudança do nível de vazão do mínimo para o máximo faz que a moda relativa aos diâmetros maiores de intensidade discreta no ensaio 7 supere a moda relativa aos diâmetros menores no ensaio 8, dessa forma, evidenciando o efeito relevante da vazão para o fenômeno. Assim, para os valores considerados no estudo, a geração de partículas com tamanhos grandes na distribuição está relacionada com valores elevados de vazão e, por inspeção, parece ter mais importância que a concentração de Aerosil para esse fenômeno.

A questão da bimodalidade da curva de distribuição de partículas aparece em outros ensaios para os quais não é possível fazer comparações diretas, uma vez que as condições das variáveis são distintas e os ensaios não se apresentam organizados conforme uma estrutura que facilite comparações. Contudo, comparando os ensaios 3 e 8, a moda referente aos diâmetros maiores da distribuição fica fortemente afetada, quando o valor do nível da vazão passa de alto para máximo, independentemente do fato de a concentração de Aerosil ter passado do nível baixo para o médio, reforçando o argumento que o efeito da vazão na geração de partículas com diâmetros maiores é superior à capacidade de o Aerosil contribuir para a diminuição desses tamanhos. Ainda, sobre a bimodalidade, a comparação dos ensaios 1, 4 e 7, independentemente de o nível da concentração de Aerosil ser baixo, alto ou médio, respectivamente, quando a vazão variou dos níveis mínimo, no ensaio 7, e baixo, no ensaio 1, para o nível alto, no ensaio 4, a quantidade de partículas com diâmetros maiores aumentou na distribuição e seus valores foram maiores, novamente demonstrando a importância da vazão de alimentação para o fenômeno.

Por fim, a triplicata de ensaios feita no chamado ponto central do delineamento, condição em que são utilizados os valores médios para as variáveis estudadas, demonstrou boa reprodutibilidade do sistema, ou seja matéria-prima, reagente, equipamento e condições

operacionais, produzindo resultados semelhantes. Entretanto, é importante comparar os ensaios do ponto central com os ensaios 5 e 6 na ordem: 5, ponto central e 6, de forma que é possível observar a variação da concentração de Aerosil nos níveis mínimo, médio e máximo. O efeito observado é o desaparecimento da tendência bimodal da curva e, simultaneamente, redução do tamanho das partículas, desde valores máximos de diâmetro da ordem de 500 μm , para o caso do ensaio 5 — ausência de Aerosil —, até valores da ordem de 80 μm , para o caso do ensaio 6, em que a concentração de Aerosil utilizada no estudo é a máxima. Procedimento semelhante pode ser feito na avaliação do efeito da vazão, para o caso da comparação dos ensaios 7, ponto central e 8, nesta ordem. Para essa situação, a vazão varia para as condições de valor mínimo, médio e máximo, enquanto o Aerosil fica em seu nível médio. A observação das distribuições de partículas para cada caso demonstra que a moda existente no ensaio 7, para as partículas de diâmetro maior, cresce juntamente com o aumento da vazão e, no ensaio 8, para o qual o nível da vazão foi o máximo, supera a moda dos diâmetros menores.

As próximas seções abordam as informações das distribuições de partículas de forma quantitativa.

6.3.4.1 Análise do índice de dispersão da distribuição granulométrica — *span*

A Tabela 63 mostra os coeficientes da regressão obtida para a superfície de resposta da dependência da temperatura de saída do ar da câmara de secagem com a concentração de Aerosil e vazão de alimentação, para o ajuste de todos os efeitos possíveis pelo modelo utilizado, ou seja, linear, quadrático e interações entre as variáveis. Adicionalmente, apresenta o valor p do teste estatístico para a hipótese nula de que os efeitos observados são devidos ao acaso somente. A análise foi realizada com variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e o teste p mostrou que, entre os possíveis efeitos existentes, os lineares para as variáveis Aerosil e a vazão se mostraram significativos para o nível de 5%.

Tabela 63 — Coeficientes da regressão estimados para *span* da distribuição de partículas considerados todos os efeitos

Termo	Coeficiente	p
Constante	2,67800	0,000
Aerosil (%)	-0,49865	0,016
Vazão (%)	0,54982	0,011
Aerosil (%) × Aerosil (%)	-0,09612	0,588
Vazão (%) × Vazão (%)	-0,27162	0,163
Aerosil (%) × Vazão (%)	-0,18100	0,401

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

$R^2 = 86,43\%$; $R^2_{pred} = 17,17\%$.

A Tabela 64 apresenta a ANOVA para o teste do modelo linear no estudo da influência da concentração de Aerosil e vazão de alimentação no *span* das partículas, indicando que as hipóteses de modelo linear para influência do Aerosil e da vazão devem ser aceitas. O teste para a falta de ajuste indica que essa hipótese deve ser rejeitada e que o modelo se ajusta aos dados no nível de significância de 5%.

Tabela 64 — Análise de variância com os efeitos significativos para *span*

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Regressão	2	4,4076	2,20381	13,28	0,003
Linear	2	4,4076	2,20381	13,28	0,003
Aerosil (%)	1	1,9892	1,98921	11,98	0,009
Vazão (%)	1	2,4184	2,41840	14,57	0,005
Erro Resíduo	8	1,3279	0,16598		
Falta de ajuste	6	1,1663	0,19438	2,41	0,322
Erro puro	2	0,1616	0,08080		
Total	10				

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

A Tabela 65 exibe os coeficientes para a regressão obtida para a superfície de resposta da dependência do *span* das partículas com a vazão de alimentação, em variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e, em nota, o valor de 76,85% para o coeficiente de determinação e o de 53,87% para o coeficiente de determinação preditivo.

Tabela 65 — Coeficientes da regressão estimados do *span* para os efeitos lineares do Aerosil e da vazão

Termo	Coeficiente	p
Constante	2,41055	0,000
Aerosil (%)	-0,498650	0,009
Vazão (%)	0,549818	0,005

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: $R^2 = 76,85\%$; $R^2_{pred} = 53,87\%$.

A expressão (40) mostra a equação para valores estimados para o *span* das partículas e, com ela, é possível calcular os valores previstos pelo modelo para cada uma das situações estudadas, em que V é a vazão, em variável codificada.

$$\hat{S} = 2,41 - 0,50 A + 0,55 V \quad (40)$$

Finalmente, com as informações disponíveis é possível construir a Figura 40, dos valores previstos pelo modelo em função daqueles observados, e avaliar a distribuição dos resíduos no gráfico para, juntamente com os valores dos coeficientes de determinação, avaliar a qualidade do ajuste do modelo de regressão aos dados.

Figura 40 — Gráfico de paridade para o modelo do *span* das partículas

Fonte: O Autor, 2014.

Com base nas figuras e cálculos é possível considerar que o modelo para o *span* da distribuição de partículas não é preditivo, pois as diferenças entre os valores estimados e os observados são grandes. Contudo, os coeficientes da expressão matemática do modelo indicam que as contribuições, tanto do Aerosil, quanto da vazão de alimentação são da mesma ordem de grandeza, mostrando que ambas variáveis contribuem de forma relevante na distribuição dos diâmetros das partículas. Assim, enquanto o aumento da concentração de Aerosil contribui na produção de amostra com menor dispersão de diâmetros e, portanto, mais homogênea, o aumento da vazão causa efeito oposto. De acordo com o modelo e entre as condições estudadas, o ensaio 2, em que a concentração de Aerosil é alta, mas não máxima, e a vazão é baixa, mas não mínima, foi o que apresentou o menor *span*. Portanto, mesmo sem ter qualidade de ajuste que permita ser considerado preditivo de valores, o modelo é útil para a estimativa de tendências.

6.3.4.2 Área superficial específica

A Tabela 66 exibe os coeficientes da regressão obtida para a superfície de resposta da dependência da área superficial específica — A_{SE} — com a concentração de Aerosil e vazão de alimentação, para o ajuste de todos os efeitos possíveis pelo modelo utilizado, ou seja, linear, quadrático e interações entre as variáveis. Adicionalmente, apresenta o valor p do teste estatístico para a hipótese nula de que os efeitos observados são devido ao acaso somente. A análise foi realizada com variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e o teste p mostrou que, entre os possíveis efeitos existentes, os lineares para as variáveis Aerosil e vazão se mostraram significativos para o nível de 5%.

Tabela 66 — Coeficientes da regressão estimados para a área superficial específica (m^2/g) considerados todos os efeitos

Termo	Coeficiente	p
Constante	0,228000	0,000
Aerosil (%)	0,040191	0,027
Vazão (%)	-0,046163	0,016
Aerosil (%) × Aerosil (%)	0,026375	0,147
Vazão (%) × Vazão (%)	-0,002625	0,871
Aerosil (%) × Vazão (%)	0,000000	1,000

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

$R^2 = 83,79\%$; $R^2_{pred} = 0,00\%$.

A Tabela 67 mostra a ANOVA para o teste do modelo linear no estudo da influência da concentração de Aerosil e vazão de alimentação na área superficial específica das partículas, indicando que as hipóteses de modelo linear para as variáveis Aerosil e vazão devem ser aceitas. O teste para a falta de ajuste indica que essa hipótese deve ser rejeitada, embora com valor limítrofe a 0,05, e que o modelo se ajusta aos dados no nível de significância de 5%.

Tabela 67 — Análise de variância com os efeitos significativos para área superficial específica (m^2/g)

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Regressão	2	0,029971	0,014985	10,63	0,006
Linear	2	0,029971	0,014985	10,63	0,006
Aerosil (%)	1	0,012923	0,012923	9,17	0,016
Vazão (%)	1	0,017048	0,017048	12,09	0,008
Erro Resíduo	8	0,011279	0,001410		
Falta de ajuste	6	0,011057	0,001843	16,60	0,058
Erro puro	2	0,000222	0,000111		
Total	10				

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

A Tabela 68 exhibe os coeficientes para a regressão obtida para a superfície de resposta da dependência da área superficial específica com a vazão de alimentação, em variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e, em nota, o valor de 72,66% para o coeficiente de determinação e o de 40,01% para o coeficiente de determinação preditivo.

Tabela 68 — Coeficientes da regressão estimados para área superficial específica (m^2/g) para os efeitos lineares do Aerosil e da vazão

Termo	Coeficiente	p
Constante	0,245273	0,000
Aerosil (%)	0,0401911	0,016
Vazão (%)	-0,0461630	0,008

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: $R^2 = 72,66\%$; $R^2_{pred} = 40,01\%$.

A expressão (41) mostra a equação para valores estimados da área superficial específica das partículas e, com ela, é possível calcular os valores previstos pelo modelo para cada uma das situações estudadas, em que A é a concentração de Aerosil e V , a vazão, em variáveis codificadas.

$$\hat{A}_{SE} = 0,245 + 0,040 A - 0,046 V \quad (41)$$

Finalmente, com as informações disponíveis é possível construir a Figura 41, dos valores previstos pelo modelo em função daqueles observados, e avaliar a distribuição dos resíduos no gráfico para, juntamente com os valores dos coeficientes de determinação, avaliar a qualidade do ajuste do modelo de regressão aos dados.

Figura 41 — Gráfico de paridade para o modelo da área superficial específica (m^2/g)

Fonte: O Autor, 2014.

Com base nas figuras e cálculos é possível considerar que o modelo para a área superficial específica da distribuição de partículas não é preditivo, pois as diferenças entre os valores estimados e os observados são grandes.

Entretanto, de forma semelhante ao que foi discutido para o *span*, os coeficientes da expressão matemática do modelo indicam que as contribuições, tanto do Aerosil, quanto da vazão de alimentação são da mesma ordem de grandeza, mostrando que ambas variáveis contribuem de modo expressivo para a área superficial específica. Todavia, de forma diferente do que ocorreu com o *span*, enquanto o aumento da concentração de Aerosil contribui para a produção de amostra com menor A_{SE} — resposta típica do efeito de redução do diâmetro na distribuição das partículas —, o aumento da vazão causa efeito contrário. A análise da Figura 39 permite observar que, para o ensaio 6, existe uma quantidade de partículas com diâmetros entre 1 μm e 10 μm , não observável nas outras situações e, para esse caso, a A_{SE} apresentou o maior valor dentre os observados. O segundo maior valor observado para a A_{SE} foi o do ensaio 2 e, nessas duas condições, os níveis para a concentração de Aerosil foram altos, e os da vazão, baixos. Por outro lado, o menor valor observado da A_{SE} foi no ensaio 8, em que a vazão foi a máxima; e o segundo menor valor foi no ensaio 5, em que a concentração de Aerosil foi nula, a mínima utilizada. Desse modo, mesmo ser ter qualidade de ajuste que permita ser considerado preditivo de valores, o modelo é útil para a estimativa de tendências.

6.3.4.3 Diâmetro de Sauter

A Tabela 69 apresenta os coeficientes da regressão obtida para a superfície de resposta da dependência da temperatura de saída do ar da câmara de secagem com a concentração de Aerosil e a vazão de alimentação, para o ajuste de todos os efeitos possíveis pelo modelo utilizado, ou seja, linear, quadrático e interações entre as variáveis. Adicionalmente, apresenta o valor p do teste estatístico para a hipótese nula de que os efeitos observados são devido ao acaso somente. A análise foi realizada com variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e o teste p mostrou que, entre os possíveis efeitos existentes, os lineares para as variáveis Aerosil e vazão se mostraram significativos para o nível de 5%.

Tabela 69 — Coeficientes da regressão estimados para o diâmetro de Sauter considerados todos os efeitos

Termo	Coeficiente	p
Constante	26,3507	0,000
Aerosil (%)	-3,5920	0,063
Vazão (%)	5,5615	0,014
Aerosil (%) × Aerosil (%)	-1,7835	0,365
Vazão (%) × Vazão (%)	1,3482	0,486
Aerosil (%) × Vazão (%)	-0,3585	0,873

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

$R^2 = 81,17\%$; $R^2_{pred} = 0,00\%$.

A Tabela 70 mostra a ANOVA para o teste do modelo linear no estudo da influência da concentração de Aerosil e a vazão de alimentação no diâmetro de Sauter — $D_{3,2}$ —, indicando que a hipótese de modelo linear e de vazão como único fator significativo devem ser aceitas. O teste para a falta de ajuste indica que essa hipótese deve ser rejeitada e que o modelo se ajusta aos dados no nível de significância de 5%.

Tabela 70 — Análise de variância com os efeitos significativos para o diâmetro de Sauter

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Regressão	1	247,45	247,45	9,52	0,013
Linear	1	247,45	247,45	9,52	0,013
Vazão (%)	1	247,45	247,45	9,52	0,013
Erro Resíduo	9	234,01	26,00		
Falta de ajuste	3	78,74	26,25	1,01	0,449
Erro puro	6	155,27	25,88		
Total	10				

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

A Tabela 71 exibe os coeficientes para a regressão obtida para a superfície de resposta da dependência do diâmetro de Sauter das partículas com a vazão de alimentação, em variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e, em nota, o valor de 51,39% para o coeficiente de determinação e o de 26,29% para o coeficiente de determinação preditivo.

Tabela 71 — Coeficientes da regressão estimados para o diâmetro de Sauter para o efeito linear da vazão

Termo	Coeficiente	p
Constante	26,0341	0,000
Vazão (%)	5,56154	0,013

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: $R^2 = 51,39\%$; $R^2_{pred} = 26,29\%$.

A expressão (42) mostra a equação para valores estimados do diâmetro de Sauter e, com ela, é possível calcular os valores previstos pelo modelo para cada uma das situações estudadas, em que V é a vazão, em variável codificada.

$$\hat{D}_{3,2} = 26,0 + 5,6 V \quad (42)$$

Finalmente, com as informações disponíveis é possível construir a Figura 42, dos valores previstos pelo modelo em função daqueles observados, e avaliar a distribuição dos resíduos no gráfico para, juntamente com os valores dos coeficientes de determinação, avaliar a qualidade do ajuste do modelo de regressão aos dados.

Figura 42 — Gráfico de paridade para o modelo do diâmetro de Sauter

Fonte: O Autor, 2014.

Com base nas figuras e cálculos é possível considerar que o modelo para o diâmetro de Sauter não é preditivo, pois as diferenças entre os valores estimados e os observados são grandes.

Nas condições estudadas, o modelo estima valores para o diâmetro de Sauter em função da vazão que variam de 18 μm a 34 μm . Esses valores, se comparados com os observados, apresentam diferenças da ordem de 15% a 20%, ilustrando o fato de o modelo não ser adequado para estimar valores, sendo, entretanto, útil para descrever o comportamento geral do fenômeno.

6.3.4.4 Percentil 10

A Tabela 72 mostra os coeficientes da regressão obtida para a superfície de resposta da dependência do percentil 10 — $d_{0,1}$ — dos diâmetros da distribuição de partículas com a concentração de Aerosil e vazão de alimentação, para o ajuste de todos os efeitos possíveis pelo modelo utilizado, ou seja, linear, quadrático e interações entre as variáveis. Adicionalmente, apresenta o valor p do teste estatístico para a hipótese nula de que os efeitos observados são devido ao acaso somente. A análise foi realizada com variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e o teste p mostrou que, dentre os possíveis efeitos existentes, somente o linear para a vazão se mostrou significativo para o nível de 5%.

Tabela 72 — Coeficientes da regressão estimados para o percentil 10 considerados todos os efeitos

Termo	Coeficiente	p
Constante	13,7970	0,000
Aerosil (%)	-0,8325	0,168
Vazão (%)	1,9589	0,013
Aerosil (%) $\times$ Aerosil (%)	-0,4881	0,463
Vazão (%) $\times$ Vazão (%)	0,4312	0,514
Aerosil (%) $\times$ Vazão (%)	0,7105	0,375

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

$R^2 = 79,64\%$; $R^2_{pred} = 0,00\%$.

A Tabela 73 apresenta a ANOVA para o teste do modelo linear no estudo da influência da concentração de Aerosil e a vazão de alimentação no valor do percentil 10, para o diâmetro da distribuição de partículas, indicando que as hipóteses de modelo linear e de vazão como único fator significativo devem ser aceitas. O teste para a falta de ajuste indica que essa

hipótese deve ser rejeitada e que o modelo se ajusta aos dados no nível de significância de 5%.

Tabela 73 — Análise de variância com os efeitos significativos para o percentil 10

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Regressão	1	30,697	30,697	12,79	0,006
Linear	1	30,697	30,697	12,79	0,006
Vazão (%)	1	30,697	30,697	12,79	0,006
Erro Resíduo	9	21,601	2,400		
Falta de ajuste	3	4,682	1,561	0,55	0,664
Erro puro	6	16,919	2,820		
Total	10				

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

A Tabela 74 exibe os coeficientes para a regressão obtida para a superfície de resposta da dependência do percentil 10 do diâmetro das partículas com a vazão de alimentação, em variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e, em nota, o valor de 58,70% para o coeficiente de determinação e o de 40,26% para o coeficiente de determinação preditivo.

Tabela 74 — Coeficientes da regressão estimados para o percentil 10 para o efeito linear da vazão

Termo	Coeficiente	p
Constante	13,7556	0,000
Vazão (%)	1,95886	0,006

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: $R^2 = 58,70\%$; $R^2_{pred} = 40,26\%$.

A expressão (43) mostra a equação para valores estimados do percentil 10 do diâmetro das partículas e, com ela, é possível calcular os valores previstos pelo modelo para cada uma das situações estudadas, em que V é a vazão, em variável codificada.

$$\hat{d}_{0,1} = 13,8 + 2,0 V \quad (43)$$

Finalmente, com as informações disponíveis é possível construir a Figura 43, dos valores previstos pelo modelo em função daqueles observados, e avaliar a distribuição dos resíduos

no gráfico para, juntamente com os valores dos coeficientes de determinação, avaliar a qualidade do ajuste do modelo de regressão aos dados.

Figura 43 — Gráfico de paridade para o modelo do percentil 10

Fonte: O Autor, 2014.

Com base nas figuras e cálculos é possível considerar que o modelo para o percentil 10 não é preditivo, pois as diferenças entre os valores estimados e os observados são grandes.

Nas condições do estudo, o modelo estima valores para o percentil 10, em função da vazão, que variam da ordem de 11 μm a 17 μm. Embora o modelo não seja adequado para o cálculo de valores, suas estimativas para a faixa de variação do percentil 10 são bastante próximas daquelas observadas nos ensaios, bem proveitosas na descrição do comportamento geral do fenômeno.

6.3.4.5 Percentil 50 – mediana da distribuição

A Tabela 63 apresenta os coeficientes da regressão obtida para a superfície de resposta da dependência do percentil 50 — $d_{0,5}$ — para a distribuição de diâmetros das partículas com a concentração de Aerosil e a vazão de alimentação, para o ajuste de todos os efeitos possíveis pelo modelo utilizado, ou seja, linear, quadrático e interações entre as variáveis. Adicionalmente, apresenta o valor p do teste estatístico para a hipótese nula de que os efeitos observados são devidos ao acaso somente. A análise foi realizada com variáveis codificadas

de $-\alpha$ a $+\alpha$ e o teste p mostrou que, dentre os possíveis efeitos existentes, somente o efeito linear para a variável vazão se mostrou significativo para o nível de 5%.

Tabela 75 — Coeficientes da regressão estimados para o percentil 50 considerados todos os efeitos

Termo	Coeficiente	p
Constante	30,6383	0,001
Aerosil (%)	-3,5738	0,210
Vazão (%)	10,4014	0,009
Aerosil (%) × Aerosil (%)	-0,9840	0,753
Vazão (%) × Vazão (%)	3,9232	0,242
Aerosil (%) × Vazão (%)	-0,3323	0,928

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

$R^2 = 81,46\%$; $R^2_{pred} = 0,00\%$.

A Tabela 76 apresenta a ANOVA para o teste do modelo linear para o estudo da influência da concentração de Aerosil e vazão de alimentação no valor do percentil 50 para o diâmetro da distribuição de partículas, indicando que as hipóteses de modelo linear e de vazão como único fator significativo devem ser aceitas. O teste para a falta de ajuste indica que essa hipótese deve ser rejeitada e que o modelo se ajusta aos dados no nível de significância de 5%.

Tabela 76 — Análise de variância com os efeitos significativos para o percentil 50

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Regressão	1	865,5	865,51	16,77	0,003
Linear	1	865,5	865,51	16,77	0,003
Vazão (%)	1	865,5	865,51	16,77	0,003
Erro Resíduo	9	464,4	51,60		
Falta de ajuste	3	297,5	99,16	3,56	0,087
Erro puro	6	166,9	27,82		
Total	10				

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

A Tabela 77 exibe os coeficientes para a regressão obtida para a superfície de resposta da dependência do percentil 50 do diâmetro das partículas com a vazão de alimentação, em variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e, em nota, o valor de 65,08% para o coeficiente de determinação e o de 37,89% para o coeficiente de determinação preditivo.

Tabela 77 — Coeficientes da regressão estimados para o percentil 50 para o efeito linear da vazão

Termo	Coeficiente	p
Constante	32,7759	0,000
Vazão (%)	10,4014	0,003

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: $R^2 = 65,08\%$; $R^2_{pred} = 37,89\%$.

A expressão (44) mostra a equação para valores estimados do percentil 50 do diâmetro das partículas e, com ela, é possível calcular os valores previstos pelo modelo para cada uma das situações estudadas, em que V é a vazão, em variável codificada.

$$\hat{d}_{0,5} = 32,8 + 10,4 V \quad (44)$$

Finalmente, com as informações disponíveis é possível construir a Figura 44, dos valores previstos pelo modelo em função daqueles observados, e avaliar a distribuição dos resíduos no gráfico para, juntamente com os valores dos coeficientes de determinação, avaliar a qualidade do ajuste do modelo de regressão aos dados.

Figura 44 — Gráfico de paridade para o modelo do percentil 50

Fonte: O Autor, 2014.

Com base nas figuras e cálculos é possível considerar que o modelo para percentil 50 não é preditivo, pois as diferenças entre os valores estimados e os observados são grandes.

Nas condições do estudo, o modelo estima valores para o percentil 50 em função da vazão que variam da ordem de 18 μm a 48 μm . Se comparados com os observados, é possível verificar melhor aproximação com valores estimados para valores de vazão mais baixos, contudo sua utilidade reside no fato de descrever a tendência geral do fenômeno.

6.3.4.6 Percentil 90

A Tabela 78 mostra os coeficientes da regressão obtida para a superfície de resposta da dependência do percentil 90 — $d_{0,9}$ — da distribuição de diâmetros de partículas com a concentração de Aerosil e a vazão de alimentação, para o ajuste de todos os efeitos possíveis pelo modelo utilizado, ou seja, linear, quadrático e interações entre as variáveis. Adicionalmente, apresenta o valor p do teste estatístico para a hipótese nula de que os efeitos observados são devidos ao acaso somente. A análise foi realizada com variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e o teste p mostrou que, dentre os possíveis efeitos existentes, os lineares para as variáveis Aerosil e vazão se mostraram significativos para o nível de 5%.

Tabela 78 — Coeficientes da regressão estimados para o percentil 90 considerados todos os efeitos

Termo	Coeficiente	p
Constante	96,182	0,002
Aerosil (%)	-26,355	0,041
Vazão (%)	44,154	0,006
Aerosil (%) × Aerosil (%)	-2,347	0,845
Vazão (%) × Vazão (%)	4,951	0,683
Aerosil (%) × Vazão (%)	-8,132	0,576

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

$R^2 = 85,43\%$; $R^2_{pred} = 3,92\%$.

A Tabela 79 apresenta a ANOVA para o teste do modelo linear no estudo da influência da concentração de Aerosil e vazão de alimentação no valor do percentil 90 para o diâmetro da distribuição de partículas, indicando que as hipóteses de modelo linear para as variáveis Aerosil e vazão devem ser aceitas. O teste para a falta de ajuste indica que essa hipótese deve ser rejeitada e que o modelo se ajusta aos dados no nível de significância de 5%.

Tabela 79 — Análise de variância com os efeitos significativos para o percentil 90

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Regressão	2	21153,2	10576,6	20,22	0,001
Linear	2	21153,2	10576,6	20,22	0,001
Aerosil (%)	1	5556,5	5556,5	10,62	0,012
Vazão (%)	1	15596,7	15596,7	29,82	0,001
Erro Resíduo	8	4184,7	523,1		
Falta de ajuste	6	3791,2	631,9	3,21	0,256
Erro puro	2	393,4	196,7		
Total	10				

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

A Tabela 80 exibe os coeficientes para a regressão obtida para a superfície de resposta da dependência do percentil 90 do diâmetro das partículas com a vazão de alimentação, em variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e, em nota, o valor de 83,48% para o coeficiente de determinação e o de 63,72% para o coeficiente de determinação preditivo.

Tabela 80 — Coeficientes da regressão estimados para o percentil 90 para os efeitos lineares do Aerosil e da vazão

Termo	Coeficiente	p
Constante	98,0749	0,000
Aerosil (%)	-26,3546	0,012
Vazão (%)	44,1541	0,001

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: $R^2 = 83,48\%$; $R^2_{pred} = 63,72\%$.

A expressão (45) mostra a equação para valores estimados do percentil 90 do diâmetro das partículas e, com ela, é possível calcular os valores previstos pelo modelo para cada uma das situações estudadas, em que A é a concentração de Aerosil e V , a vazão, em variáveis codificadas.

$$\hat{d}_{0,9} = 98,1 - 26,4 A + 44,2 V \quad (45)$$

Finalmente, com as informações disponíveis é possível construir a Figura 45, dos valores previstos pelo modelo em função daqueles observados, e avaliar a distribuição dos resíduos

no gráfico para, juntamente com os valores dos coeficientes de determinação, avaliar a qualidade do ajuste do modelo de regressão aos dados.

Figura 45 — Gráfico de paridade para o modelo do percentil 90

Fonte: O Autor, 2014.

Com base nas figuras e cálculos é possível considerar que o modelo para o percentil 90 da distribuição de diâmetros não é preditivo, pois as diferenças entre os valores estimados e os observados são grandes. Contudo, se comparado com os modelos para os diâmetros de Sauter, percentil 10 e dos referentes ao percentil 50, é o que tem o valor mais elevado para o coeficiente de determinação preditivo, mesmo que seu valor não seja adequado para calcular valores. Outro fato que se destacada nesse modelo é a presença da variável concentração de Aerosil que, nos níveis estudados, somente se mostrou significativa na influência dos diâmetros do percentil 90. Esse fato já foi observado e discutido em seção anterior deste trabalho, que trata da influência de aditivos de secagem no processo. A ação do Aerosil colaborou na redução do tamanho das partículas maiores, como pode ser visto na Figura 39.

Nas condições do estudo o modelo estima valores para o diâmetro do percentil 90 em função da vazão que variam de 6 µm a 186 µm, faixa atípica se comparada com as faixas estimadas para o comportamento dos outros diâmetros característicos da distribuição. O efeito antagonista da concentração de Aerosil em relação ao da vazão de alimentação, observado de forma qualitativa na Figura 39, é confirmado pelos coeficientes do modelo que, mesmo não sendo adequado para estimar valores, exibe o comportamento do fenômeno.

6.3.5 ANÁLISE DA COR DO PRODUTO

A cor é importante fator de identidade e, portanto, da qualidade do produto. Neste estudo, foram analisadas a diferença de cor com o padrão (ΔE^*) e a diferença de cor no eixo amarelo-azul (Δb^*). O segundo parâmetro, mesmo fazendo parte do cálculo do primeiro, foi medido com o objetivo de fornecer informação quantitativa auxiliar, uma vez que a cor amarela predominou nos produtos obtidos. Contudo, mesmo que Δb^* contribua no sentido da quantificação da intensidade do componente de cor amarela do produto, o parâmetro decisivo para a diferença de cor com o padrão adotado é o ΔE^* .

A Tabela 81 exibe os valores médios obtidos nas observações de cor juntamente com as respectivas condições experimentais. A Figura 46 mostra fotografias dos produtos de acordo com a respectiva organização estrutural das variáveis no delineamento experimental e permite a análise qualitativa dos resultados.

Tabela 81 — Valores para a diferença de cor, ΔE^* , e diferença de cor no eixo amarelo-azul, Δb^* , em relação ao padrão adotado

Ensaio	Aerosil (%)	Vazão (%)	ΔE^*	Δb^*
1	0,44	28,8	31,1	16,2
2	2,56	28,8	12,5	8,3
3	0,44	71,2	3,1	0,4
4	2,56	71,2	4,3	-1,9
5	0,00	50,0	13,6	9,7
6	3,00	50,0	1,8	-0,8
7	1,50	20,0	34,2	16,4
8	1,50	80,0	6,2	2,6
9	1,50	50,0	14,3	11,2
10	1,50	50,0	12,2	9,7
11	1,50	50,0	9,9	7,7

Fonte: O Autor, 2014.

A análise da Figura 46 permite verificar que os níveis utilizados para as variáveis afetaram a cor do produto, uma vez que as cores são diferentes para cada condição estudada. As condições de contraste, — baixo e alto —, do delineamento fatorial estão representadas

nos vértices do quadrado imaginário inscrito na circunferência indicada por linha tracejada, vide Figura 46.

Figura 46 — Aspecto dos produtos obtidos nas diferentes condições do estudo

Fonte: O Autor, 2014.

As condições extremas dos pontos axiais — mínima e máxima — estão representadas paralelas aos eixos das abscissas e ordenadas e a fotografia do produto obtido nas condições do ponto central está colocada no centro do conjunto. As indicações das variáveis codificadas estão colocadas próximas das respectivas fotografias, exceto a do ponto central — 0,0 —, que foi omitida por razões estéticas.

A observação do conjunto de fotografias da Figura 46 permite classificar, grosso modo, as cores em três grupos: escuras, na condição em que o nível de vazão é mínimo e o de Aerosil é nulo, e na condição em que o nível de vazão é baixo e o de Aerosil é médio; esbranquiçada ou leitosa, para a condição em que o nível para a concentração de Aerosil é máximo e o da vazão médio; e diversas tonalidades de amarelo, referentes às condições restantes.

A análise do projeto fatorial mostra que a condição de Aerosil, em concentração baixa com vazão em nível baixo, produziu amostra escura, enquanto que a elevação da concentração de Aerosil para o nível alto já produziu amostra com tonalidade amarela; por outro lado, o aumento do nível da vazão para alto, mantido o Aerosil em nível baixo, produziu amostra com tonalidade amarela clara, sugerindo que, nas condições estudadas, tanto a presença de Aerosil quanto a vazão são importantes para determinar a cor do produto e que as alterações de vazão afetam mais a cor do que a presença de Aerosil. Essa observação pode ser reforçada ao se observar as amostras obtidas para o nível de vazão alto com a alteração da concentração de Aerosil de seu nível baixo para alto, para as quais a cor não foi muito afetada, o que pode ser verificado com auxílio da Tabela 81.

O eixo vertical no esquema da Figura 46 mostra, respectivamente, os resultados do ensaio 7, a média do ponto central e o do 8, relativos à variação do nível de vazão das condições mínima, média e máxima em função da concentração média de Aerosil. Na região inferior do eixo, encontra-se a outra amostra escura, das duas obtidas no estudo, relativa à condição de vazão mínima empregada. A alteração da condição da vazão para o nível médio ou máximo já produz amostras com tonalidades amarelas claras, mas a passagem do nível de vazão do médio para o máximo não produz diferença tão intensa na cor, como sua passagem do nível mínimo para o médio. Portanto, a vazão tem, mais uma vez, sua importância destacada para o resultado da cor do produto uma vez que seu aumento determina a redução da temperatura do ar de saída da câmara de secagem e os produtos escuros sugerem ter havido a caramelização do produto por causa de efeito térmico excessivo para o resultado desejado.

Por fim, o eixo horizontal no esquema da Figura 46 mostra, respectivamente, os resultados do ensaio 5, a média do ponto central e o do 6, relativos à variação de Aerosil nos níveis de concentração mínima, média e máxima em função do nível médio para a vazão de

alimentação. O nível médio na vazão de alimentação garante cor amarelada ao produto, cujo aspecto, sem Aerosil, é indicado na posição esquerda no eixo. Como a cor natural do Aerosil é branca, o que se observa, à medida que sua concentração aumenta, é efeito de mistura de cores. Como resultado, isso produz um esmaecimento da tonalidade amarela no sentido de uma coloração esbranquiçada, leitosa, mais próxima da cor do iogurte natural.

6.3.5.1 Diferença de cor com o padrão

A Tabela 82 exibe os coeficientes da regressão obtida para a superfície de resposta da dependência da diferença de cor — ΔE^* — com a concentração de Aerosil e vazão de alimentação, para o ajuste de todos os efeitos possíveis pelo modelo utilizado, ou seja, linear, quadrático e interações entre as variáveis. Adicionalmente, apresenta o valor p do teste estatístico para a hipótese nula de que os efeitos observados são devidos ao acaso somente. A análise foi realizada com variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e o teste p mostrou que todos os efeitos se mostraram significativos para o nível de 5%. Além disso, em nota, o valor de 98,74% para o coeficiente de determinação e o de 95,22% para o coeficiente de determinação preditivo.

Tabela 82 — Coeficientes da regressão estimados para a diferença de cor considerados todos os efeitos

Termo	Coeficiente	p
Constante	12,1551	0,000
Aerosil (%)	-4,26167	0,001
Vazão (%)	-9,48217	0,000
Aerosil (%) × Aerosil (%)	-2,52279	0,016
Vazão (%) × Vazão (%)	3,70570	0,003
Aerosil (%) × Vazão (%)	4,94022	0,002

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

$R^2 = 98,74\%$; $R^2_{pred} = 95,22\%$.

A Tabela 83 apresenta a ANOVA para o teste dos modelos linear, quadrático e para a presença de interações entre as variáveis para o estudo da influência da concentração de Aerosil e vazão de alimentação no valor da diferença de cor — ΔE^* —, indicando que as hipóteses tanto de modelo linear, quanto quadrático e de interações devem ser aceitas. O teste para a falta de

ajuste indica que essa hipótese deve ser rejeitada e o valor próximo de 1 para o valor p sugere que, além de o modelo estar ajustado aos dados no nível de significância de 5%, a qualidade desse ajuste é boa.

Tabela 83 — Análise de variância com os efeitos significativos para a diferença de cor

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Regressão	5	1120,44	224,088	78,49	0,000
Linear	2	864,59	432,294	151,41	0,000
Aerosil (%)	1	145,29	145,295	50,89	0,001
Vazão (%)	1	719,29	719,293	251,93	0,000
Quadrático	2	158,23	79,115	27,71	0,002
Aerosil (%) × Aerosil (%)	1	35,94	35,940	12,59	0,016
Vazão (%) × Vazão (%)	1	77,55	77,547	27,16	0,003
Interação	1	97,62	97,623	34,19	0,002
Aerosil (%) × Vazão (%)	1	97,62	97,623	34,19	0,002
Resíduo	5	14,28	2,855		
Falta de ajuste	3	4,55	1,518	0,31	0,820
Erro puro	2	9,72	4,862		
Total	10				

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

A expressão (46) mostra a equação para valores estimados da diferença de cor absoluta com o padrão e, com ela, é possível calcular os valores previstos pelo modelo para cada uma das situações estudadas, em que A é a concentração de Aerosil e V , a vazão, em variáveis codificadas.

$$\Delta \hat{E}^* = 12,2 - 4,3 A - 9,5 V - 2,5 A^2 + 3,7 V^2 + 4,9 A V \quad (46)$$

Finalmente, com as informações disponíveis é possível construir a Figura 47, dos valores previstos pelo modelo em função daqueles observados, e avaliar a distribuição dos resíduos no gráfico para, juntamente com os valores dos coeficientes de determinação, avaliar a qualidade do ajuste do modelo de regressão aos dados.

Figura 47 — Gráfico de paridade para o modelo da diferença de cor

Fonte: O Autor, 2014.

Com base nas figuras e cálculos é possível considerar que o modelo para a diferença de cor — ΔE^* — é preditivo, pois as diferenças entre os valores estimados e os observados são pequenas e os valores não apresentam tendência em sua distribuição.

Em função dos resultados dos valores “p” para a regressão ($p < 0,05$) e para a falta de ajuste ($p > 0,05$), juntamente com o valor do coeficiente de determinação ($R^2 = 0,987$) é válida a construção de superfície de resposta para ilustrar o comportamento da diferença de cor em função da concentração de Aerosil e vazão de alimentação nas faixas de seus respectivos valores consideradas neste estudo, conforme mostra a Figura 48, em perspectiva tridimensional, e a Figura 49, por meio de curvas de nível.

Figura 48 — Superfície de resposta para os efeitos do Aerosil e da vazão de alimentação, para as condições estudadas, na diferença de cor em relação ao padrão adotado

Fonte: Minitab, 2014

Figura 49 — Curvas de nível para a superfície de resposta para os efeitos do Aerosil e da vazão de alimentação, para as condições estudadas, na diferença de cor em relação ao padrão adotado

Fonte: Minitab, 2014.

Na região do estudo, é possível identificar dois mínimos locais para o valor da diferença de cor, de forma que aquele com o menor valor passa a ser denominado de mínimo global. A região do mínimo global é mais bem identificada no gráfico de curvas de nível e se localiza no lugar em que a concentração de Aerosil é a mínima utilizada, ou seja, nula, e a vazão

empregada, a máxima. O mínimo local fica situado na condição de máxima concentração de Aerosil e em posição intermediária, para valor da vazão igual a 0,34 em variáveis codificadas, obtida pela derivada da função ΔE^* em relação à vazão, calculada para a condição de concentração máxima de Aerosil, também em variáveis codificadas.

6.3.5.2 Diferença de cor no eixo amarelo-azul com o padrão

A Tabela 84 apresenta os coeficientes da regressão obtida para a superfície de resposta da dependência da diferença de cor no eixo amarelo-azul — Δb^* — com a concentração de Aerosil e vazão de alimentação, para o ajuste de todos os efeitos possíveis pelo modelo utilizado, ou seja, linear, quadrático e interações entre as variáveis. Adicionalmente, apresenta o valor p do teste estatístico para a hipótese nula de que os efeitos observados são devidos ao acaso somente. A análise foi realizada com variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e o teste p mostrou que, dentre os possíveis efeitos existentes, os lineares para as variáveis Aerosil e vazão, mais o efeito quadrático para a variável Aerosil, se mostraram significativos para o nível de 5%.

Tabela 84 — Coeficientes da regressão estimados para a diferença de cor no eixo amarelo-azul em relação ao padrão adotado considerados todos os efeitos

Termo	Coeficiente	p
Constante	9,5483	0,000
Aerosil (%)	-3,1422	0,005
Vazão (%)	-5,6830	0,000
Aerosil (%) × Aerosil (%)	-2,8604	0,015
Vazão (%) × Vazão (%)	-0,3385	0,686
Aerosil (%) × Vazão (%)	1,3819	0,201

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

$R^2 = 95,70\%$; $R^2_{pred} = 76,74\%$.

A Tabela 85 exibe a ANOVA para o teste dos modelos linear e quadrático para o estudo da influência da concentração de Aerosil e vazão de alimentação no valor da diferença de cor no eixo amarelo-azul, indicando que as hipóteses de modelo linear para as variáveis Aerosil e vazão e de modelo quadrático para a influência do Aerosil devem ser aceitas. O teste para a

falta de ajuste indica que essa hipótese deve ser rejeitada e que o modelo se ajusta aos dados no nível de significância de 5%.

Tabela 85 — Análise de variância com os efeitos significativos para a diferença de cor no eixo amarelo-azul em relação ao padrão adotado

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Regressão	3	384,476	128,159	34,59	0,000
Linear	2	337,357	168,678	45,52	0,000
Aerosil (%)	1	78,987	78,987	21,32	0,002
Vazão (%)	1	258,370	258,370	69,73	0,000
Quadrático	1	47,119	47,119	12,72	0,009
Aerosil (%) × Aerosil (%)	1	47,119	47,119	12,72	0,009
Erro Resíduo	7	25,937	3,705		
Falta de ajuste	5	19,752	3,950	1,28	0,494
Erro puro	2	6,185	3,092		
Total	10				

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

A Tabela 74 exibe os coeficientes para a regressão obtida para a superfície de resposta da dependência da diferença de cor no eixo amarelo-azul com a vazão de alimentação, em variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e, em nota, o valor de 93,68% para o coeficiente de determinação e o de 84,43% para o coeficiente de determinação preditivo.

Tabela 86 — Coeficientes da regressão estimados para a diferença de cor no eixo amarelo-azul em relação ao padrão adotado para os efeitos lineares do Aerosil e da vazão e para o efeito quadrático do Aerosil

Termo	Coeficiente	p
Constante	9,22971	0,000
Aerosil (%)	-3,14219	0,002
Vazão (%)	-5,68297	0,000
Aerosil (%) × Aerosil (%)	-2,76085	0,009

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: $R^2 = 93,68\%$; $R^2_{pred} = 84,43\%$.

A expressão (47) mostra a equação para valores estimados da diferença de cor no eixo amarelo-azul em relação ao padrão adotado e, com ela, é possível calcular os valores previstos

pelo modelo para cada uma das situações estudadas, em que A é a concentração de Aerosil e V , a vazão, em variáveis codificadas.

$$\Delta \hat{b}^* = 9,2 - 3,1 A - 5,7 V - 2,8 A^2 \quad (47)$$

Finalmente, com as informações disponíveis é possível construir a Figura 50, dos valores previstos pelo modelo em função daqueles observados, e avaliar a distribuição dos resíduos no gráfico para, juntamente com os valores dos coeficientes de determinação, avaliar a qualidade do ajuste do modelo de regressão aos dados.

Figura 50 — Gráfico de paridade para o modelo da diferença de cor no eixo amarelo-azul

Fonte: O Autor, 2014.

Com base nas figuras e cálculos é possível considerar que o modelo para a diferença de cor no eixo amarelo-azul — Δb^* — não é preditivo, pois as diferenças entre os valores estimados e os observados são grandes, contudo o modelo representa bem o comportamento do fenômeno, mostrando que a adição de Aerosil, representada por termos linear e quadrático de mesma ordem de grandeza, teve contribuição relevante no valor final do parâmetro.

Em função dos resultados dos valores “p” para a regressão ($p < 0,05$) e para a falta de ajuste ($p > 0,05$), juntamente com o valor do coeficiente de determinação ($R^2 = 0,937$) é válida a

construção de superfície de resposta para ilustrar o comportamento da diferença de cor no eixo amarelo-azul em função da concentração de Aerosil e vazão de alimentação nas faixas de seus respectivos valores consideradas neste estudo, conforme mostra a Figura 51, em perspectiva tridimensional, e a Figura 52, por meio de curvas de nível.

Figura 51 — Superfície de resposta para os efeitos do Aerosil e da vazão de alimentação, para as condições estudadas, na diferença de cor no eixo amarelo-azul em relação ao padrão adotado

Fonte: Minitab, 2014.

Figura 52 — Curvas de nível para a superfície de resposta para os efeitos do Aerosil e da vazão de alimentação, para as condições estudadas, na diferença de cor no eixo amarelo-azul em relação ao padrão adotado

Fonte: Minitab, 2014.

Na região do estudo é possível identificar o mínimo global, que fica situado nas condições máximas para a concentração de Aerosil e vazão, correspondente à condição (+1,41; +1,41) em variáveis codificadas. Com auxílio da Figura 46 é possível verificar que essa condição corresponderia a uma quarta fotografia na diagonal central, da esquerda para a direita e de cima para baixo, uma vez que essa condição não constou do delineamento.

6.3.6 ANÁLISE DO DESEMPENHO DO PROCESSO DE SECAGEM

Para caracterizar o desempenho do processo de secagem, foram analisadas, com base na massa de material seco, as quantidades de produto recuperado, material retido na câmara de secagem e perda no equipamento.

Os valores para esses parâmetros se encontram na Tabela 87, reunidos com as respectivas condições empregadas no estudo para suas determinações.

Tabela 87 — Valores da recuperação de produto na secagem, retenção na câmara e perda no equipamento em porcentagens de material seco (MS) para as condições do estudo

Ensaio	Aerosil (%)	Vazão (%)	Recuperação de produto (%MS)	Retenção na câmara (%MS)	Perda no equipamento (%MS)
1	0,44	28,8	42,5	28,2	29,3
2	2,56	28,8	77,1	9,5	13,3
3	0,44	71,2	20,7	47,8	31,5
4	2,56	71,2	54,0	34,5	11,6
5 ⁽¹⁾	0,00	50,0	34,2	36,1	29,6
6	3,00	50,0	71,6	18,9	9,5
7	1,50	20,0	46,3	22,3	31,4
8	1,50	80,0	26,8	48,6	24,6
9	1,50	50,0	45,9	31,3	22,8
10	1,50	50,0	46,8	27,4	25,8
11	1,50	50,0	42,8	35,5	21,7

Fonte: O Autor, 2014.

⁽¹⁾ Ver que o ensaio 5 é comparável ao também ensaio 5 da Tabela 34 (p. 135) no estudo da influência das principais variáveis de processo, realizado em 2012, para o qual a quantidade de material retido na parede é 34,8%, e que a redução da quantidade de material depositado na parede pode ser atribuída diretamente ao efeito da adição de Aerosil (ensaio 6).

6.3.6.1 Recuperação de produto

A Tabela 88 mostra os coeficientes da regressão obtida para a superfície de resposta da dependência da recuperação de produto na secagem — $\hat{I}_{MS}$ — com a concentração de Aerosil e vazão de alimentação, para o ajuste de todos os efeitos possíveis pelo modelo utilizado, ou seja, linear, quadrático e interações entre as variáveis. Adicionalmente, apresenta o valor p do teste estatístico para a hipótese nula de que os efeitos observados são devidos ao acaso somente. A análise foi realizada com variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e o teste p mostrou que, dentre os possíveis efeitos existentes, os lineares para as variáveis Aerosil e vazão, mais o efeito quadrático para a variável Aerosil, se mostraram significativos para o nível de 5%.

Tabela 88 — Coeficientes da regressão estimados para a recuperação de produto na secagem considerados todos os efeitos

Termo	Coeficiente	p
Constante	45,1779	0,000
Aerosil (%)	14,9371	0,000
Vazão (%)	-8,9017	0,002
Aerosil (%) × Aerosil (%)	4,7472	0,045
Vazão (%) × Vazão (%)	-3,4188	0,113
Aerosil (%) × Vazão (%)	-0,0433	0,985

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

$R^2 = 96,77\%$; $R^2_{pred} = 78,53\%$.

A Tabela 89 apresenta a ANOVA para o teste dos modelos linear e quadrático no estudo da influência da concentração de Aerosil e vazão de alimentação na recuperação de produto no processo de secagem, indicando que as hipóteses de modelo linear para as variáveis Aerosil e vazão e de modelo quadrático para a influência do Aerosil devem ser aceitas. O teste para a falta de ajuste indica que essa hipótese deve ser rejeitada e que o modelo se ajusta aos dados no nível de significância de 5%.

Tabela 89 — Análise de variância com os efeitos significativos para a recuperação de produto na secagem

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Regressão	3	2623,44	874,48	39,28	0,000
Linear	2	2418,86	1209,43	54,32	0,000
Aerosil (%)	1	1784,93	1784,93	80,17	0,000
Vazão (%)	1	633,93	633,93	28,47	0,001
Quadrático	1	204,58	204,58	9,19	0,019
Aerosil (%) × Aerosil (%)	1	204,58	204,58	9,19	0,019
Erro Resíduo	7	155,85	22,26		
Falta de ajuste	5	147,19	29,44	6,81	0,133
Erro puro	2	8,65	4,33		
Total	10				

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

A Tabela 90 exibe os coeficientes para a regressão obtida para a superfície de resposta da dependência da recuperação de produto na secagem com a vazão de alimentação, em variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e, em nota, o valor de 94,39% para o coeficiente de determinação e o de 84,38% para o coeficiente de determinação preditivo.

Tabela 90 — Coeficientes da regressão estimados para a recuperação de produto na secagem para os efeitos lineares do Aerosil e da vazão e o efeito quadrático do Aerosil

Termo	Coeficiente	p
Constante	41,9602	0,000
Aerosil (%)	14,9371	0,000
Vazão (%)	-8,90173	0,001
Aerosil (%) × Aerosil (%)	5,75274	0,019

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: $R^2 = 94,39\%$; $R^2_{pred} = 84,38\%$.

A expressão (48) mostra a equação para valores estimados da recuperação de produto na secagem e, com ela, é possível calcular os valores previstos pelo modelo para cada uma das situações estudadas, em que A é a concentração de Aerosil e V , a vazão, em variáveis codificadas.

$$\hat{I}_{MS} = 41,9 + 14,9 A - 8,9 V + 5,8 A^2 \quad (48)$$

Finalmente, com as informações disponíveis é possível construir a Figura 53, dos valores previstos pelo modelo em função daqueles observados, e avaliar a distribuição dos resíduos no gráfico para, juntamente com os valores dos coeficientes de determinação, avaliar a qualidade do ajuste do modelo de regressão aos dados.

Figura 53 — Gráfico de paridade para o modelo de recuperação de produto na secagem

Fonte: O Autor, 2014.

Com base nas figuras e cálculos é possível considerar que o modelo para a recuperação de produto no processo de secagem — $\hat{I}_{MS}$ — não é preditivo, pois as diferenças entre os valores estimados e os observados são grandes. No entanto, das onze medidas, oito apresentam desvios inferiores a 5% entre os valores estimados e os observados, o que pode ser considerado bem representativo do fenômeno. A adição de Aerosil, representada por termos linear e quadrático positivos, foi importante para o aumento da recuperação do iogurte, enquanto o coeficiente negativo para a vazão indica que somente para valores negativos em variáveis codificadas ela foi benéfica para a maior recuperação de produto.

Em função dos resultados dos valores “p” para a regressão ($p < 0,05$) e para a falta de ajuste ($p > 0,05$), juntamente com o valor do coeficiente de determinação ($R^2 = 0,944$) é válida a

construção de superfície de resposta para ilustrar o comportamento da recuperação de produto em função da concentração de Aerosil e vazão de alimentação nas faixas de seus respectivos valores consideradas neste estudo, conforme mostra a Figura 54, em perspectiva tridimensional, e a Figura 55, por meio de curvas de nível.

Figura 54 — Superfície de resposta para os efeitos do Aerosil e da vazão de alimentação para a recuperação de produto na secagem

Fonte: Minitab, 2014.

Figura 55 — Curvas de nível para a superfície de resposta para os efeitos do Aerosil e da vazão de alimentação, para a recuperação de produto na secagem

Fonte: Minitab, 2014.

Na região do estudo é possível identificar o máximo local, uma vez que o objetivo do processo é a recuperação da maior quantidade possível de material seco de produto em relação à quantidade de material levado a secar. Dessa forma, o ponto de máximo é bem definido e fica situado na condição máxima para a concentração de Aerosil e mínima para a vazão de alimentação, correspondente à condição (+1,41; -1,41) em variáveis codificadas.

6.3.6.2 Material retido na câmara de secagem

A Tabela 91 apresenta os coeficientes da regressão obtida para a superfície de resposta da dependência do teor porcentual de material retido na câmara de secagem — $\hat{R}_{MS}$ — com a concentração de Aerosil e vazão de alimentação, para o ajuste de todos os efeitos possíveis pelo modelo utilizado, ou seja, linear, quadrático e interações entre as variáveis. Adicionalmente, apresenta o valor p do teste estatístico para a hipótese nula de que os efeitos observados são devidos ao acaso somente. A análise foi realizada com variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e o teste p mostrou que, entre os possíveis efeitos existentes, os lineares para as variáveis Aerosil e vazão se mostraram significativos para o nível de 5%.

Tabela 91 — Coeficientes da regressão estimados para o material retido na câmara de secagem considerados todos os efeitos

Termo	Coeficiente	p
Constante	31,379	0,000
Aerosil (%)	-7,072	0,002
Vazão (%)	10,237	0,000
Aerosil (%) × Aerosil (%)	-2,310	0,149
Vazão (%) × Vazão (%)	1,649	0,278
Aerosil (%) × Vazão (%)	1,392	0,427

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

$R^2 = 96,18\%$; $R^2_{pred} = 84,58\%$.

A Tabela 92 mostra a ANOVA para o teste do modelo linear para o estudo da influência da concentração de Aerosil e vazão de alimentação na porcentagem de material seco retido na câmara de secagem, indicando que as hipóteses de modelo linear para as variáveis Aerosil e vazão devem ser aceitas. O teste para a falta de ajuste indica que essa hipótese deve ser rejeitada e que o modelo se ajusta aos dados no nível de significância de 5%.

Tabela 92 — Análise de variância com os efeitos significativos para o material retido na câmara de secagem

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Regressão	2	1238,43	619,21	40,15	0,000
Linear	2	1238,43	619,21	40,15	0,000
Aerosil (%)	1	400,12	400,12	25,95	0,001
Vazão (%)	1	838,30	838,30	54,36	0,000
Erro Resíduo	8	123,37	15,42		
Falta de ajuste	6	90,55	15,09	0,92	0,605
Erro puro	2	32,82	16,41		
Total	10				

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

A Tabela 93 exhibe os coeficientes para a regressão obtida para a superfície de resposta da dependência do percentual de material retido na câmara de secagem com a vazão de alimentação, em variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e, em nota, o valor de 90,94% para o coeficiente de determinação e o de 81,83% para o coeficiente de determinação preditivo.

Tabela 93 — Coeficientes da regressão estimados para o material retido na câmara de secagem para os efeitos lineares do Aerosil e da vazão

Termo	Coeficiente	p
Constante	30,8988	0,000
Aerosil (%)	-7,07217	0,001
Vazão (%)	10,2366	0,000

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: $R^2 = 90,94\%$; $R^2_{pred} = 81,83\%$.

A expressão (49) mostra a equação para valores estimados da porcentagem de material retido na câmara de secagem e, com ela, é possível calcular os valores previstos pelo modelo para cada uma das situações estudadas, em que V é a vazão, em variável codificada.

$$\hat{R}_{MS} = 30,9 - 7,1 A + 10,2 V \quad (49)$$

Finalmente, com as informações disponíveis é possível construir a Figura 56, dos valores previstos pelo modelo em função daqueles observados, e avaliar a distribuição dos resíduos

no gráfico para, juntamente com os valores dos coeficientes de determinação, avaliar a qualidade do ajuste do modelo de regressão aos dados.

Figura 56 — Gráfico de paridade para o modelo de retenção de material na câmara de secagem

Fonte: O Autor, 2014.

Com base nas figuras e cálculos é possível considerar que o modelo para a retenção de material na câmara de secagem — $\hat{R}_{MS}$ — não é preditivo, pois as diferenças entre os valores estimados e os observados são grandes. Embora, das onze medidas, dez apresentem desvios absolutos inferiores a 5% entre os valores estimados e os observados, o que traduz de forma adequada a tendência do fenômeno, isso não é suficiente para avaliações desse parâmetro pelo modelo. A variável Aerosil tem coeficiente negativo, o que indica que sua adição ao processo reduz a quantidade de material retido na parede, enquanto o coeficiente positivo para a variável vazão informa que seu aumento favorece a deposição de material na parede da câmara de secagem. Como o coeficiente para a vazão é maior do que o do Aerosil, em termos absolutos, a influência da vazão nesse parâmetro é mais relevante que a do Aerosil.

Em função dos resultados dos valores “p” para a regressão ($p < 0,05$) e para a falta de ajuste ($p > 0,05$), juntamente com o valor do coeficiente de determinação ($R^2 = 0,909$), é válida a construção de superfície de resposta para ilustrar o comportamento da retenção de material na câmara de secagem, em função da concentração de Aerosil e vazão de alimentação para as faixas de seus respectivos valores, consideradas neste estudo, conforme mostra a Figura 57, em perspectiva tridimensional, e a Figura 58, por meio de curvas de nível.

Figura 57 — Superfície de resposta para os efeitos do Aerosil e da vazão de alimentação para o material retido na câmara de secagem

Fonte: Minitab, 2014.

Figura 58 — Curvas de nível para a superfície de resposta para os efeitos do Aerosil e da vazão de alimentação, para o material retido na câmara de secagem

Fonte: Minitab, 2014.

Na região do estudo é possível identificar o mínimo local bem definido e situado na condição máxima na concentração de Aerosil e mínima na vazão de alimentação, correspondente à condição (+1,41; -1,41) em variáveis codificadas. Essa condição é idêntica à que permite a

recuperação máxima de produto, vide Figura 55, de forma que a redução da quantidade de material aderido na parede contribui para o aumento da recuperação de produto na secagem.

6.3.6.3 Perda de material no equipamento

A Tabela 94 exibe os coeficientes da regressão obtida para a superfície de resposta da dependência da perda de material no equipamento — $\hat{P}_{MS}$ — com a concentração de Aerosil e vazão de alimentação, para o ajuste de todos os efeitos possíveis pelo modelo utilizado, ou seja, linear, quadrático e interações entre as variáveis. Adicionalmente, apresenta o valor p do teste estatístico para a hipótese nula de que os efeitos observados são devidos ao acaso somente. A análise foi realizada com variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e o teste p mostrou que, entre os possíveis efeitos existentes, somente o linear para a variável Aerosil se mostrou significativo para o nível de 5%.

Tabela 94 — Coeficientes da regressão estimados para a perda de material no equipamento considerados todos os efeitos

Termo	Coeficiente	p
Constante	23,443	0,000
Aerosil (%)	-7,865	0,000
Vazão (%)	-1,335	0,191
Aerosil (%) × Aerosil (%)	-2,438	0,068
Vazão (%) × Vazão (%)	1,769	0,153
Aerosil (%) × Vazão (%)	-1,349	0,329

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

$R^2 = 94,97\%$; $R^2_{pred} = 71,45\%$.

A Tabela 95 mostra a ANOVA para o teste do modelo linear no estudo da influência da concentração de Aerosil e vazão de alimentação na porcentagem de material seco perdido no equipamento, indicando que a hipótese de modelo linear para a variável Aerosil deve ser aceita. O teste para a falta de ajuste indica que essa hipótese deve ser rejeitada e que o modelo se ajusta aos dados no nível de significância de 5%.

Tabela 95 — Análise de variância com os efeitos significativos para a perda de material no equipamento

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Regressão	1	494,86	494,86	35,78	0,000
Linear	1	494,86	494,86	35,78	0,000
Aerosil (%)	1	494,86	494,86	35,78	0,000
Erro Resíduo	9	124,48	13,83		
Falta de ajuste	3	59,62	19,87	1,84	0,241
Erro puro	6	64,86	10,81		
Total	10				

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: Os efeitos significativos estão destacados em negrito.

A Tabela 96 exibe os coeficientes para a regressão obtida para a superfície de resposta da dependência da perda de material no equipamento com a vazão de alimentação, em variáveis codificadas de $-\alpha$ a $+\alpha$ e, em nota, o valor de 79,90% para o coeficiente de determinação e o de 70,17% para o coeficiente de determinação preditivo.

Tabela 96 — Coeficientes da regressão estimados para a perda de material no equipamento para o efeito linear do Aerosil

Termo	Coeficiente	p
Constante	22,9572	0,000
Aerosil (%)	-7,86492	0,000

Fonte: Minitab, 2014.

Nota: $R^2 = 79,90\%$; $R^2_{pred} = 70,17\%$.

A expressão (50) mostra a equação para valores estimados da perda de material no equipamento e, com ela, é possível calcular os valores previstos pelo modelo para cada uma das situações estudadas, em que A é a concentração de Aerosil, em variável codificada.

$$\hat{P}_{MS} = 23,0 - 7,9 A \quad (50)$$

Finalmente, com as informações disponíveis é possível construir a Figura 59, dos valores previstos pelo modelo em função daqueles observados, e avaliar a distribuição dos resíduos no gráfico para, juntamente com os valores dos coeficientes de determinação, avaliar a qualidade do ajuste do modelo de regressão aos dados.

Figura 59 — Gráfico de paridade para o modelo da perda de material no equipamento

Fonte: O Autor, 2014.

Com base nas figuras e cálculos é possível considerar que o modelo para a perda de material no equipamento não é preditivo, pois as diferenças entre os valores estimados e os observados são grandes. Assim, a utilidade desse modelo é indicar a tendência do fenômeno, pois a adição do Aerosil colaborou na redução da perda de material no equipamento.

6.3.7 RESULTADOS DA ANÁLISE MICROSCÓPICA DAS PARTÍCULAS

As imagens dos produtos, obtidas por meio da microscopia eletrônica de varredura — MEV — permitem a avaliação qualitativa dos aglomerados, formatos e superfícies dos produtos obtidos nos ensaios.

A Figura 60 mostra aglomerado de partículas de iogurte sem adição de sílica pirogênica. As setas indicam claramente a formação de pontes sólidas entre as partículas. Para o caso, a causa provável para a formação dessas pontes sólidas é a cristalização de substâncias dissolvidas que atuam como agentes ligantes. O processo de fermentação láctica na produção de iogurte tem a capacidade de reduzir o teor de lactose original do leite, que varia tipicamente de 4% a 5%, de 10% até 40%, de acordo com a situação (LONGO, 2006), de forma que esse carboidrato, que é uma das substâncias dissolvidas no iogurte, pode se cristalizar durante a secagem produzindo as pontes sólidas observadas. Pontes sólidas semelhantes,

porém, de menor tamanho e, aparentemente, em menor intensidade, estão presentes em fotografias de iogurte seco por atomização, através da aspersão por bico de pressão, também obtidas por meio de MEV, no trabalho de Koc *et al.* (2010); contudo, esse fato não é discutido.

Figura 60 — Aspecto de aglomerado de partículas obtido na secagem de iogurte sem a adição de sílica pirogênica com destaques para as pontes sólidas obtidas por MEV – aumento de 2600×

Fonte: O Autor, com base em imagem realizada no Laboratório de Caracterização Tecnológica, DEMP-EP-USP, 2014.

A fotografia se refere ao produto obtido no ensaio 5, em que a concentração de Aerosil é nula e a vazão da bomba corresponde a 50% de sua capacidade. O aumento das partículas na foto corresponde a 2600×. As setas indicam locais em que são visíveis pontes sólidas, responsáveis pela manutenção das partículas aglomeradas.

Figura 61 — Aspectos das superfícies das partículas nas diferentes condições do estudo obtidas por MEV – aumento de 10000×

Fonte: O Autor, com base em imagens realizadas no Laboratório de Caracterização Tecnológica, DEMP-EP-USP, 2014.

A Figura 61 destaca o aspecto da superfície das partículas obtidas nas diferentes condições experimentais com um aumento de 10000×. A superfície das partículas do ensaio 5, condição (-α, 0), referentes ao iogurte puro, apresentam aspecto liso e com algumas depressões, semelhante ao das obtidas por Koc (2010). A adição de Aerosil contribuiu na formação de superfície mais rugosa e até irregular para vazões altas, o que possivelmente dificultou a ação de forças atrativas de Van der Waals e pode explicar sua ação antiaglutinante, já que atuou como espaçador entre as partículas (EVONIK, 2013e).

Figura 62 — Aspectos do formato das partículas nas diferentes condições do estudo obtidas por MEV – aumento de 3000×

Fonte: O Autor, com base em imagens realizadas no Laboratório de Caracterização Tecnológica, DEMP-EP-USP, 2014.

A Figura 62 destaca o formato das partículas obtidas nas diferentes condições experimentais com um aumento de 3000×. Em geral, elas se apresentam esféricas relativamente uniformes e com algum grau de adesão ou aglutinação com outras partículas. O que se pode verificar é uma tendência na diminuição dos aglomerados à medida que aumenta a concentração de Aerosil. Por outro lado, o aumento da vazão parece favorecer a formação de aglomerados. Entretanto, com exceção ao formato esférico, as imagens não são conclusivas.

Figura 63 — Aspectos de agrupamentos de partículas nas diferentes condições do estudo obtidas por MEV – aumento de 700×

Fonte: O Autor, com base em imagens realizadas no Laboratório de Caracterização Tecnológica, DEMP-EP-USP, 2014.

A Figura 63 destaca aspectos dos agrupamentos formados pelas partículas em função das condições dos ensaios com aumento de 700×. As imagens referentes às três condições localizadas no quadrante direito e inferior da figura, apresentam maior quantidade de partículas isoladas; nas demais, predominam os aglomerados. Observa-se que, nos níveis utilizados no estudo, a presença de Aerosil em concentrações médias e altas, juntamente com vazões em níveis médios e baixos favoreceu a separação das partículas. Segundo o fabricante, a adição de Aerosil forma uma matriz tridimensional de sílica no líquido que ajuda a formação

de gotículas isoladas (EVONIK, 2013d). Por outro lado, conforme relatado por Walton e Mumford (1999) agrupamentos em partículas, como os apresentados pelo iogurte, são comuns em pós coesivos. Dessa forma, como também pode ser visto no trabalho de Koc *et al.* (2010), as partículas de iogurte obtidas pela secagem por atomização tendem a formar aglomerados, que acabam por interferir negativamente no escoamento do pó.

6.4 CONCLUSÕES DO ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA VAZÃO E DA CONCENTRAÇÃO DE SÍLICA PIROGÊNICA

O estudo mostrou que a vazão de alimentação e a concentração de sílica pirogênica, nas faixas estudadas, influenciaram os produtos obtidos. O principal efeito da sílica pirogênica foi a dispersão de aglomerados de partículas na ocasião da atomização, o que favoreceu a secagem. Para cada condição estudada, as características de cor do produto, de aglomeração e de superfície das partículas foram diferentes, indicando que as condições empregadas no delineamento foram adequadas para produzir variações nas respostas com intensidade suficiente para caracterizar o sistema e permitir a construção de modelos polinomiais. Os melhores modelos para as respostas dos parâmetros foram: para o produto — temperatura do ar de saída da câmara de secagem e diferença de cor — e, para o processo — recuperação de material seco, retenção de material seco na parede da câmara de secagem e perda de material seco no equipamento.

A próxima etapa consiste na otimização, para que se possa determinar a melhor condição de processamento.

7 OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO E VERIFICAÇÃO EXPERIMENTAL

Neste estudo de secagem de iogurte por atomização com auxílio de sílica pirogênica, em que o processo foi modelado pela metodologia de superfícies de respostas, vide capítulo 6, para alguns parâmetros, a regressão gerou modelos bastante confiáveis, ou seja, preditivos. Noutros casos, os modelos indicaram os efeitos relevantes para o processo, contudo, produziram estimativas distantes dos valores observados, sugerindo que o modelo de regressão utilizado não teve êxito em bem representar os valores experimentais. A análise individual das respostas do sistema conduz a diferentes situações de condições ótimas na região viável pesquisada, muitas delas conflitantes. Além disso, a capacidade estimativa dos modelos obtidos não é homogênea. Isso pode ser explicado pela escolha de um domínio maior que o adequado, uma vez que as funções de resposta de segunda ordem têm capacidade de aproximar a maioria das funções, desde que o domínio escolhido seja suficientemente pequeno (CHEN e CHEN, 2009).

Assim sendo, os seguintes efeitos estudados mostraram-se bem descritos:

- a) diferença de cor com o padrão;
- b) temperatura do ar de saída da câmara de secagem;
- c) recuperação de produto;
- d) material retido na câmara de secagem;
- e) perda de material no equipamento.

Para a otimização do processo, decidiu-se trabalhar com duas funções compostas multiobjetivo, uma contendo respostas relativas à qualidade do produto — f_{prod} — e outra, — f_{proc} —, com respostas referentes à eficiência do processo. A diferença de cor com o padrão e a temperatura do ar de saída da câmara de secagem são índices relativos à qualidade do produto e os três restantes, referem-se ao desempenho do processo de secagem. Portanto, na formulação da otimização multiobjetivo com fatores de ponderação, é possível utilizar essas expressões com maior peso na função objetivo e, de uma forma geral, elas têm grande importância na caracterização dos principais resultados do estudo. Além disso, por serem consideradas importantes e com valores mínimos desejáveis para o produto, foram incluídas

as respostas para a umidade final do produto, e o *span* da distribuição de partículas, mesmo que as expressões não sejam as mais representativas dos fatores estudados. Embora seja um parâmetro de qualidade importante para o produto, como o modelo de regressão para a atividade de água não apresentou capacidade preditiva, e como a superfície de resposta normalizada da atividade de água do produto final ficou relativamente próxima àquela da umidade final do produto, e essas respostas são, de certa forma, equivalentes, a atividade de água não foi incluída na composição da função objetivo do produto.

Portanto, foram utilizadas sete funções que compuseram duas funções, f_{prod} , referente ao produto e f_{proc} , referente ao processo, se atribuindo peso 1,0 para as cinco regressões que se mostraram preditivas e peso 0,5 para as outras duas. Para compor f_{prod} foram somadas as expressões dos modelos de regressão para a diferença de cor com o padrão, com peso 1,0; a temperatura do ar de saída da câmara de secagem, com peso 1,0; a umidade final do produto, com peso 0,5; e o *span* da distribuição de partículas, com peso 0,5; todas com seus valores mínimos desejáveis para o produto. Para f_{proc} foram somadas as expressões relativas à recuperação de produto, com peso 1,0; à quantidade de material aderido na parede da câmara de secagem, com peso 1,0, e à da perda de material no equipamento, também com peso 1,0; sendo desejável o valor máximo para a primeira e valores mínimos para as últimas. Com essas duas expressões mais o fator de ponderação ficou estabelecida a função objetivo para a otimização, f_{comp} , conforme a equação (51), em que $0 \leq \varphi^{prod} \leq 1$ é um parâmetro que representa a importância dada à qualidade do produto na ponderação entre f_{prod} e f_{proc} .

$$f_{comp} = \varphi^{prod} \cdot f_{prod} + (1 - \varphi^{prod}) \cdot f_{proc} \quad (51)$$

7.1 FORMULAÇÃO DA PROGRAMAÇÃO MATEMÁTICA

O delineamento experimental que gerou as respostas do sistema às variáveis concentração de sílica pirogênica e vazão de alimentação de produto permitiu gerar superfícies de resposta de segunda ordem, que obedecem o modelo polinomial geral mostrado pela equação (52).

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 \quad (52)$$

em que β são os coeficientes, x_1 e x_2 , as variáveis codificadas, e y a resposta.

Para utilizar o método otimização multiobjetivo com normalização de respostas e fatores de ponderação é necessário, primeiramente, normalizar as respostas, o que foi feito com auxílio das expressões (53) para minimização e (54) para maximização do valor da função da resposta considerada.

$$R_i = \frac{y_i - y_i^{\min}}{y_i^{\max} - y_i^{\min}} \quad (53)$$

$$R_i = 1 - \frac{y_i - y_i^{\min}}{y_i^{\max} - y_i^{\min}} \quad (54)$$

As funções f_{prod} e f_{proc} são definidas pelas expressões (55) e (56), respectivamente.

$$f_{prod} = \frac{\sum_i p_i^{prod} R_i}{\sum_i p_i^{prod}} \quad (55)$$

$$f_{proc} = \frac{\sum_i p_i^{proc} R_i}{\sum_i p_i^{proc}} \quad (56)$$

Em que p_i^{prod} e p_i^{proc} são os pesos.

Dessa forma, é possível enunciar a formulação do problema por meio da função objetivo e de suas restrições, conforme a expressão (57).

$$\min f_{comp} = \varphi^{prod} \frac{\sum_i p_i^{prod} R_i}{\sum_i p_i^{prod}} + (1 - \varphi^{prod}) \frac{\sum_i p_i^{proc} R_i}{\sum_i p_i^{proc}} \quad (57)$$

$$\text{Sujeito a: } -\alpha \leq x_1 \leq +\alpha$$

$$-\alpha \leq x_2 \leq +\alpha$$

Nessa formulação, as variáveis independentes (dois graus de liberdade) são: x_1 , concentração de sílica pirogênica codificada e x_2 , vazão codificada. Os valores de $-\alpha$ e $+\alpha$, correspondem a -1,41 e 1,41, respectivamente.

As variáveis dependentes são: y_i , resposta em função de x_1 e x_2 e R_i , resposta normalizada ($0 \leq R_i \leq 1$).

A Tabela 97 mostra os valores utilizados na construção da função f , bem como valores do coeficiente de determinação e coeficiente de determinação preditivo para as regressões utilizadas na composição das funções f_{proc} , e f_{prod} .

Para a determinação de y_i^{min} e y_i^{max} , o problema de otimização dado pela expressão (58) foi resolvido, com verificação gráfica dos pontos de máximo e mínimo globais de y_i .

$$\min \text{ ou } \max f = y_i \quad (58)$$

$$\text{Sujeito a: } -1,41 \leq x_1 \leq +1,41$$

$$-1,41 \leq x_2 \leq +1,41$$

Tabela 97 — Valores dos parâmetros peso, coeficientes do modelo de regressão de segunda ordem, coeficiente de determinação, coeficiente de determinação preditivo e valores mínimos e máximos observados para respostas do sistema utilizadas na composição da função objetivo para otimização

Parâmetro	Respostas do sistema						
	ΔE^*	T ar saída (°C)	Umidade produto (%)	<i>Span</i>	Recuperação (%MS)	Retenção (%MS)	Perda (%MS)
p_i	1	1	0,5	0,5	1	1	1
β_0	12,2	105,3	2,6	2,41	42,0	30,9	25,1
β_1	-4,3	-	-	-0,50	14,9	-7,1	-7,9
β_2	-9,5	-17,4	2,9	0,55	-8,9	10,2	-
β_{12}	4,9	-	-	-	-	-	-
β_{11}	-2,5	-	-	-	5,8	-	-3,0
β_{22}	3,7	-	1,9	-	-	-	-
R^2 (%)	98,7	98,3	81,9	76,9	94,4	90,9	88,6
R^2_{pred} (%)	95,2	97,7	63,5	53,9	84,4	81,8	80,9
y^{min}	-2,7	80,8	1,4	0,9	19,7	6,5	8,1
y^{max}	43,8	129,8	10,5	3,9	87,2	55,3	30,3

Fonte: O Autor, 2014.

7.2 RESPOSTAS INDIVIDUAIS DAS FUNÇÕES COMPONENTES DA FUNÇÃO OBJETIVO

Com auxílio do *software* Microsoft Excel foi possível avaliar individualmente as sete funções componentes da função objetivo, no sentido de verificar a existência de comportamentos conflitantes e de ótimos locais.

7.2.1 FUNÇÕES INDICATIVAS DO DESEMPENHO DO PROCESSO DE SECAGEM

As funções indicativas do desempenho do processo de secagem são as porcentagens de recuperação de material na secagem, retenção de material na parede da câmara de secagem e perda de material retido no equipamento, todas expressas em teor de material seco. Em função da importância desses indicadores e da boa qualidade dos ajustes, a cada um foi atribuído o peso 1,0 na ponderação da otimização multiobjetivo.

7.2.1.1 Recuperação de produto

Das sete funções consideradas para a função objetivo, essa é a única cujo objetivo deve ser maximizado, sendo utilizada a formulação da expressão (54) para que a R_i correspondente seja minimizada. Seu peso relativo na composição de f_{proc} é $1/3$, ou 33,3%.

Figura 64 — Aspecto da resposta normalizada R_i para a função recuperação de produto em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada

Fonte: O Autor, 2014.

A inspeção da Figura 64 mostra que o ótimo local se encontra nas coordenadas $[+\alpha, -\alpha]$, ou seja, a máxima recuperação de produto ocorreu na condição em que a concentração utilizada de Aerosil foi a máxima e a vazão, a mínima.

7.2.1.2 Retenção de material na parede da câmara de secagem

O objetivo desejado é que a deposição de material na parede da câmara de secagem seja mínima e o peso relativo dessa função em f_{proc} é $1/3$, ou 33,3%.

Figura 65 — Aspecto da resposta normalizada R_i para a função retenção de material na parede da câmara de secagem em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada

Fonte: O Autor, 2014.

A inspeção da Figura 65 mostra que o ótimo local se encontra nas coordenadas $[\alpha, -\alpha]$, ou seja, a menor retenção de material na parede da câmara de secagem ocorreu na condição em que a concentração utilizada de Aerosil foi a máxima e a vazão, a mínima. Esse objetivo não é conflitante com a máxima recuperação de produto.

7.2.1.3 Perda de material retido no equipamento

O objetivo desejado é que a perda de material retido no equipamento seja mínima. O peso relativo dessa função em f_{proc} é $1/3$, ou 33,3%.

Figura 66 — Aspecto da resposta normalizada R_i para a função perda de material retido no equipamento em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada

Fonte: O autor, 2014.

A inspeção da Figura 66 mostra que o ótimo local se encontra nas coordenadas $[+\alpha, \text{livre}]$, ou seja, a menor perda de material retido no equipamento ocorreu na condição em que a concentração utilizada de Aerosil foi a máxima e a vazão não teve influência significativa nesse resultado na faixa estudada. Esse objetivo não é conflitante com a máxima recuperação de produto nem com a mínima retenção de produto na parede da câmara de secagem.

7.2.2 FUNÇÕES INDICATIVAS DA QUALIDADE DO PRODUTO

As funções indicativas da qualidade do produto são a temperatura do ar de saída da câmara de secagem, a diferença de cor em relação a um padrão, a umidade e, por fim, o índice de dispersão da distribuição de partículas, o *span*. Os dois primeiros indicadores apresentaram boa qualidade dos ajustes e a cada um foi atribuído o peso 1,0 na ponderação da otimização multiobjetivo. Os dois últimos, mesmo sendo relevantes para a qualidade do produto final, por causa dos valores dos coeficientes de determinação de suas regressões que indicam que o modelo não estima novos valores com confiabilidade, conforme mostra a Tabela 97, tiveram seus pesos reduzidos para 0,5.

7.2.2.1 Temperatura do ar de saída da câmara de secagem

O objetivo desejado é o a temperatura do ar de saída da câmara de secagem seja minimizada, tendo em vista reduzir a perda de atributos sensíveis ao calor, como, por exemplo, a contagem de bactérias lácticas. O peso relativo dessa função em f_{prod} é $1/3$, ou 33,3%.

Figura 67 — Aspecto da resposta normalizada R_i para a função temperatura do ar de saída da câmara de secagem em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada

Fonte: O Autor, 2014.

A inspeção da Figura 67 mostra que o ótimo local se encontra nas coordenadas [livre, $+\alpha$], ou seja, a menor temperatura para o ar de saída da câmara de secagem ocorreu na condição em que a vazão utilizada foi a máxima e a concentração de Aerosil não teve influência significativa nesse resultado para a faixa estudada.

7.2.2.2 Diferença de cor em relação ao padrão

O objetivo desejado é que a diferença de cor em relação ao padrão seja mínima. O peso relativo dessa função em f_{prod} é $1/3$, ou 33,3%.

Figura 68 — Aspecto da resposta normalizada R_i para a função diferença de cor absoluta em relação ao padrão em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada

Fonte: O Autor, 2014.

A inspeção da Figura 68 mostra que existem dois pontos ótimos na superfície, um local e outro, global, em valor inferior para a função. O ótimo global se encontra nas coordenadas $[-\alpha, +\alpha]$, ou seja, a menor diferença de cor ocorreu na condição em que a vazão utilizada foi a máxima e a concentração de Aerosil foi a mínima. O ótimo local se acha nas coordenadas $[+\alpha, 0,34]$, ou seja, na condição em que a concentração de Aerosil foi a máxima utilizada e a vazão foi de 0,34 em variáveis codificadas do delineamento experimental. Esse ponto ótimo foi calculado resolvendo o problema de otimização fornecendo como estimativa inicial o ponto $[+\alpha, 0]$. Dependendo da estimativa inicial, o algoritmo GRG2 converge para um ou outro ótimo do problema. O comportamento aparentemente contraditório pode ser explicado pelo fato de o Aerosil ter cor branca e isso auxilia no sentido de deixar o produto com tonalidade mais clara e, portanto, mais próxima daquela do padrão. Observa-se que o ótimo global não é conflitante com a resposta para a temperatura do ar de saída da câmara de secagem; contudo se essas duas funções características da qualidade do produto forem comparadas com as que representam o desempenho do processo de secagem, seção 7.2.1, se observa nítido antagonismo entre elas, de forma que, levando-se em conta as funções analisadas até esse ponto, que foram as que apresentaram os modelos mais bem ajustados, as melhores condições para a concentração de Aerosil e vazão de alimentação para o desempenho do processo são opostas às melhores condições para a qualidade do produto.

7.2.2.3 Umidade do produto final

O objetivo desejado é que a umidade do produto final seja minimizada. O peso relativo dessa função em f_{prod} é 0,5/3, ou 16,7%.

Figura 69 — Aspecto da resposta normalizada R_i para a função umidade do produto final em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada

Fonte: O Autor, 2014.

A inspeção da Figura 69 mostra que seu aspecto é quase o oposto da resposta da temperatura do ar de saída da câmara de secagem, Figura 67, e o ótimo local se encontra nas coordenadas [livre, -0,78], ponto identificado na resolução do problema de minimização da função. Assim, a menor umidade para o produto final ocorreu na condição em que a vazão utilizada foi de -0,78 em variáveis codificadas do delineamento experimental e a concentração de Aerosil não teve influência nesse resultado na faixa estudada. Dada a incerteza no ajuste, se pode considerar que há um patamar de baixa umidade da superfície de resposta da Figura 69, de forma que uma umidade mínima pode ser alcançada com $-\alpha \leq x_2 \leq -0,2$.

7.2.2.4 Índice de dispersão da distribuição de partículas

O objetivo desejado é que o índice de dispersão da distribuição de partículas — *span* — seja minimizado para que a distribuição de partículas seja mais homogênea. O peso relativo dessa função em f_{prod} é 0,5/3, ou 16,7%.

Figura 70 — Aspecto da resposta normalizada R_i para a função *span* função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada

Fonte: O Autor, 2014.

A inspeção da Figura 70 mostra que o ótimo local se encontra nas coordenadas $[\alpha, -\alpha]$, ou seja, a menor dispersão na distribuição de partículas ocorreu na condição em que a concentração utilizada de Aerosil foi a máxima e a vazão, a mínima. Esse objetivo não é conflitante com os três objetivos considerados na função indicativa de desempenho de processo, nem com a função representativa da atividade de água, sendo parcialmente conflitante com a função representativa da umidade do produto final. Contudo, o objetivo para o *span* é conflitante com os dois melhores índices de qualidade do produto, diferença de cor e temperatura do ar de saída da câmara de secagem. Assim, como fazem parte da mesma função por somatório, o *span* contribui para o afastamento das melhores condições para o produto.

7.3 OTIMIZAÇÕES

Para utilizar o método de otimização multiobjetivo com normalização de respostas e fatores de ponderação, foi definida a variável φ^{prod} , fração de otimização da qualidade do produto em relação à eficiência do processo, entre 0 e 1, utilizada como fator multiplicador da função composta com os índices de qualidade para o produto, vide equação (51). Por outro lado, para ponderar a função com os índices de desempenho do processo de secagem, foi utilizado o complemento $(1 - \varphi^{prod})$. Assim, variando-se φ^{prod} , é possível explorar todo o conjunto de

possibilidades que a modelagem do sistema oferece de acordo com os interesses do responsável pela tomada de decisões. Portanto, é possível estabelecer como objetivo otimizar somente o processo, em detrimento do produto; otimizar somente o produto, em detrimento do processo, uma vez que nesse caso os objetivos são conflitantes; ou estabelecer uma condição de compromisso entre os dois objetivos, permitindo uma ponderação porcentual contínua para que o objetivo final fique adequado a uma exigência ou especificação, que também pode ser o resultado de compromisso entre fatores técnicos e/ou econômicos.

Para ilustrar o exposto, nas próximas três seções são apresentadas as otimizações do sistema para as seguintes situações típicas de objetivos:

- a) condição de processo ótima;
- b) condição de produto ótima;
- c) condição de compromisso entre processo e produto, com pesos iguais para os dois objetivos.

7.3.1 OTIMIZAÇÃO PARA A CONDIÇÃO DE PROCESSO ÓTIMA

Na condição ótima de processo, $\varphi^{prod} = 0$, de forma que a função objetivo fica reduzida à função composta pelos três índices relativos ao desempenho do processo de secagem.

A inspeção da Figura 71 mostra que o ótimo local é muito bem definido e se encontra nas coordenadas $[+\alpha, -\alpha]$, ou seja, a condição ótima para o processo deve ocorrer na condição em que o valor da concentração de Aerosil seja o máximo e o da vazão, o mínimo, dentre as condições empregadas no estudo. Como discutido anteriormente, as três funções que compõem f_{proc} não são conflitantes. A vazão mínima adotada para o estudo corresponde a 20% da capacidade da bomba, o que representa uma vazão mássica de alimentação de produto de 3,5 kg/h.

Figura 71 — Aspecto da resposta otimizada normalizada f_{proc} para a função composta por índices de desempenho do processo de secagem em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada

Fonte: O Autor, 2014.

7.3.2 OTIMIZAÇÃO PARA A CONDIÇÃO DE PRODUTO ÓTIMA

Na condição ótima de produto, $\varphi^{prod} = 1$, de forma que a função objetivo fica reduzida à função composta pelos quatro índices relativos à qualidade do produto.

Figura 72 — Aspecto da resposta otimizada normalizada para a função f_{prod} composta por índices de qualidade do produto em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada

Fonte: O Autor, 2014.

A resolução do problema de otimização e a inspeção da Figura 72 mostram que o ótimo global se encontra nas coordenadas $[\alpha, +0,42]$, ou seja, a condição ótima para o produto deve ocorrer na condição em que o valor da concentração de Aerosil seja o máximo e o da vazão, $+0,42$ em variáveis codificadas do delineamento experimental, de acordo com as condições empregadas no estudo. Para o caso, a vazão corresponde a 58,9% da capacidade da bomba, equivalentes a uma vazão de alimentação de produto igual a 10,3 kg/h.

7.3.3 OTIMIZAÇÃO PARA A CONDIÇÃO DE PESOS IGUAIS PARA PROCESSO E PRODUTO

Na condição ótima para o compromisso de pesos iguais entre objetivos de processo e objetivos de produto, $\varphi^{prod} = 0,5$.

Figura 73 — Aspecto da resposta otimizada normalizada para a condição de pesos iguais para a otimização em função da concentração de Aerosil e da vazão de alimentação de produto para a faixa de valores estudada

Fonte: O Autor, 2014.

A resolução do problema de otimização e a inspeção da Figura 73 mostra que o ótimo global se encontra nas coordenadas $[\alpha, -0,51]$, ou seja, a condição ótima na condição de pesos iguais para os objetivos de processo e produto deve ocorrer na condição em que o valor da concentração de Aerosil seja o máximo e o da vazão, $-0,51$ em variáveis codificadas do delineamento experimental, de acordo com as condições empregadas no estudo. Para o caso, isso representa uma vazão de alimentação de produto equivalente a 39,2% da capacidade da bomba, correspondente a 6,8 kg/h.

7.3.4 OTIMIZAÇÃO DA SECAGEM E FRONTEIRA DE PARETO

Para identificar a fronteira de Pareto do problema de otimização multiobjetivo definido na equação (58), o valor do parâmetro φ^{prod} foi variado entre 0,00 e 1,00 com incrementos de 0,05 e o problema de otimização foi revolido para cada caso. A Figura 74 ilustra o progresso da solução ótima com a variação de φ^{prod} . Percebe-se que para φ^{prod} entre 0,00 e 0,35, a solução ótima não é alterada e permanece em $[+\alpha, -\alpha]$. Para valores superiores de φ^{prod} , a restrição $x_2 \geq -\alpha$ deixa de ser ativa e o valor de x_2 aumenta até atingir $x_2 = 0,42$, quando $\varphi^{prod} = 1$. A fronteira de Pareto relativa a esta variação em φ^{prod} é apresentada na Figura 75. Como f_{prod} e f_{proc} são objetivos antagônicos, formou-se a característica curva de compromisso entre os dois objetivos. O procedimento para a determinação da fronteira de Pareto é dado no Apêndice B.

Figura 74 — Resultado da otimização das variáveis correspondentes à concentração de Aerosil, X_1^* , e vazão de alimentação de produto, X_2^* , em função do fator de ponderação utilizado na otimização multiobjetivo

Fonte: O Autor, 2014.

Figura 75 — Fronteira de Pareto para os objetivos representados pelo desempenho otimizado do processo de secagem, f_{proc}^* , e qualidade otimizada do produto, f_{prod}^*

Fonte: O Autor, 2014.

A decisão entre priorizar a qualidade do produto ou a eficiência do processo guiará a escolha da vazão de alimentação do produto. A concentração de Aerosil ficou em seu valor máximo na otimização e $x_1 \leq \alpha$ atuou sempre como restrição ativa. Violando esta restrição, surgiriam problemas de bombeamento da mistura de iogurte com Aerosil. A otimização realizada teve seu foco exclusivo em aspectos técnicos; questões econômicas, por mais relevantes que sejam, não fizeram parte dos objetivos deste estudo e, certamente, serão consideradas em eventual continuação deste trabalho.

7.4 VERIFICAÇÃO EXPERIMENTAL DAS CONDIÇÕES ÓTIMAS

A verificação experimental das condições ótimas para a secagem de iogurte por atomização em equipamento em escala piloto, determinadas nas seções 7.3.1, 7.3.2 e 7.3.3, seguiu a seguinte estratégia:

- a) realização de três ensaios na condição ótima de processo em que os pesos das funções compostas para o produto e para o processo tinham pesos iguais, para verificar a reprodutibilidade dos resultados;
- b) realização de um ensaio na condição ótima de produto;
- c) realização de um ensaio na condição ótima para o processo;
- d) comparação dos resultados medidos com aqueles estimados pela modelagem matemática.

Os ensaios realizados em triplicata foram denominados Verificação 1, 2 e 3 e os resultados obtidos para valores das respostas, além daquelas utilizadas nas funções compostas, são apresentados na Tabela 98, uma vez que o principal objetivo desse conjunto de ensaios é a caracterização da capacidade de o sistema repetir resultados em condições experimentais semelhantes.

Tabela 98 — Resultados para parâmetros selecionados característicos do processo para a triplicata do ensaio nas condições de pesos iguais na ponderação para produto e para processo na otimização multiobjetivo

Parâmetro	Verificação 1	Verificação 2	Verificação 3	Média ± D. Padrão
ΔE^*	5,6	2,9	4,2	$4,2 \pm 1,3$
Temp. ar saída câmara de secagem, °C	122,4	118,8	118,5	$119,9 \pm 2,2$
Umidade do produto (%)	1,6	1,8	1,4	$1,6 \pm 0,2$
Atividade de água, a_w	0,131	0,135	0,133	$0,133 \pm 0,002$
<i>Span</i>	1,358	1,364	1,364	$1,362 \pm 0,003$
Recuperação de produto (%MS)	81,8	77,6	78,7	79 ± 2
Retenção na câmara (%MS)	5,4	5,2	5,1	$5,2 \pm 0,2$
Perda de produto no equipamento (%MS)	12,8	17,2	16,2	15 ± 2
Área superficial específica (m ² /g)	0,303	0,303	0,303	$0,303 \pm 0,000$
Diâmetro de Sauter - $D_{3,2}$ (μm)	19,8	19,8	19,8	$19,8 \pm 0,0$
$d_{0,1}$ (μm)	11,6	11,6	11,6	$11,6 \pm 0,0$
$d_{0,5}$ (μm)	22,7	22,7	22,7	$22,7 \pm 0,0$
$d_{0,9}$ (μm)	42,4	42,5	42,5	$42,5 \pm 0,1$

Fonte: O Autor, 2014.

Nota: Valores referentes à distribuição de partículas obtidos dos laudos do Anexo F.

A análise da Tabela 98 mostra que o sistema estudado respondeu com pequena variabilidade para as repetições realizadas, fato que já havia sido observado por ocasião das repetições nos

pontos centrais dos delineamentos feitos nas etapas iniciais da pesquisa. Com base nesses dados, foi composta uma média dos resultados para essa condição, denominada Média da Verificação e organizada a Tabela 99, complementada com os valores obtidos para as condições de Ótimo de Produto e Ótimo de Processo.

Tabela 99 — Resultados para parâmetros de processo utilizados nas funções compostas para índices de qualidade do produto e de desempenho de processo para três condições

Parâmetro	Ótimo do Produto	Média da Verificação	Ótimo do Processo
ΔE^*	2,9	4,2	16,1
Temperatura do ar de saída câmara de secagem, °C	105,2	119,9	135,7
Umidade do produto (%)	8,4	1,6	1,9
<i>Span</i>	1,43	1,36	1,21
Recuperação de produto (%MS)	64	79	85
Retenção na câmara (%MS)	22	5,2	3,3
Perda de produto no equipamento (%MS)	14	15	12

Fonte: O Autor, 2014.

Nota: Concentração de Aerosil nas condições ótimas, 3%; vazão (%) para as situações ótimas: produto - 58,9% (10,3 kg/h); média de verificação - 39,2% (6,8 kg/h); processo - 20,0% (3,5 kg/h).

A análise da Tabela 99 permite que se perceba comportamento aparentemente linear na diminuição da temperatura do ar de saída da câmara de secagem à medida que a vazão aumenta. Por outro lado, a diferença de cor é bastante afetada na mudança da condição de ótimo de processo para a situação em que a ponderação é igual, após o quê, uma aproximação à cor do padrão continua a ser observada, quando a condição é alterada para a de ótimo de produto. Contudo, a diferença não chega a zero, o que pode ser explicado pelo fato de o padrão de cor escolhido ter sido leite em pó desnatado, produto de natureza diferente do iogurte. Para a umidade, o aumento da vazão fez que os produtos tivessem seus valores aumentados. Esse efeito é mais intensamente observado quando o peso da importância do produto ultrapassa 50% na função objetivo. Esse efeito do aumento da umidade do produto final é conflitante com objetivo de qualidade relativo à cor, pois pode vir a comprometer a fluidez do produto, pelo favorecimento de processos de aglomeração das partículas, e também a estabilidade microbiológica, uma vez foi observado comportamento semelhante ao da umidade para a atividade de água, conforme 6.3.3. O comportamento do *span* da amostra de partículas sugere uma dependência linear com a vazão. Assim, menores valores de vazão tendem a produzir amostras mais homogêneas em relação ao diâmetro das

partículas. Quanto às variáveis de processo, se observa que o aumento da vazão prejudica a recuperação de produto na secagem. O estudo demonstrou que, para o equipamento, produto e condições estudadas, a vazão foi a variável mais importante para o fenômeno de deposição de material na parede da câmara de secagem. O comportamento da perda de material no equipamento aparentemente é contraditório, mas o que se observa é fruto do método de quantificação das frações utilizado. À medida que a vazão aumenta, mais material é depositado na parede e, ao final do processo, esse material é escovado e contabilizado como material removido na escovação da câmara de secagem, enquanto as perdas são contabilizadas pelo material que ficou disperso em outros locais do equipamento, de forma que somente por meio de lavagem é possível sua remoção. Dessa forma, tanto a recuperação de material quanto as perdas no equipamento diminuíram com o aumento da vazão, porque mais material ficou aderido na parede.

Nas condições consideradas nas três situações escolhidas para a verificação experimental, foram calculados os valores dos parâmetros selecionadas para as funções compostas utilizadas na otimização, vide Tabela 97 e equação (52), e comparados com os valores experimentais. Por fim, verificou-se a diferença absoluta entre os valores medidos e os calculados, como forma de estimar a qualidade do ajuste do modelo, conforme demonstram as tabelas a seguir. É importante observar que os valores estimados para os indicadores de desempenho do processo ultrapassam 100%, chegando a 102% e 104%. Esse resultado deve ser creditado à redundância da estimativa da perda de material no equipamento e à incerteza inerente ao modelo matemático que não estima a perda de produto no equipamento por diferença, como é feita para as condições experimentais, uma vez que sua medida física, de tão difícil, pode ser considerada impraticável.

Na Tabela 100 são apresentados os resultados verificados para os parâmetros e os estimados pelo modelo para a condição ótima em que $\varphi^{prod} = 0,5$.

Tabela 100 — Média de valores medidos, valores estimados pelo modelo matemático e suas diferenças para a condição de verificação com pesos iguais na ponderação para produto e para processo na otimização multiobjetivo

Parâmetro	Médias da Verificação	Valores estimados	Diferença
ΔE^*	4,2	4,4	-0,2
Temperatura do ar de saída câmara de secagem, °C	119,9	116,9	3,0
Umidade do produto (%)	1,6	1,5	0,1
<i>Span</i>	1,36	1,34	0,02
Recuperação de produto (%MS)	79	80	-1
Retenção na câmara (%MS)	5,2	14	-8,8
Perda de produto no equipamento (%MS)	15	8	7

Fonte: O Autor, 2014.

Na Tabela 101 são mostrados apresentados os resultados verificados para os parâmetros e os estimados pelo modelo para a condição ótima em que $\varphi^{prod} = 1$.

Tabela 101 — Valores medidos, valores estimados pelo modelo matemático e suas diferenças para a condição de ótimo para produto na otimização multiobjetivo

Parâmetro	Ótimo de produto	Valores estimados	Diferença
ΔE^*	2,9	0,7	2,2
Temperatura do ar de saída câmara de secagem, °C	105,2	98,1	7,1
Umidade do produto (%)	8,4	4,1	4,3
<i>Span</i>	1,43	1,93	-0,50
Recuperação de produto (%MS)	64	71	-6,7
Retenção na câmara (%MS)	22	25	-3,3
Perda de produto no equipamento (%MS)	14	8	6,1

Fonte: A autor, 2014.

Na Tabela 102 são apresentados os resultados verificados para os parâmetros e os estimados pelo modelo para a condição ótima em que $\varphi^{prod} = 0$.

Tabela 102 — Valores medidos, valores estimados pelo modelo matemático e suas diferenças para a condição de ótimo para processo na otimização multiobjetivo

Parâmetro	Ótimo de processo	Valores estimados	Diferença
ΔE^*	16,1	12,0	4,1
Temperatura do ar de saída câmara de secagem, °C	135,7	129,9	5,8
Umidade do produto (%)	1,9	2,2	-0,3
<i>Span</i>	1,21	0,93	0,28
Recuperação de produto (%MS)	85	87	-2,2
Retenção na câmara (%MS)	3,3	6,4	-3,1
Perda de produto no equipamento (%MS)	12	8,1	3,9

Fonte: O Autor, 2014.

Pela análise das três últimas tabelas é possível verificar que a diferença média para ΔE^* estimado foi de 2 unidades, e a da temperatura do ar de saída da câmara de secagem foi de 5,3 °C, ambas para menos. Por outro lado, os resultados médios nas diferenças para as funções umidade do produto e *span* podem ser considerados muito bons, apesar de as contribuições individuais indicarem o contrário, fato que pode ser atribuído à compensação de erros. Por fim, as médias dos indicadores de desempenho para o processo de secagem ficaram situadas numa ordem de grandeza de 1%, considerando as situações em que as estimativas foram inferiores juntamente com as médias estimadas que superaram as medidas, compensando os erros. Observa-se que para os casos considerados na análise, os valores estimados pelo modelo se afastaram em valores absolutos cerca de 1% até 9% daqueles medidos. Assim, é possível concluir que o modelo multiobjetivo construído tem boa capacidade de representação do sistema físico modelado.

7.5 ANÁLISE MICROSCÓPICA DOS PRODUTOS NAS CONDIÇÕES ÓTIMAS

A Figura 76 mostra imagens produzidas por meio de microscopia eletrônica de varredura — MEV — para os produtos obtidos nas condições ótimas escolhidas.

Figura 76 — Aspecto microscópico das amostras obtidas nas condições de verificação do modelo de otimização

Fonte: O Autor, com base em imagens realizadas no Laboratório de Caracterização Tecnológica, DEMP-EP-USP, 2014.

Da esquerda para a direita: condições ótimas para o processo, pesos iguais para produto e processo e condições ótimas para o produto. De cima para baixo, aumentos de 700×, 3000×, exceto o ótimo de produto que está com 6805×, 10000× e 20000×.

Da esquerda para a direita, em colunas estão imagens referentes ao ótimo de processo, à situação de compromisso entre produto e processo e ao ótimo de produto; de cima para baixo, aumentos consecutivos mostram aspectos que abrangem desde a distribuição geral até a superfície das partículas. Em todas as situações as partículas apresentam-se na forma de esferas relativamente uniformes e com superfície rugosa. O aspecto diferencial no conjunto de imagens está na segunda linha de cima para baixo, em que fica evidente que condições

adotadas para o ótimo de processo teve capacidade de produzir um maior número de partículas isoladas, enquanto a condição ótima para o produto, favoreceu a produção de agregados. A concentração de Aerosil para as três situações foi a mesma, mas a vazão de alimentação aumentou, de um nível menor para o ótimo de processo até um nível maior para o ótimo de produto, sugerindo a vazão de alimentação é a variável com maior influência na formação de partículas isoladas.

7.6 CARACTERIZAÇÕES COMPLEMENTARES DO PRODUTO

Como o objetivo de melhor caracterizar os produtos obtidos na verificação experimental, considerados os produtos finais do estudo, foram feitas análises microbiológicas para a pesquisa de bactérias lácticas, típicas do iogurte, índices de fluidez para os pós e, por fim, algumas características dos produtos foram comparadas com duas amostras comerciais de iogurte em pó, obtidas por atomização, provenientes de dois países.

7.6.1 MICROBIOLOGIA

A Tabela 103 exibe os resultados para a pesquisa de bactérias lácticas nos produtos obtidos nas condições escolhidas para a verificação do modelo matemático de comportamento do sistema.

Tabela 103 — Resultados para a pesquisa de bactérias lácticas nos produtos considerados na verificação dos resultados

Micro-organismo	Verificação 1	Verificação 2	Verificação 3	Ótimo de produto	Ótimo de processo
<i>Lactobacillus bulgaricus</i> ⁽¹⁾ , UFC/g	$3,7 \times 10^2$	$4,0 \times 10^2$	$3,9 \times 10^2$	$2,2 \times 10^2$	$1,7 \times 10^3$
<i>Streptococcus thermophilus</i> , UFC/g	$4,3 \times 10^4$	$2,2 \times 10^5$	$1,2 \times 10^5$	$1,4 \times 10^5$	$1,9 \times 10^4$

Fonte: O Autor, 2014.

⁽¹⁾ Rigorosamente, *Lactobacillus delbruekii* subsp. *bulgaricus*.

De acordo com padrões internacionais (FAO/WHO, 2003) e legislação brasileira (BRASIL. MAPA. DIPOA., 2007), a quantidade total de bactérias lácticas em iogurte deve ser de, pelo menos, 10^7 unidades formadoras de colônias por grama de material (UFC/g). Obviamente, esses padrões se referem ao iogurte em sua forma hidratada. O processo de secagem com auxílio do calor de produto com bactérias lácticas, mesmo que apresentem características

termodúricas, ou seja, maior resistência ao tratamento térmico se comparadas com as bactérias em geral (COLLINS-THOMPSON e BUNNING, 1992), acaba reduzindo sua população. Na secagem por atomização, em muitos casos, o número de sobreviventes é exíguo (BOYAVAL e SCHUCK, 1994). Assim, nas condições estudadas, o *Streptococcus thermophilus* apresentou discreta resistência térmica maior que o *Lactobacillus bulgaricus*, de forma que o tratamento térmico reduziu a população das bactérias. Dessa forma, embora existam sobreviventes, o processo de atomização, nas condições do estudo, não favoreceu a preservação das bactérias lácticas. Portanto, de acordo com a legislação, rigorosamente, o produto é leite fermentado em pó, uma vez que não pode ser considerado iogurte em pó.

7.6.2 ÍNDICE DE FLUIDEZ

O índice de fluidez caracteriza o tipo de escoamento de um pó, característica tecnológica muito importante para definir o tipo de recipiente para armazenagem e forma de transporte em unidade industrial. Como regra geral, sem considerações sobre a natureza do material, quanto menor o tamanho da partícula, menor sua fluidez (THOMSON, 1997). Os resultados mostrados na Tabela 104 referem-se a testes realizados no Laboratório de Sistemas Particulados do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo — IPT, gentilmente cedido, sendo apresentados tanto como Índice de Hausner com Índice de Compressibilidade, também conhecido como Índice de Carr.

Tabela 104 — Resultados para as medidas de índices de fluidez para os produtos considerados na verificação dos resultados

Material	Índice de Hausner		Índice de Compressibilidade (%)		Fluidez
	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão	
Iogurte	1,7	0,1	39	3	Péssima
Verificação 1	1,22	0,01	18	1	Razoável
Verificação 2	1,22	0,01	18,2	0,6	Razoável
Verificação 3	1,22	0,01	17,9	0,4	Razoável
Ótimo do Processo	1,21	0,01	17,0	0,9	Razoável
Ótimo do Produto	1,21	0,02	17	1	Razoável

Fonte: O Autor, 2014.

A classificação da fluidez dos pós foi feita de acordo com a Farmacopeia Americana (USP 37, 2014b) e mostrou que, comparado ao pó obtido da secagem de iogurte puro, a adição da sílica

pirogênica mudou as características de fluidez dos pós de péssima para razoável, respectivamente.

7.6.3 COMPARAÇÃO DOS PRODUTOS FINAIS COM AMOSTRAS COMERCIAIS

A Tabela 105 exibe valores para alguns parâmetros selecionados que puderam ser avaliados em duas amostras comerciais de “iogurte em pó” obtidas por atomização, provenientes de países distintos. Por causa da pequena quantidade obtida da Amostra comercial 2, sua caracterização ficou restrita à análise de distribuição de partículas. Por outro lado, a quantidade recebida da Amostra comercial 1 permitiu número maior de testes.

Tabela 105 — Valores selecionados de alguns parâmetros de processo com a finalidade de comparar os valores obtidos com os de duas amostras comerciais de países distintos

Parâmetro	Média das Verificações	Ótimo de produto	Ótimo de processo	Amostra comercial 1	Amostra comercial 2
<i>Span</i>	1,36	1,43	1,21	1,49	1,97
Área superficial específica (m ² /g)	0,303	0,267	0,301	0,085	0,233
Diâmetro de Sauter - D _{3,2} (µm)	19,8	22,4	20,0	70,2	25,7
d(0,1) (µm)	11,6	13,0	12,2	45,1	13,9
d(0,5) (µm)	22,7	25,7	22,2	102,4	65,4
d(0,9) (µm)	42,5	49,8	39,0	198,1	142,8
ΔE*	4,2	2,9	16,1	2,7	NA
Índice de Hausner	1,22	1,21	1,21	1,24	NA
Índice de Compressibilidade (%)	18	17	17	19	NA
<i>Lactobacillus bulgaricus</i> , UFC/g	3,9×10 ²	2,2×10 ²	1,7×10 ³	<10	NA
<i>Streptococcus thermophilus</i> , UFC/g	1,3×10 ⁵	1,4×10 ⁵	1,9×10 ⁴	1,6×10 ⁵	NA

Fonte: O Autor, 2014.

Nota: NA – Não avaliado. Valores referentes à distribuição de partículas obtidos dos laudos dos Anexos F e G.

Comparando-se o *span* das amostras é possível identificar que as distribuições obtidas na condição ótima de processo e na média das validações são mais homogêneas que as distribuições para a condição ótima de produto e a da Amostra comercial 1, que têm a mesma ordem de grandeza e que, mesmo apresentando maior heterogeneidade na distribuição, não são tão heterogêneas quanto a distribuição da Amostra comercial 2. Quanto aos diâmetros das partículas, observa-se nítida diferença entre os da Amostra comercial 1 em relação às outras quatro comparadas. De forma complementar ao diâmetro das partículas, a área

superficial específica da Amostra comercial 1 é a menor, se comparada com as outras quatro amostras. Os parâmetros mais úteis para comparar as amostras obtidas no estudo com a Amostra comercial 1 referem-se à cor, fluidez e microbiologia. Com relação à diferença de cor, observa-se que a condição ótima de produto difere da amostra comercial em 0,2 unidade, ou seja, elas têm praticamente a mesma cor. Caso a Amostra comercial 1 tivesse sido utilizada como padrão de cor para iogurte seco por atomização, a modelagem teria otimizado a cor do produto até valor próximo de zero para a diferença de cor. Com relação à fluidez do pó, observa-se que as amostras produzidas no estudo têm Índices de Hausner e de Compressibilidade muito próximos daqueles da Amostra comercial 1, todas classificadas na condição de fluidez razoável. Por fim, observa-se que a concentração de *Streptococcus thermophilus* é da mesma ordem de grandeza para as amostras produzidas no estudo e a Amostra comercial 1 e, para o caso de *Lactobacillus bulgaricus*, sua presença não foi observada na Amostra comercial 1. Portanto, é possível concluir que para alguns parâmetros tecnológicos importantes, os valores obtidos nos testes para verificação são comparáveis ao de uma amostra comercial, sugerindo eventual potencial econômico para o estudo.

7.7 CARACTERIZAÇÕES COMPLEMENTARES DO PROCESSO

Balanços de energia para o processo de secagem foram feitos de acordo com Strumillo e Kudra (1986) e Masters (1991; 2002), além de balanços de massa para a água e para o ar seco. Por meio desses valores foi possível a verificação de hipóteses feitas no início do estudo e a determinação de índices de desempenho do atomizador Tecnape SD-05. A realização desses cálculos estava prevista na Tabela 10. Os valores referentes aos ensaios realizados em triplicata na condição ótima de processo para pesos iguais na ponderação de produto e processo se encontram na Tabela 106.

A análise dos valores da entalpia do ar seco na entrada e saída da câmara de secagem permite verificar que a diferença entre os valores é bastante pequena, evidenciando que o processo de secagem ocorreu de forma isoentálpica no equipamento utilizado. De acordo com Strumillo e Kudra (1986, p. 128), se um processo de secagem ocorre de forma isoentálpica, o secador é considerado ideal (ou teórico), ou seja, é um secador em que não ocorrem perdas de calor

significativas e o calor é utilizado somente para o aumento da entalpia do ar de saída. Portanto, a hipótese de que o equipamento opera adiabaticamente é válida.

Masters (2002, p. 28) relata eficiências térmicas para a atomização da ordem de 60% a 88% e, para um equipamento com capacidade de evaporação de água de 1000 kg/h, um consumo específico de energia para a evaporação de água da ordem 3,8 MJ/kg a 4,8 MJ/kg. O AIChE (2003) informa que atomizadores que operam queima direta de combustível para o aquecimento do ar de entrada podem ter eficiências térmicas de 80% a 85%. Por outro lado, valores típicos para eficiências térmicas variando entre 28% e 64% e consumos específicos de energia para a evaporação de água da ordem de 3,5 MJ/kg a 8,0 MJ/kg (ENERGY MANAGER TRAINING, [200-]). Comparando esses valores com os observados para o SD-05, verifica-se que sua eficiência térmica é bem menor e seu consumo específico de energia bem maior que os informados para atomizadores industriais. Provavelmente isso ocorre pelo fato de o SD-05 ser um equipamento piloto, desenhado para testes de secagem e não para a produção em escala.

Tabela 106 — Parâmetros referentes a balanços de energia, de água e de ar seco para o processo de secagem de iogurte no atomizador Tecnape SD-05

Análise do processo	Ver. 1	Ver. 2	Ver. 3	Média ± D. Padrão
Entalpia do ar seco de entrada na câmara de secagem, kJ/kg	202,5	201,9	197,8	200,8 ± 2,5
Entalpia do ar seco de saída da câmara de secagem, kJ/kg	201,8	201,2	197,0	200,0 ± 2,6
Diferença entre as entalpias, kJ/kg	0,8	0,7	0,8	0,8 ± 0
Carga térmica do processo, MJ	55,5	56,0	54,1	55 ± 1
Consumo específico de energia, MJ/kg água evaporada	10,5	10,7	10,3	10,5 ± 0,2
Eficiência térmica da atomização, %	28	27	27	27,3 ± 0,5
Consumo específico de ar, kg ar seco/kg água evaporada	72,9	72,6	71,2	72 ± 1
Vazão de ar seco, kg/h	382	380	373	379 ± 5
Vazão de água introduzida pelo ar ambiente, kg/h	4,7	4,9	4,5	4,7 ± 0,2
Vazão de água gerada na combustão, kg/h	1,0	0,7	0,4	0,7 ± 0,3
Vazão de água no ar de entrada na câmara de secagem, kg/h	5,7	5,6	4,9	5,4 ± 0,4
Vazão de água alimentada na câmara de secagem, kg/h	5,3	5,3	5,3	5,3 ± 0
Vazão de água removida com o produto, kg/h	0,02	0,02	0,02	0,02 ± 0
Vazão de água no ar de saída do equipamento, kg/h	10,9	10,8	10,2	10,6 ± 0,4

Fonte: O Autor, 2014.

Com o conhecimento da vazão de água gerada na combustão é possível verificar a hipótese, admitida na seção 3.5.1, que a geração de gás carbônico da combustão tem contribuição irrelevante para a vazão mássica de ar seco. Com base no conhecimento da composição do GLP é possível, por meio de uma hipótese que sua composição seja uma mistura de iguais proporções de propano e butano, e que o processo de combustão seja completo, estimar a geração de 1,9 kg de gás carbônico para cada quilograma de água gerado na combustão. Com base na quantidade média de água gerada na combustão é plausível estimar a geração de gás carbônico de cerca de 1,3 kg/h, o que, comparado com a vazão média de ar de cerca de 380 kg/h, confirma a hipótese adotada, pois esse valor é menor que o desvio padrão observado dessa medida.

O fato de o ar ser aquecido por meio da combustão de GLP faz com que mais água seja introduzida no sistema além daquela carregada com o ar de entrada. Observou-se que essa quantidade foi, em média, da ordem de 15% nas condições estudadas. Obviamente que um sistema de aquecimento de ar por meio da queima de gás somente se justifica em equipamento piloto, cuja finalidade é a realização de testes de secagem, uma vez que o aumento da umidade do ar de entrada não favorece o processo de secagem.

Por fim, é possível verificar, por meio da pequena variabilidade nos parâmetros de desempenho, que o equipamento Tecnape SD-05 tem capacidade de gerar resultados reprodutíveis.

7.8 CONCLUSÕES DO ESTUDO DE OTIMIZAÇÃO E VERIFICAÇÃO EXPERIMENTAL DO MODELO

A abordagem de otimização multiobjetivo se mostrou adequada para a caracterização do sistema estudado, uma vez que as condições favoráveis à boa qualidade do produto conflitam com os índices de desempenho do processo de secagem. O modelo, construído por funções compostas e por fatores de ponderação nos objetivos conflitantes, mostrou-se adequado para estimar o comportamento do sistema, fato que permite o ajuste do atomizador em condições operacionais ótimas, de acordo com a qualidade do produto desejada.

8 CONCLUSÕES

Com base no exposto, é possível concluir que:

- a) foi possível estudar a secagem de iogurte natural batido em atomizador com disco rotativo em equipamento em escala piloto com a determinação de condições ótimas operacionais, tanto para a otimização da qualidade do produto quanto para a otimização do desempenho do processo de secagem;
- b) foi necessária a utilização de aditivos de secagem para a otimização do processo;
- c) a sílica pirogênica, dos aditivos estudados, foi o que mais beneficiou a qualidade do produto e o desempenho do processo;
- d) ação da sílica deveu-se, principalmente, à sua interferência na formação de pontes sólidas entre as partículas de iogurte;
- e) o método de otimização multiobjetivo mostrou-se adequado para a otimização da secagem por atomização nas condições do estudo;
- f) para condições operacionais de velocidade de rotação do disco de 26000 rpm, temperatura do ar de entrada na câmara de secagem de 160 °C e depressão na câmara de secagem de 140 mmH₂O, as condições ótimas de processo foram encontradas nas seguintes vazões de alimentação de iogurte natural batido adicionado de 3% (m/m) de sílica pirogênica: para o ótimo de qualidade produto, 10,3 kg/h; para o ótimo de desempenho de processo, 3,5 kg/h; e para a condição de pesos iguais entre produto e processo, 6,2 kg/h;
- g) foram determinados índices de desempenho para o atomizador Tecnape SD-05;
- h) o produto obtido não pode receber a denominação de “iogurte em pó”;
- i) o produto obtido, com relação a suas propriedades de escoamento, cor e quantidade de bactérias lácticas, é comparável a produto comercial.

REFERÊNCIAS

- ALDEIA, W. **Contribuição ao estudo dos mecanismos envolvidos na aglomeração esférica de sólidos em suspensão**. Universidade Federal de São Carlos. São Carlos, SP, p. 190. 2004. Tese de doutorado.
- AMERICAN INSTITUTE OF CHEMICAL ENGINEERS. **Spray dryers: a guide to performance evaluation**. 2. ed. New York: AIChE, 2003. AIChE Equipment Testing Procedure.
- AMORIM, P.; GÜNTHER, H.-O.; ALMADA-LOBO, B. Multi-objective integrated production and distribution planning of perishable products. **Int. J. Production Economics**, v. 138, p. 89-101, 2012.
- ANANTA, E.; VOLKERT, M.; KNORR, D. Cellular injuries and storage stability of spray-dried *Lactobacillus rhamnosus* GG. **International Dairy Journal**, v. 15, p. 399-409, 2005.
- ANVISA. **Resolução da Diretoria Colegiada – RDC n. 45, de 03 de novembro de 2010**. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Brasília, p. 27. 2010. Dispõe sobre aditivos alimentares autorizados para uso segundo as Boas Práticas de Fabricação (BPF).
- ASHRAF, R.; SHAH, N. P. Selective and differential enumerations of *Lactobacillus delbrueckii subsp. bulgaricus*, *Streptococcus thermophilus*, *Lactobacillus acidophilus*, *Lactobacillus casei* and *Bifidobacterium spp.* in yoghurt — A review. **International Journal of Food Microbiology**, v. 149, p. 194-208, 2011.
- BARBOSA-CÁNOVAS, G. V. et al. **Food Powders: physical properties, processing and functionality**. New York: Kluwer, 2005. Cap. 12.
- BARBOSA-CÁNOVAS, G. V.; JULIANO, P. Physical and chemical properties of food powders. In: ONWULATA, C. **Encapsulated and Powdered Foods**. Boca Raton: Taylor & Francis, 2005. Cap. 3, p. 39-67.
- BAS, D.; BOYACL, I. H. Modeling and optimization I: usability of response surface methodology. **Journal of Food Engineering**, v. 78, p. 836-45, 2007.
- BAYARRI, S. et al. Impact of sensory differences on consumer acceptability of yoghurt and yoghurt-like products. **International Dairy Journal**, v. 21, p. 111-8, 2011.
- BHANDARI, B.; ADHIKARI, B. Glass-transition based approach in drying of foods. In: RATTI, C. **Advances in Food Dehydration**. Boca Raton: CRC, 2009. Cap. 2, p. 37-58.
- BIELECKA, M. et al. Microbiological changes in modified yoghurts during manufacture and storage. **Food Biotechnology**, p. 283-9, 2000.
- BIRCHAL, V. S. et al. Spray Dryers: Modeling and Simulation. **Drying Technology**, v. 24, n. 3, p. 359-371, 2006.
- BOYAVAL, P.; SCHUCK, P. Le séchage des microorganismes par atomisation. **Industries Alimentaires et Agricoles**, v. 111, p. 807-18, nov.-dec. 1994. Cahier scientifique.

BRASIL. MAPA. DIPOA. Instrução Normativa N° 46 de 23 de outubro de 2007. **Diário Oficial da União**, Brasília, 24 out. 2007. 4-7. Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leites Fermentados.

BRASIL. MINISTÉRIO DO DESENVOLVIMENTO, INDÚSTRIA E COMÉRCIO EXTERIOR. INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA - INMETRO. Atualização do Quadro Geral de Unidades de Medida adotado pelo Brasil. Portaria nº 590, de 02 de dezembro de 2013. **Diário Oficial da União**, Brasília, p. 102, 9 dez 2013. Seção 1.

BRUHN, C. M. Consumer attitudes and perceptions. In: TAUB, I. A.; SINGH, R. P. **Food Storage Stability**. Boca Raton: CRC, 1998. p. 507-17.

BRUTTEL, P.; SCHLINK, R. **Water determination by Karl Fischer titration**. Metrohm. Herisau, p. 81. 2003. Monografia Metrohm 8.026.5003.

CADWALLADER, K. R.; WEENEN, H. **Freshness and Shelf Life of Foods**. Washington: American Chemical Society, 2002. ACS Symposium Series 836.

CARDELLO, A. V. Perception of food quality. In: TAUB, I. A.; SINGH, R. P. **Food Storage Stability**. Boca Raton: CRC, 1998. p. 1-37.

CHEESEMAN, M. A. **Agency Response Letter GRAS Notice No. GRN 000321**. U. S. Food and Drug Administration. Washington. 2010.

CHEN, K.-N.; CHEN, M.-J. Statistical optimization: response surface methodology. In: ERDOGDU, F. **Optimization in Food Engineering**. Boca Raton: CRC, 2009. Cap. 6, p. 115-39.

CHEN, K.-N.; CHEN, M.-J. Statistical Optimization: Response Surface Methodology. In: ERDOGDU, F. **Optimization in Food Engineering**. Boca Raton: CRC, 2009. Cap. 6.

CLYDESDALE, F. M. Color: origin, stability, measurement, and quality. In: TAUB, I. A.; SINGH, R. P. **Food Storage Stability**. Boca Raton: CRC, 1998. p. 175-89.

COLLINS-THOMPSON, D. L.; BUNNING, V. K. Thermotolerant microorganisms and heat resistance measurements. In: VANDERZANT, C.; SPLITTSTOESSER, D. F. **Compendium of methods for the microbiological examination of foods**. 3. ed. Washington, DC: American Public Health Association, 1992. Cap. 10, p. 169-181.

DESMOND, C. et al. Improved survival of *Lactobacillus paracasei* NFBC 338 in spray-dried powders containing gum acacia. **Journal of Applied Microbiology**, v. 93, p. 1003-11, 2002.

DEVENTER, H. V.; HOUBEN, R. **New Atomization Nozzle for Spray Drying**. European Drying Conference - EuroDrying'2011. Palma, Balearic Island, Spain: [s.n.]. 2011.

DITTMAN, F. W.; COOK, E. M. Establishing the parameters for a spray dryer. **Chemical Engineering**, p. 108-12, Jan. 17. 1977.

DRYING. In: SEIDEL, A. **Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology**. 5. ed. Hoboken: Wiley-Interscience, v. 9, 2007. p. 93-141.

ENERGY MANAGER TRAINING. **Best Practice Manual: dryers**. Energy Manager Training. New Delhi, p. 39. [200-].

ERBAY, Z. et al. Optimization of spray drying process in cheese powder production. **Food and Bioproducts Processing**, 2014. No prelo. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fbp.2013.12.008>.

ERDOGDU, F. Optimization: an introduction. In: ERDOGDU, F. **Optimization in Food Engineering**. Boca Ratón: CRC, 2009. Cap. 5.

EUROMONITOR INTERNATIONAL. **Yoghurt and Sour Milk Drinks in Brazil**. [S.l.], p. 66. 2011.

EVONIK. **Basic characteristics of Aerosil fumed silica**. Evonik Industries AG. Hanau. 2006. Technical Bulletin Fine Particles 11.

EVONIK. **Aerosil - invented to improve**. Evonik Industries AG. Hanau, p. 22. 2011. Apresentação em Power Point.

EVONIK. **Aerosil 200 - Hydrophilic fumed silica -Product Information**. Evonik Industries AG. Hanau, p. 2. 2013a.

EVONIK. **Aerosil 200 F - Hydrophilic fumed silica - Product Information**. Evonik Industries AG. Hanau, p. 4. 2013b.

EVONIK. **Aerosil 200 Pharma - Colloidal silicon dioxide - Product Information**. Evonik Industries AG. Hanau, p. 2. 2013c.

EVONIK. **Sipernat and Aerosil - an essential in industrial powder technology**. Evonik Industries AG. Hanau, p. 12. 2013d. Technical Information 1360.

EVONIK. **Sipernat specialty silica and Aerosil fumed silica as flow aid and anticaking agent**. Evonik Industries AG. Hanau, p. 12. 2013e. Technical Information TI 1351.

EVONIK. **Sipernat specialty silica and Aerosil fumed silica in spray drying applications**. Evonik Industries AG. Hanau, p. 4. 2013f. Technical Information 1365.

FAO/WHO. **Evaluation of Health and Nutritional Properties of Powder Milk with Live Lactic Acid Bacteria**. Food and Agriculture Organization of the United Nations. Córdoba, Argentina, p. 34. 2001.

FAO/WHO. Standard for fermented milks. **Codex Alimentarius**, 2003. Disponível em: <<http://www.codexalimentarius.org>>. Acesso em: 6 set. 2012. CODEX STAN 234-2003.

FIESP-ITAL. **Brasil Food Trends 2020**. Federação das Indústrias do Estado de São Paulo; Instituto de Tecnologia de Alimentos. São Paulo. 2010. 173 p.

FILKOVÁ, I.; HUANG, L. X.; MUJUMDAR, A. S. Industrial spray drying systems. In: MUJUMDAR, A. S. **Handbook of Industrial Drying**. 3. ed. Boca Raton: CRC, 2006. Cap. 10, p. 215-56.

FRIEDMAN, S. J.; GLUKERT, F. A.; MARSHALL, JR., W. R. Centrifugal disk atomization. **Chemical Engineering Progress**, v. 48, n. 4, p. 181-91, Apr. 1952.

FRITZEN-FREIRE, C. B. et al. Microencapsulation of bifidobacteria by spray drying in the presence of prebiotics. **Food Research International**, v. 45, p. 306-12, 2012.

FU, N.; CHEN, X. D. Towards a maximal cell survival in convective thermal drying processes. **Food Research International**, v. 44, p. 1127-49, 2011.

GAIANI, C. et al. How surface composition of high milk proteins powder is influenced by spray-drying temperature. **Coloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 75, p. 377-84, 2010.

GEA NIRO. Technologies. **GEA Niro**, 2012. Disponível em: <<http://www.niro.com>>. Acesso em: 18 setembro 2012.

GERGELY, S.; BEKASSY-MOLNAR, E.; VATAI, G. The use of multiobjective optimization to improve wine filtration. **Journal of Food Engineering**, v. 58, p. 311-316, 2003.

GOÑI, S. M.; SALVADORI, V. O. Model-based multi-objective optimization of beef roasting. **Journal of Food Engineering**, v. 111, p. 92-101, 2012.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Effect of maltodextrin addition during spray drying of tomato pulp in dehumidified air: drying kinetics and product recovery. **Drying Technology**, v. 26, n. 6, p. 714-25, May 2008.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. A new technique for spray drying orange juice concentrate. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 11, p. 342-51, 2010.

HUNTER LAB. **CIE L*a*b* color scale**, 2012. Disponível em: <<http://www.hunterlab.com>>. Acesso em: 7 ago. 2012. Application Note Archive, v. 8, n. 7.

HUNTER LAB. **Hunter L, a, b color scale**, 2012. Disponível em: <<http://hunterlab.com>>. Acesso em: 7 ago. 2012. Applications Note, v. 8, n. 9.

HUNTER LAB. **Hunter L, a, b, versus CIE 1976 L* a* b***, 2012. Disponível em: <<http://hunterlab.com>>. Acesso em: 7 ago. 2012. Applications Note, v. 13, n. 2.

HUNTINGTON, D. H. The influence of the spray drying process on product properties. **Drying Technology**, v. 22, n. 6, p. 1261-87, Jul. 2004.

IDF. **Yoghurt - Enumeration of characteristics micro-organisms - Colony-count technique at 37 °C**. International Dairy Federation. Bruxelas. 2003. 11 p. IDF 117:2003; ISO 7889.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4. ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008. 1020 p. Disponível em: <<http://www.ial.sp.gov.br/>>. p. 105. Versão eletrônica.

ISLAM, M. I. U.; LANGRISH, T. A. G.; CHIOU, D. Particle crystallization during spray drying in humid air. **Journal of Food Engineering**, v. 99, p. 55-62, 2010.

JANGAM, S. V.; THORAT, B. N. Optimization of Spray Drying of Ginger Extract. **Drying Technology**, v. 28, n. 12, p. 1426-1434, 2010.

KEARNEY, N. et al. Development of a spray dried probiotic yoghurt containing *Lactobacillus paracasei* NFBC 338. **International Dairy Journal**, v. 19, p. 684-9, 2009.

KILES, O. P. P.; ASSIS, R. B.; SOARES, P. A. D. **Secagem de logurte em Spray Dryer - Análise do Processo**. Escola de Engenharia Mauá. São Caetano do Sul, p. 109. 2012. Trabalho de Conclusão de Curso.

KOC, B. et al. Spray drying of yogurt: optimization of process conditions for improving viability and other attributes. **Drying Technology**, v. 28, p. 495-507, 2010.

KUMAR, P.; MISHRA, H. N. Yoghurt powder - a review of process technology, storage and utilization. **Food and Bioproducts Processing**, v. 82(C2), p. 133-42, Jun. 2004.

LANGRISH, T. A. G. Multi-scale mathematical modelling of spray dryers. **Journal of Food Engineering**, v. 93, p. 218-228, 2009.

LANGRISH, T. A. G.; CHAN, W. C.; KOTA, K. Comparison of maltodextrin and skim milk wall deposition rates in a pilot-scale spray dryer. **Powder Technology**, v. 179, p. 84-9, 2007.

LEITE, J. T. D. C.; MURR, F. E. X.; PARK, K. J. Transições de fases em alimentos: influência no processamento e armazenagem. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v. 7, n. 1, p. 83-96, 2005.

LIAN, W.-C.; HSIAO, H.-C.; CHOU, C.-C. Survival of bifidobacteria after spray-drying. **International Journal of Food Microbiology**, v. 74, p. 79-86, 2002.

LONGO, G. **Influência da adição de lactase na produção de iogurtes**. Universidade Federal do Paraná. Curitiba, p. 89. 2006. Dissertação de Mestrado.

LUNA-SOLANO, G. et al. Optimization of brewer's yeast spray drying process. **Journal of Food Engineering**, v. 68, p. 9-18, 2005.

MASTERS, K. **Spray Drying Handbook**. 5. ed. New York: Longman, 1991.

MASTERS, K. Spray dryers. In: BAKER, C. G. J. **Industrial Drying of Foods**. London: Blackie, 1997. Cap. 5, p. 90-114.

MASTERS, K. **Spray Drying in Practice**. Charlottenlund: SprayDryConsult International APS, 2002.

MENG, X. C. et al. Anhydrobiotics: The challenges of drying probiotic cultures. **Food Chemistry**, v. 106, p. 1406-16, 2008.

MESTE, M. L. et al. Glass transition and food technology: a critical appraisal. **Journal of Food Science**, v. 67, n. 7, p. 2444-58, 2002.

MEZHERICHER, M. **Theoretical Modelling of Spray Drying Processes: Volume 1**. Drying Kinetics, Two and Three Dimensional CFD Modelling. Saarbrücken: LAP Lambert, 2011.

MORITZ, A. R. **Existe Cor em Nossas Vidas**: a colorimetria aplicada em nossos dias. [São Paulo]: Edição do autor, 2011. ISBN 978-85-912064-0-7.

MURUGESAN, R.; ORSAT, V. Spray drying for the production of nutraceutical ingredients - a review. **Food Bioprocess Technology**, v. 5, p. 3-14, 2012.

NETO, B. D. B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como Fazer Experimentos**: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria. Campinas: Editora da Unicamp, 2002.

NIST/SEMATECH. **How Can I Tell if a Model Fits my Data?**, 2012. Disponível em: <<http://www.itl.nist.gov/div898/handbook/index.htm>>. Acesso em: 7 Aug. 2012. e-Handbook of Statistical Methods.

OLIVEIRA, O. W.; PETROVICK, P. R. Secagem por aspersão (spay drying) de extratos vegetais: bases e aplicações. **Brazilian Journal of Phamacognosy**, v. 20, n. 4, p. 641-50, ago./set. 2010.

OSTI, A. P.; CASSENS, B. N.; REZENDE, D. **Estudo do Processo de Secagem de logurte em Spray Dryer**. Escola de Engenharia Mauá. São Caetano do Sul, p. 65. 2011. Trabalho de Conclusão de Curso.

PATEL, R. P.; PATEL, M. P.; SUTHAR, A. M. Spray drying technology: an overview. **Indian Journal of Science and Technology**, v. 2, p. 44-7, Oct. 2009.

PEIGHAMBARDOUST, S. H.; TAFTI, A. G.; HESARI, J. Application of spray drying for preservation of lactic acid starter cultures: a review. **Trends in Food Science & Technology**, 2001. doi:10.1016/j.tifs.2011.01.009, article in press.

PIETSCH, W. Size Enlargement by Agglomeration. In: FAYED, M. E.; OTTEN, L. **Handbook of Powder Science and Technology**. New York: Chapman & Hall, 1997. Cap. 6, p. 202-377.

PINTO, J. M.; GUT, J. A. W. **Métodos contínuos de otimização de processos**. São Paulo: DEQ-EP-USP, 2009. Apostila.

PURLIS, E. Baking process design based modelling and simulation: Towards optimization of bread baking. **Food Control**, v. 27, p. 45-52, 2012.

QUEK, S. Y.; CHOK, N. K.; SWEDLUND, P. The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders. **Chemical Engineering and Processing**, v. 46, p. 386-392, 2007.

RAO, S. **Engineering Optimization**: theory and practice. 4. ed. Hoboken: John Wiley, 2009.

RAWLE, A. The importance of particle sizing to the coatings industry part 1: particle size measurement. **Advances in Colour Science and Technology**, v. 5, n. 1, p. 1-12, Jan. 2002.

REINHOLD, M.; HORST, C.; HOFFMANN, U. Experimental and theoretical investigations of a spray dryer with simultaneous chemical reaction. **Chemical Engineering Science**, v. 56, p. 1657-65, 2001.

RIBEIRO, E. P.; SERAVALLI, E. A. G. **Química de Alimentos**. São Paulo: Edgard Blücher; Instituto Mauá de Tecnologia, 2004.

ROUSTAPOUR, O. R.; HOSSEINALIPOUR, M.; GHOBADIAN, B. An experimental investigation of lime juice drying in a pilot plant spray dryer. **Drying Technology**, v. 24, n. 2, p. 181-8, 2006.

SEMYONOV, D.; RAMON, O.; SHIMONI, E. Using ultrasonic vacuum spray dryer to produce highly viable dry probiotics. **LWT - Food Science and Technology**, v. 44, p. 1844-52, 2011.

SENDÍN, J. O. H.; ALONSO, A. A.; BANGA, J. R. Efficient and robust multi-objective optimization of food processing: A novel approach with application to thermal sterilization. **Journal of Food Engineering**, v. 98, p. 317-324, 2010.

SENG, C. K.; RANGAIAH, G. P. Multi-Objective Optimization in Food Engineering. In: ERDOGDU, F. **Optimization in Food Engineering**. Boca Ratón: CRC, 2009. Cap. 8.

SHARMA, S.; RANGAIAH, G. P.; CHEAH, K. S. Multi-objective optimization using MS Excel with an application to design of a falling-film evaporator system. **Food and Bioproducts Processing**, v. 90, p. 123-134, 2012.

SHINOHARA, K. Fundamental and Rheological Properties of Powders. In: FAYED, M. E.; OTTEN, L. **Handbook of Powder Science and Technology**. 2. ed. New York: Chapman & Hall, 1997. Cap. 4, p. 96-145.

SINGH, R. P.; HELDMAN, D. R. **Introduction to Food Engineering**. New York: Academic Press, 1993. p. 139-140.

SOUZA, A. R. D. et al. **Secagem de logurte em Spray Dryer - Estudo do Produto**. Escola de Engenharia Mauá. São Caetano do Sul, p. 99. 2012. Trabalho de Conclusão de Curso.

STENCL, J. Modelling the water sorption isotherms of yoghurt powder spray. **Mathematics and Computers in Simulation**, v. 65, p. 157-64, 2004.

STRUMILLO, C.; KUDRA, T. **Drying: principles, applications and design**. New York: Gordon and Breach, 1986. 448 p.

TELANG, A. M.; THORAT, B. N. Optimization of Process Parameters for Spray Drying of Fermented Soy Milk. **Drying Technology**, v. 28, n. 12, p. 1445-1456, 2010.

TEÓFILO, R. F.; FERREIRA, M. M. C. Quimiometria II: planilhas eletrônicas para cálculos de planejamentos experimentais, um tutorial. **Química Nova**, v. 29, n. 2, p. 338-50, 2006.

THAKUR, M.; WANG, L.; HURBURGH, C. R. A multi-objective optimization approach to balancing cost and traceability in bulk grain handling. **Journal of Food Engineering**, v. 101, p. 193-200, 2010.

THOMSON, F. M. Storage and flow of particulate solids. In: FAYED, M. E.; OTTEN, L. **Handbook of Powder Science and Technology**. 2. ed. New York: Chapman & Hall, 1997. p. 427.

TONELI, J. et al. Spray-Drying Process Optimization of Chicory Root Inulin. **Drying Technology**, v. 28, n. 3, p. 369-379, 2010.

TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced by spray drying. **Journal of Food Engineering**, v. 88, p. 411-18, 2008.

TRIBOLI, E. P. D. R.; GUT, J. A. W. **Study of Spray Dried Yoghurt Production in a Pilot Scale Equipment**. Online Proceedings of the 2013 AIChE Annual Meeting. San Francisco, EUA: AIChE. 2013.

TURCHIULI, C. et al. Evolution of particle properties during spray drying in relation with stickiness and agglomeration control. **Powder Technology**, v. 208, p. 433-40, 2011.

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO. ESCOLA POLITÉCNICA. DIVISÃO DE BIBLIOTECA. **Diretrizes para a apresentação de dissertações e teses**. 4. ed. São Paulo: Divisão de Biblioteca da EPUSP, 2013. 91 p.

USP 37. Bulk density and tapped density of powders. In: _____ **United States Pharmacopeia**. 37. ed. Rockville: [s.n.], 2014a. Cap. Physical tests. Disponível em: <<http://www.uspnf.com/>>. Acesso em: 16 julho 2014. Monografia 616, p. 298.

USP 37. Powder flow. In: _____ **United States Pharmacopeia**. 37. ed. Rockville: [s.n.], 2014b. Cap. General Information. Disponível em: <<http://www.uspnf.com/>>. Acesso em: 16 julho 2014. Monografia 1174, p. 1051.

VALIDI, S.; BHATTACHARYA, A.; BYRNE, P. J. A case analysis of a sustainable food supply chain distribution system - A multi-objective approach. **Int. J. Production Economics**, v. 152, p. 71-87, 2014.

WALTON, D. E.; MUMFORD, C. J. Spray dried products - characterization of particle morphology. **Trans IChemE**, v. 77A, p. 21-38, Jan. 1999.

WOO, M. W. et al. Optimizaiton of spray drying operating parameters - a quick trial-and-error method. **Drying Technology**, v. 25, p. 1741-47, 2007.

WOO, M. W. et al. Controlling food powder deposition in spray dryers: wall surface energy manipulation as an alternative. **Journal of Food Engineering**, v. 94, p. 192-8, 2009.

YOUNGS, R. The improved energy efficiency of modern spray dryers. **Heat Recovery Systems**, v. 6, n. 3, p. 217-23, 1986.

ZHURAVLEV, L. T. The surface chemistry of amorphous silica - Zhuravlev model. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 173, p. 1-38, 2000.

GLOSSÁRIO

Os termos deste glossário foram escolhidos com a intenção de facilitar o entendimento dos laudos de distribuição de tamanho de partículas.

Área de superfície específica aparente – também área superficial específica ou apenas área específica é dada em m^2/cm^3 . Com auxílio do valor da densidade é transformada em m^2/g . A relação entre a área total da partícula e sua massa é dada pela expressão:

$$A_{SE} = \frac{6 \sum_i \frac{v_i}{d_i}}{\rho \sum_i v_i} = \frac{6}{\rho D_{3,2}}$$

em que, A_{SE} representa a área superficial específica, v_i é o volume relativo ao diâmetro d_i , $D_{3,2}$ é o diâmetro de Sauter e ρ é a massa específica do material (valor não medido e admitido, por hipótese, igual a 2,65).

D[v, 0,1] – ou $d(v, 0,1)$ ou ainda $d_{0,1}$, diâmetro da esfera equivalente (de mesmo volume) abaixo do qual se encontram 10% das partículas.

D[v, 0,5] – ou $d(v, 0,5)$ ou ainda $d_{0,5}$, diâmetro da esfera equivalente (de mesmo volume) abaixo do qual se encontram 50% das partículas. Esse valor representa a mediana da distribuição, informando que metade da população se encontra abaixo e que a outra metade se encontra acima desse valor. É comum que para distribuições de tamanho de partículas a mediana seja representada apenas por D50 ou d50 (ou, ainda, x50, de acordo com algumas recomendações de normas ISO). A simbologia $Dv50$, ou $Dv0,5$, ou ainda $D[v, 0,5]$ é utilizada para a mediana do diâmetro de partícula para uma distribuição com base em volumes, enquanto que $Dn50$ (e suas variações) é utilizada para distribuições com base na frequência numérica e $Ds50$ (e suas variações) indica distribuições com base na superfície. Uma vez que o resultado primário de uma análise de partículas por difração a *laser* é uma distribuição de volume, é usual que quando se faz referência da mediana, D50, é a mediana com base na distribuição de volumes que está sendo considerada, $Dv50$, sem a indicação explícita dada

pela letra “v”. Esse parâmetro estatístico é um dos mais fáceis de ser compreendido e também um dos mais significativos para as distribuições de tamanhos de partículas.

D[v, 0,9] – ou $d(v, 0,9)$ ou ainda $d_{0,9}$, diâmetro da esfera equivalente (de mesmo volume) abaixo do qual se encontram 90% das partículas

Densidade – ou massa específica é uma propriedade do particulado. O valor da densidade é utilizado no cálculo da área superficial específica. O equipamento Mastersizer 2000 (Malvern, Reino Unido) utiliza o valor $\rho = 2,65$ (não determinado) nas análises como parâmetro interno. O valor da densidade não interfere no cálculo dos resultados da análise de distribuição de tamanho de partículas por difração a *laser*.

Diâmetro médio de De Brouckere – também momento (estatístico) médio de volume ou massa, representado por $D[4,3]$ ou variações dessa simbologia. A técnica de análise por difração a *laser* calcula, inicialmente, uma distribuição com base nos volumes das partículas e é por isso que esse parâmetro aparece com destaque. Sua expressão é dada por:

$$D[4,3] = \frac{\sum_i D_i^4 f_i}{\sum_i D_i^3 f_i}$$

em que, $D[4,3]$ é o diâmetro médio de De Brouckere para uma distribuição de partículas e f_i é a frequência numérica com que o diâmetro D_i aparece na amostra.

Diâmetro médio de Sauter – também momento (estatístico) médio de área superficial, representado por $D[3,2]$ ou variações dessa simbologia. É de grande importância em tecnologia de sistemas particulados porque é o diâmetro esférico equivalente mais apropriado para representar a distribuição de tamanhos de partículas em cálculos de escoamento de fluidos. Sua expressão é dada por:

$$D[3,2] = \frac{\sum_i D_i^3 f_i}{\sum_i D_i^2 f_i}$$

em que, $D[3,2]$ é o diâmetro médio de Sauter para uma distribuição de partículas e f_i é a frequência numérica com que o diâmetro D_i aparece na amostra.

Span – é uma medida da largura da distribuição de tamanho de partículas e também serve como um índice de dispersão das partículas e é dado pela expressão:

$$span = \frac{d(x, 0,9) - d(x, 0,1)}{d(x, 0,5)}$$

em que, x representa genericamente o tipo de distribuição, podendo ser, v , s , c e n , correspondendo, respectivamente, a distribuições com base no volume, na superfície, no comprimento e numérica, e d , os diâmetros com base na distribuição de volumes correspondentes aos percentis 10, 50 e 90 da distribuição de partículas.

APÊNDICE A - PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Os planejamentos experimentais são utilizados para a investigação dos efeitos das variáveis de interesse definidas, em faixas predeterminadas, e de suas possíveis interações na resposta, ou respostas, de um sistema, de forma que permitem a construção de modelos matemáticos empíricos para os fenômenos estudados. Os efeitos são calculados com o auxílio de uma matriz de coeficientes de contraste ou por meio de cálculo matricial, cuja metodologia detalhada é encontrada em obras especializadas e tem como base o ajuste de polinômios por meio do método dos mínimos quadrados (TEÓFILO e FERREIRA, 2006; NETO, SCARMINIO e BRUNS, 2002).

Nos casos em que é inconveniente, ou difícil, a realização de repetições autênticas do ensaio, normalmente se inclui um experimento no centro do planejamento, empregando-se o valor médio das variáveis estudadas, para contornar esse problema e obter uma boa estimativa dos erros. A utilização de ponto central permite a avaliação da significância dos efeitos ou coeficientes, tanto em planejamentos como em superfícies de resposta. Além dessa vantagem, é possível estimar um modelo razoável e verificar se há falta de ajuste. Planejamentos fatoriais de dois níveis, completos ou fracionários, podem estimar apenas efeitos principais e interações entre as variáveis. Planejamentos fatoriais de três níveis, ou seja, com ponto central, podem estimar, além disso, o índice de curvatura na resposta (TEÓFILO e FERREIRA, 2006).

Por exemplo, o planejamento experimental proposto na parte inicial do presente trabalho é um delineamento fatorial completo com três variáveis em dois níveis e com ponto central, o que introduz um nível intermediário entre as variáveis no estudo. Com as informações obtidas é possível o ajuste potencial de um polinômio na forma da expressão (59), apresentada a seguir:

$$\hat{y} = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{123}x_1x_2x_3 + e \quad (59)$$

Em que, $\hat{y}$ é o valor do parâmetro estimado pelo modelo; b_0 é o valor da média de todas as respostas obtidas; b_1 , b_2 e b_3 são os coeficientes relacionados com as variáveis x_1 , x_2 e x_3 ,

respectivamente; b_{12} , b_{13} e b_{23} são os coeficientes para as interações x_1x_2 , x_1x_3 e x_2x_3 , respectivamente; b_{123} é o coeficiente para a interação $x_1x_2x_3$, e e é o erro aleatório associado ao modelo.

A identificação dos efeitos e coeficientes significativos é feita por meio de análise de variância (ANOVA), de forma que, além do coeficiente b_0 , somente os coeficientes considerados significativos são utilizados na expressão (59). As avaliações da significância para a decisão estatística, tanto para os efeitos quanto para os coeficientes do modelo, são realizadas por meio do teste t relativo à distribuição de *Student*, por meio do valor p. Os testes de hipóteses são realizados, usualmente, com um nível de significância α igual a 0,05, o que representa nível de confiança de 95% na aceitação da hipótese. Normalmente formula-se uma hipótese nula que pressupõe que o valor do efeito de um parâmetro na resposta do sistema confunde-se com o valor do erro puro, ou seja, não há efeito. Isso é verificado comparando-se o valor p com o valor da significância. Assim, se $p \leq \alpha$, rejeita-se a hipótese nula e considera-se o efeito, e seu respectivo coeficiente, significativo para a construção do modelo empírico (NETO, SCARMINIO e BRUNS, 2002).

A qualidade do ajuste do modelo normalmente é verificada por meio de análise de variância e por análise de resíduos. Em termos práticos, um bom modelo deve ter regressão significativa e falta de ajuste não significativa, ou seja, a variação não explicada pela regressão deve ser, em sua maior parte, explicada por erros experimentais e não pela falta de ajuste do modelo. O valor do coeficiente de determinação representa a fração de variação explicada pelo modelo (regressão) em relação à variação total observada. Nesse cálculo exclui-se da expressão a variação causada pelos resíduos, formados pelo erro puro e pela falta de ajuste do modelo. Portanto, esse coeficiente de determinação informa a *variação explicada pelo modelo*. Contudo, o erro puro em nada contribui para explicar o modelo. Levando-se isso em conta, o valor do coeficiente de determinação é novamente calculado, excluindo-se a contribuição do erro puro na variação total observada, o que determina que seu valor seja inferior a 1 (100%). O coeficiente de determinação calculado dessa maneira informa a *variação explicável pelo modelo*, uma vez que, tendo expurgado o erro puro, leva em conta apenas a variação explicada pela regressão e a variação explicada pela falta de ajuste do modelo. Obviamente, o percentual de variação explicado é inferior ao percentual de variação explicável e, quanto

mais os dois valores sejam próximos, melhor o ajuste do modelo (NETO, SCARMINIO e BRUNS, 2002; TEÓFILO e FERREIRA, 2006).

Outra maneira de verificar a qualidade de um ajuste é por meio da análise de resíduos, ou seja, a diferença existente entre os valores efetivamente medidos e os valores calculados pela regressão para a variável. Se os resíduos forem pequenos e apresentarem comportamento aleatório tem-se uma indicação de bom ajuste; contudo, se a distribuição de resíduos apresentar padrão gráfico definido, sugerindo uma reta ou uma curva, tem-se sinal evidente que a expressão matemática não se ajusta bem aos dados (NIST/SEMATECH, 2012).

A metodologia de superfície de resposta (MSR) utiliza a construção de modelos matemáticos empíricos, geralmente com funções lineares ou quadráticas, para descrever o sistema em estudo. Caso o modelo se mostre adequado para fazer estimativas, ele pode ser utilizado para a otimização do sistema por meio do deslocamento na superfície até a região em que exista ponto de máximo ou mínimo (TEÓFILO e FERREIRA, 2006). Entretanto, se os limites inferiores ou superiores do espaço amostral forem definidos por razões práticas, a condição ótima pode se localizar em uma fronteira da região viável. A abordagem empírica é normalmente empregada para a melhoria e otimização de processos em ambientes industriais, contudo a MSR tornou-se muito difundida em estudos de otimização, mesmo no meio acadêmico (BAS e BOYACL, 2007; CHEN e CHEN, 2009).

Caso a análise dos resultados se demonstre promissora, o procedimento de otimização das variáveis de processo, por meio do estabelecimento de funções objetivo de minimização ou maximização do valor de determinado parâmetro, poderá ser desencadeado, com a utilização da metodologia de superfícies de resposta (MSR). Nesse caso, novo planejamento deverá ser realizado com a finalidade de determinar espaço amostral mais adequado ao estudo, orientado pelo método da máxima inclinação (NETO, SCARMINIO e BRUNS, 2002).

APÊNDICE B – DETERMINAÇÃO DA FRONTEIRA DE PARETO

O processo de otimização e consequente determinação da fronteira de Pareto para as variáveis X_1 , Aerosil, e X_2 , vazão de alimentação, no espaço compreendido entre $-\alpha$ e $+\alpha$ para ambas; f_{prod} , função composta dos índices de qualidade do produto; f_{proc} , função composta dos índices de desempenho do processo de secagem e f , função objetivo foi realizado de acordo com as seguintes etapas:

- a) escolheu-se o valor mínimo do fator de ponderação para o produto, φ^{prod} ;
- b) minimizou-se o valor da função objetivo com auxílio da ferramenta Solver da planilha Microsoft Excel, obtendo-se os valores ótimos de X_1^* , X_2^* e f^* ;
- c) calculou-se o valor ótimo de y_i^* , com os valores de X_1^* e X_2^* ;
- d) calcularam-se os valores ótimos das respostas R_i^* , com os valores de y_i^* , y_i^{max} e y_i^{min} ;
- e) calcularam-se f_{prod}^* e f_{proc}^* , com R_i^* e o peso relativo de cada resposta;
- f) calculou-se, com o valor escolhido do fator de ponderação e os valores de f_{prod}^* e f_{proc}^* , a contribuição parcial de cada parcela da função objetivo e, obviamente, a soma das contribuições deve fornecer o mesmo valor já obtido para f^* ;
- g) calculou-se, com base em valor incremental definido, novo valor para o fator de ponderação para o produto, φ^{prod} e repetiu-se o processo já descrito até que fossem calculados todos os parâmetros citados para o caso de $\varphi^{prod} = 1$, seu valor máximo.

Esse procedimento gerou a Tabela 107, apresentada a seguir, que permitiu a construção de gráficos das soluções ótimas para o problema.

Tabela 107 — Resultados para o processo de otimização do modelo matemático em função do fator de ponderação φ^{prod}

φ^{prod}	Variáveis otimizadas		Funções otimizadas		
	X_1^*	X_2^*	f_{prod}^*	f_{proc}^*	f^*
0,00	1,41	-1,41	0,388	0,000	0,000
0,05	1,41	-1,41	0,388	0,000	0,019
0,10	1,41	-1,41	0,388	0,000	0,038
0,15	1,41	-1,41	0,388	0,000	0,058
0,20	1,41	-1,41	0,388	0,000	0,077
0,25	1,41	-1,41	0,388	0,000	0,097
0,30	1,41	-1,41	0,388	0,000	0,116
0,35	1,41	-1,41	0,388	0,000	0,136
0,40	1,41	-1,21	0,352	0,023	0,154
0,45	1,41	-0,91	0,305	0,057	0,169
0,50	1,41	-0,67	0,274	0,084	0,179
0,55	1,41	-0,47	0,254	0,107	0,188
0,60	1,41	-0,31	0,240	0,125	0,194
0,65	1,41	-0,17	0,231	0,141	0,199
0,70	1,41	-0,05	0,224	0,155	0,203
0,75	1,41	0,05	0,220	0,167	0,206
0,80	1,41	0,14	0,217	0,177	0,209
0,85	1,41	0,22	0,215	0,186	0,210
0,90	1,41	0,29	0,214	0,194	0,212
0,95	1,41	0,36	0,213	0,201	0,212
1,00	1,41	0,42	0,213	0,208	0,213

Fonte: O Autor, 2014.

ANEXO A – CURVA DE CALIBRAÇÃO DA BOMBA PARA IOGURTE BATIDO

Para determinar a vazão de iogurte em função da capacidade de vazão da bomba foram realizadas seis medidas, correspondentes a medidas em duplicata de três condições de vazão de iogurte fresco batido, variando de 10% a 50% da capacidade da bomba, conforme a Tabela 108 (KILES, ASSIS e SOARES, 2012).

Tabela 108 — Valores obtidos nos ensaios para calibração da bomba de alimentação com iogurte

Teste	Massa total (g)	Pote (g)	Massa (g)	Tempo (min)	Capacidade (%)	Vazão (g/min)
1	889,97	167,12	722,85	5	50	144,57
2	920,34	187,03	733,31	5	50	146,66
3	590,40	159,55	430,85	5	30	86,17
4	581,64	156,76	424,88	5	30	84,98
5	309,07	159,55	149,52	5	10	29,90
6	298,80	156,76	142,04	5	10	28,41

Fonte: KILES, ASSIS e SOARES, 2012.

O tratamento dos dados por meio de regressão linear conduz ao resultado mostrado na Figura 77.

A expressão obtida com base na vazão de iogurte batido é:

$$\dot{m} \left(\frac{g}{min} \right) = 2,9115 \text{ leitura}(\%) - 0,5633 \quad \therefore \quad R^2 = 0,9994$$

Obviamente o termo independente não tem sentido físico, mas como representa cerca de vinte por cento do valor do coeficiente angular, será mantido por motivo de fidelidade ao ajuste.

A massa específica obtida para o iogurte fresco batido foi de 1029 kg/m³ (ou g/L) a 25 °C. Com o auxílio dessa informação e com a expressão obtida para a vazão mássica é possível determinar a vazão volumétrica de produto.

Figura 77 — Curva de calibração da bomba de alimentação do secador por atomização SD-05 Tecnafe para iogurte desnatado natural fresco batido marca Fazenda Bela Vista

Fonte: KILES, ASSIS e SOARES, 2012.

ANEXO B – LAUDOS DE DISTRIBUIÇÃO DE PARTÍCULAS PARA O ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE VARIÁVEIS

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo
Laboratório de Caracterização Tecnológica
 Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
 Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: 632-12 MAL	POP:	Data da medida: 04 September 2012 09:08:31
Cliente: MARCELO NITZ DA COSTA	Analista: Andre	Data da análise: 04 September 2012 09:08:32
Amostra: 5 - Iogurte em pó	Fonte de resultados: Editado	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 um	Obscurecimento: 6.69 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 0.418 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0225 %Vol	Span : 1.831	Uniformidade: 0.732	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.252 m ² /g	D[3,2]: 23.849 um	D[4,3]: 38.122 um	
d(0.1): 13.199 um	d(0.5): 27.185 um	d(0.9): 62.964 um	

Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.12	50.238	83.44	355.656	99.66		
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.57	56.368	87.18	399.052	99.86		
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.534	1.51	63.246	90.10	447.744	99.96		
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	3.07	70.963	92.28	502.377	100.00		
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	5.37	79.621	93.85	563.677	100.00		
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	12.619	8.53	89.337	94.96	632.456	100.00		
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	12.60	100.237	95.73	709.627	100.00		
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	17.60	112.468	96.28	796.214	100.00		
0.050	0.00	0.356	0.00	2.519	0.00	17.825	23.49	126.191	96.71	893.367	100.00		
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	30.13	141.589	97.07	1002.374	100.00		
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	37.35	158.866	97.41	1124.683	100.00		
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	44.91	178.250	97.76	1261.915	100.00		
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	52.54	200.000	98.11	1415.892	100.00		
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.699	59.98	224.404	98.47	1588.656	100.00		
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	37.000	69.21	251.755	98.61	1782.902	100.00		
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.00	39.905	73.28	282.508	99.13	2000.000	100.00		
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.00	44.000	79.02	316.579	99.42

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

M.Sc. André Borges Braz
Pesquisador do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: 628-12 MAL	POP:	Data da medida: 04 September 2012 10:55:16	
Cliente: MARCELO NITZ DA COSTA	Analista: Andre	Data da análise: 04 September 2012 10:55:17	
Amostra: 1 - Iogurte em pó	Fonte de resultados: Edited		
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.			
Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 um	Obscurecência: 5.60 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 0.915 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0164 %Vol	Span : 1.509	Uniformidade: 0.611	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.288 m ² /g	D[3,2]: 20.853 µm	D[4,3]: 30.454 µm	
d(0.1): 12.111 µm	d(0.5): 23.345 µm	d(0.9): 47.340 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.37	50.238	91.60	355.696	99.91
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	1.10	56.368	93.96	399.052	99.99
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	2.40	63.246	95.54	447.744	100.00
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	4.48	70.963	96.53	502.377	100.00
0.042	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	7.50	79.621	97.11	563.677	100.00
0.046	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	12.619	11.59	89.337	97.48	632.496	100.00
0.050	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	16.81	100.237	97.66	709.627	100.00
0.055	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	23.15	112.468	97.81	796.214	100.00
0.060	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	30.46	126.191	97.97	893.367	100.00
0.066	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	38.53	141.589	98.14	1002.374	100.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	47.04	158.866	98.34	1134.683	100.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	56.63	178.250	98.58	1261.915	100.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	63.90	200.000	98.84	1415.892	100.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	71.52	224.404	99.10	1588.696	100.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	37.000	80.27	251.795	99.35	1782.502	100.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.01	39.905	83.81	282.508	99.58	2000.000	100.00
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.07	44.000	87.65	315.579	99.78

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

M.Sc. André Borges Braz
Pesquisador do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica
Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: 633-12 MAL	POP:	Data da medida: 04 September 2012 09:40:07
Cliente: MARCELO NITZ DA COSTA	Analista: Andre	Data da análise: 04 September 2012 09:40:08
Amostra: 6 - logurte em pó	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 6.24 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 1.243 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0213 %Vol	Span : 1.852	Uniformidade: 0.764	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.248 m ² /g	D[3,2]: 24.226 µm	D[4,3]: 39.442 µm	
d(0.1): 13.424 µm	d(0.5): 27.477 µm	d(0.9): 64.315 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.11	50.238	83.23	355.656	99.96		
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.46	56.368	86.90	399.052	100.00		
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	1.34	63.246	89.67	447.744	100.00		
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	2.78	70.963	91.64	502.377	100.00		
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	4.97	79.621	92.97	563.677	100.00		
0.036	0.00	0.252	0.00	1.793	0.00	12.619	8.00	89.337	93.84	632.456	100.00		
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	11.95	100.237	94.41	709.627	100.00		
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	16.85	112.468	94.85	796.214	100.00		
0.050	0.00	0.356	0.00	2.519	0.00	17.825	22.65	126.191	95.26	893.367	100.00		
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	29.27	141.589	95.72	1002.374	100.00		
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	36.50	158.866	96.28	1124.683	100.00		
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	44.12	178.250	96.92	1261.915	100.00		
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	51.86	200.000	97.62	1415.892	100.00		
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	59.43	224.404	98.32	1588.656	100.00		
0.100	0.00	0.710	0.00	5.034	0.00	37.000	68.65	251.755	98.96	1752.502	100.00		
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.00	39.905	73.00	282.508	99.48	2000.000	100.00		
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.00	44.000	77.80	316.979	99.83

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

M.Sc. André Borges Braz
Pesquisador do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.pol.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.pol.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: 634-12 MAL	POP:	Data da medida: 04 September 2012 09:48:32
Cliente: MARCELO NITZ DA COSTA	Analista: André	Data da análise: 04 September 2012 09:48:33
Amostra: 7 - Iogurte em pó	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensibilidade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 6.57 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 0.939 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0190 %Vol	Span : 1.439	Uniformidade: 0.447	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.292 m²/g	D[3,2]: 20.569 µm	D[4,3]: 26.611 µm	
d(0.1): 11.863 µm	d(0.5): 23.528 µm	d(0.9): 45.710 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.42	50.238	53.15	355.656	100.00		
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	1.31	56.368	96.03	399.052	100.00		
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	2.80	63.246	97.96	447.744	100.00		
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	5.06	70.963	99.12	502.377	100.00		
0.042	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	8.21	79.621	99.74	563.677	100.00		
0.046	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	12.619	12.34	89.337	99.94	632.456	100.00		
0.050	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	17.48	100.237	100.00	709.627	100.00		
0.055	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	23.61	112.468	100.00	796.214	100.00		
0.060	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	30.63	126.191	100.00	893.367	100.00		
0.066	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	38.36	141.589	100.00	1002.374	100.00		
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	46.56	159.866	100.00	1124.683	100.00		
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	54.94	179.250	100.00	1261.915	100.00		
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	63.18	200.000	100.00	1415.892	100.00		
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.696	70.97	224.404	100.00	1598.656	100.00		
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	37.000	80.25	251.785	100.00	1782.902	100.00		
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.00	39.905	84.16	282.508	100.00	2000.000	100.00		
0.126	0.00	0.893	0.00	6.325	0.03	44.000	88.52	316.579	100.00

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

M.Sc. André Borges Braz
Pesquisador do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica
Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: 635-12 MAL	POP:	Data da medida: 04 September 2012 10:02:25
Cliente: MARCELO NITZ DA COSTA	Analista: André	Data da análise: 04 September 2012 10:02:27
Amostra: 8 - Iogurte em pó	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		
Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 0.385 %
		Sensibilidade: Normal
		Obscurecimento: 7.04 %
		Result Emulation: Off

Concentração: 0.0307 %Vol	Span : 3.981	Uniformidade: 1.18	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.195 m ² /g	D[3,2]: 30.744 µm	D[4,3]: 66.909 µm	
d(0.1): 14.785 µm	d(0.5): 38.132 µm	d(0.9): 166.575 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.000	0.00	7.096	0.34	50.239	61.24	355.656	99.24
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.79	56.368	65.19	399.052	99.77
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	1.53	63.246	68.72	447.744	99.99
0.039	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	2.63	70.963	71.87	502.377	100.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	4.17	79.621	74.73	563.677	100.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	12.619	6.23	89.337	77.38	632.486	100.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	8.86	100.237	79.88	709.627	100.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	12.08	112.468	82.29	796.214	100.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	15.91	126.191	84.64	893.367	100.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	20.30	141.589	86.93	1002.374	100.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	25.17	158.866	89.13	1124.683	100.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	30.41	178.250	91.20	1261.915	100.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	35.87	200.000	93.12	1415.892	100.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.696	41.40	224.404	94.62	1588.656	100.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	37.000	48.64	251.785	96.30	1782.932	100.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.01	39.905	52.01	282.508	97.53	2000.000	100.00
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.11	44.000	56.13	315.579	98.51

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

M.Sc. André Borges Braz
Pesquisador do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.pol.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.pol.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: 630-12 MAL	POP:	Data da medida: 04 September 2012 08:43:48
Cliente: MARCELO NITZ DA COSTA	Analista: Andre	Data da análise: 04 September 2012 08:43:49
Amostra: 3 - logurte em pó	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 6.26 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 0.826 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0334 %Vol	Span : 3.080	Uniformidade: 0.97	Tipo de distribuição: Volume
-------------------------------------	------------------------	------------------------------	--

Área superf. espec.: 0.159 m ² /g	D[3,2]: 37.711 µm	D[4,3]: 84.480 µm	
--	-----------------------------	-----------------------------	--

d(0.1): 16.425 µm	d(0.5): 57.507 µm	d(0.9): 193.548 µm	
--------------------------	--------------------------	---------------------------	--

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.13	50.238	46.06	355.656	99.65
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.46	56.368	49.42	399.052	100.00
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	0.99	63.246	52.76	447.744	100.00
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	1.83	70.963	56.15	502.377	100.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	3.02	79.621	59.68	563.677	100.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.793	0.00	12.619	4.62	89.337	63.41	632.456	100.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	6.67	100.237	67.33	709.627	100.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	9.19	112.468	71.43	796.214	100.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.519	0.00	17.825	12.15	126.191	75.62	893.367	100.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	15.51	141.589	79.79	1002.374	100.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	19.20	158.866	83.82	1124.683	100.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	23.12	178.250	87.56	1261.915	100.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	27.16	200.000	90.91	1415.892	100.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	31.20	224.404	93.76	1588.656	100.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	37.000	36.48	251.785	96.07	1782.932	100.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.00	39.905	38.96	282.508	97.84	2000.000	100.00
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.00	44.000	42.05	316.579	99.08

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

M.Sc. André Borges Braz
Pesquisador do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica
Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.polit.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.polit.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: 637-12 MAL	POP:	Data da medida: 04 September 2012 10:36:14
Cliente: MARCELO NITZ DA COSTA	Analista: Andre	Data da análise: 04 September 2012 10:36:15
Amostra: 10 - Iogurte em pó	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 7.22 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 0.401 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0314 %Vol	Span : 2.616	Uniformidade: 0.807	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.196 m²/g	D[3,2]: 30.585 µm	D[4,3]: 53.215 µm	
d(0.1): 15.428 µm	d(0.5): 37.443 µm	d(0.9): 113.389 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.13	50.238	64.12	355.656	100.00		
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.40	56.368	69.00	399.052	100.00		
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	0.99	63.346	73.47	447.744	100.00		
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	1.92	70.963	77.50	502.377	100.00		
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	3.29	79.621	81.14	563.677	100.00		
0.036	0.00	0.252	0.00	1.793	0.00	12.619	5.20	89.337	84.39	632.496	100.00		
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	7.71	100.237	87.28	709.627	100.00		
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	10.87	112.468	89.83	796.214	100.00		
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	14.67	126.191	92.06	893.367	100.00		
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	19.12	141.589	93.97	1002.374	100.00		
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	24.12	158.866	95.58	1124.683	100.00		
0.071	0.00	0.502	0.00	3.657	0.00	25.179	29.59	178.250	96.91	1261.915	100.00		
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	35.39	200.000	97.99	1415.892	100.00		
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	41.36	234.404	98.83	1588.656	100.00		
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	37.000	49.39	261.785	99.44	1762.952	100.00		
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.00	39.906	53.22	282.908	99.82	2000.000	100.00		
0.126	0.00	0.893	0.00	6.325	0.00	44.000	58.01	316.979	99.99

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

M.Sc. André Borges Braz
Pesquisador do LCT-EPUSP

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
 Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: 631-12 MAL	POP:	Data da medida: 04 September 2012 08:55:19
Cliente: MARCELO NITZ DA COSTA	Analista: Andre	Data da análise: 04 September 2012 08:55:20
Amostra: 4 - logurte em pó	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 um	Obscurecimento: 6.10 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 0.703 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0243 %Vol	Span : 3.474	Uniformidade: 1.1	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.212 m ² /g	D[3,2]: 28.299 um	D[4,3]: 59.017 um	
d(0.1): 13.993 um	d(0.5): 34.457 um	d(0.9): 133.687 um	

Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.40	50.238	66.65	355.656	98.87		
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.94	56.368	70.77	399.052	99.34		
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	1.82	63.246	74.43	447.744	99.71		
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.034	3.12	70.963	77.66	502.377	99.93		
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	4.93	79.621	80.51	563.677	99.99		
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	12.619	7.32	89.337	83.04	632.456	100.00		
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	10.34	100.237	85.30	709.627	100.00		
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	14.00	112.468	87.32	796.214	100.00		
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	18.28	126.191	89.15	893.367	100.00		
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	23.14	141.589	90.80	1002.374	100.00		
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	28.46	158.866	92.29	1124.683	100.00		
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.178	34.12	178.250	93.62	1261.515	100.00		
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	39.97	200.000	94.81	1415.892	100.00		
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	46.83	224.404	95.96	1588.656	100.00		
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	37.000	53.46	251.785	96.78	1782.502	100.00		
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.02	39.905	56.99	282.508	97.58	2000.000	100.00		
0.126	0.00	0.893	0.00	6.325	0.12	44.000	61.30	315.579	98.28

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

M.Sc. André Borges Braz
Pesquisador do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica
Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: 638-12 MAL	POP:	Data da medida: 04 September 2012 10:49:23
Cliente: MARCELO NITZ DA COSTA	Analista: Andre	Data da análise: 04 September 2012 10:49:24
Amostra: 11 - logurte em pó	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 7.51 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 0.368 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0277 %Vol	Span : 2.539	Uniformidade: 0.887	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.231 m ² /g	D[3,2]: 26.005 µm	D[4,3]: 46.550 µm	
d(0.1): 13.584 µm	d(0.5): 30.484 µm	d(0.9): 90.978 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.20	50.238	74.70	355.656	99.51		
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.72	56.368	79.83	399.052	99.74		
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	1.64	63.246	82.33	447.744	99.89		
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	3.06	70.963	85.27	502.377	99.99		
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	5.11	79.621	87.70	563.677	100.00		
0.036	0.00	0.252	0.00	1.793	0.00	12.619	7.85	89.337	89.71	632.496	100.00		
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	11.35	100.237	91.39	709.627	100.00		
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	15.61	112.468	92.80	796.214	100.00		
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	20.60	125.191	94.00	893.367	100.00		
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	26.25	141.589	95.03	1002.374	100.00		
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	32.42	159.866	95.92	1124.683	100.00		
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	38.94	179.250	96.69	1251.915	100.00		
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	45.61	200.000	97.36	1415.892	100.00		
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	52.22	224.404	97.94	1588.656	100.00		
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	37.000	60.68	251.795	98.44	1752.502	100.00		
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.00	39.905	64.53	282.508	98.86	2000.000	100.00		
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.00	44.000	69.14	315.979	99.22

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

M.Sc. André Borges Braz
Pesquisador do LCT-EPUSP

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
 Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: 636-12 MAL	POP:	Data da medida: 04 September 2012 10:13:32
Cliente: MARCELO NITZ DA COSTA	Analista: André	Data da análise: 04 September 2012 10:13:33
Amostra: 9 - logurte em pó	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		
Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Sensitividade: Normal
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm
		Obscurecimento: 9.34 %
		Result Emulation: Off

Concentração: 0.0325 %Vol	Span : 2.173	Uniformidade: 0.789	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.248 m ² /g	D[3,2]: 24.341 µm	D[4,3]: 40.925 µm	
d(0.1): 12.918 µm	d(0.5): 28.557 µm	d(0.9): 74.967 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.000	0.00	7.096	0.39	50.238	78.72	355.656	99.65		
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	1.07	55.368	82.75	399.052	99.84		
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	2.18	63.245	86.13	447.744	99.96		
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	3.86	70.963	88.88	502.377	100.00		
0.042	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	6.20	79.621	91.10	563.677	100.00		
0.046	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	12.619	9.28	89.337	92.86	632.456	100.00		
0.050	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	13.14	100.237	94.26	709.627	100.00		
0.055	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	17.78	112.468	95.36	796.214	100.00		
0.060	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	23.15	126.191	96.22	893.367	100.00		
0.066	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	28.16	141.589	96.91	1002.374	100.00		
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	35.66	158.866	97.47	1124.683	100.00		
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	42.46	178.280	97.92	1261.915	100.00		
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	49.34	200.000	98.30	1415.892	100.00		
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	56.14	224.404	98.62	1588.656	100.00		
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	37.000	64.73	251.785	98.91	1792.922	100.00		
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.01	39.906	68.60	282.806	99.18	2000.000	100.00		
0.126	0.00	0.893	0.00	6.325	0.08	44.000	73.22	316.979	99.43

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

M.Sc. André Borges Braz
Pesquisador do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica
Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.pol.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.pol.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: 629-12 MAL	POP:	Data da medida: 04 September 2012 08:32:02
Cliente: MARCELO NITZ DA COSTA	Analista: Andre	Data da análise: 04 September 2012 08:32:03
Amostra: 2 - Iogurte em pó	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 8.36 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 0.344 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0292 %Vol	Span : 2.122	Uniformidade: 0.772	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.244 m ² /g	D[3,2]: 24.547 µm	D[4,3]: 40.340 µm	
d(0.1): 13.261 µm	d(0.5): 28.245 µm	d(0.9): 73.193 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.16	50.238	79.84	355.656	99.78		
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.66	56.368	83.72	399.052	99.91		
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	1.61	63.246	96.89	447.744	99.99		
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	3.16	70.963	99.41	502.377	100.00		
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	5.39	79.621	91.41	563.677	100.00		
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	12.619	8.43	89.337	92.97	632.496	100.00		
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	12.32	100.237	94.20	709.627	100.00		
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	17.08	112.468	95.19	796.214	100.00		
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	22.64	126.191	96.01	893.367	100.00		
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	28.91	141.589	96.71	1002.374	100.00		
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	35.70	158.866	97.32	1124.683	100.00		
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	42.82	178.250	97.85	1261.915	100.00		
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	50.01	200.000	98.32	1415.892	100.00		
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	57.05	224.404	98.73	1588.656	100.00		
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	37.000	65.87	251.755	99.08	1752.502	100.00		
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.00	39.905	69.79	282.508	99.37	2000.000	100.00		
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.00	44.000	74.42	316.579	99.60

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

M.Sc. André Borges Braz
Pesquisador do LCT-EPUSP

ANEXO C – LAUDOS DE DISTRIBUIÇÃO DE PARTÍCULAS PARA O ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE ADITIVOS

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo
Laboratório de Caracterização Tecnológica
 Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
 Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 322-14	POP:	Data da medida: quarta-feira, 16 de abril de 2014 16:02:49
Cliente: Edison P. de Ros Triboli	Analista: Priscila	Data da análise: quarta-feira, 16 de abril de 2014 16:02:50
Amostra: Iogurte puro DP	Fonte de resultados: Editad	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.1	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 um	Obscurecimento: 7.84 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 1.504 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0315 %Vol	Span : 4.232	Uniformidade: 1.23	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.213 m ² /g	D[3,2]: 28.209 um	D[4,3]: 62.171 um	
d(0.1): 13.539 um	d(0.5): 34.105 um	d(0.9): 157.868 um	

Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.47	50.238	62.75	315.656	99.98		
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	1.03	56.368	65.68	399.062	100.00		
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	1.95	63.246	68.41	447.744	100.00		
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	3.35	70.963	71.05	502.377	100.00		
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	6.35	79.621	73.67	563.677	100.00		
0.036	0.00	0.252	0.00	1.793	0.00	12.619	9.02	89.337	78.35	632.456	100.00		
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	11.41	100.237	79.09	709.627	100.00		
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	15.90	112.468	81.89	796.214	100.00		
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	20.21	125.191	84.71	893.367	100.00		
0.055	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	25.40	141.589	87.48	1002.374	100.00		
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	30.89	158.066	90.14	1124.683	100.00		
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	36.45	178.250	92.61	1261.915	100.00		
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	41.87	200.000	94.81	1415.892	100.00		
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	46.98	224.404	96.69	1588.656	100.00		
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	35.956	51.64	251.795	98.17	1782.502	100.00		
0.112	0.00	0.795	0.00	5.637	0.04	39.905	55.81	282.608	99.23	2000.000	100.00		
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.18	44.774	59.49	315.979	99.96

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 326-14	POP:	Data da medida: quarta-feira, 16 de abril de 2014 16:50:33
Cliente: Edison P. de Ros Triboli	Analista: Priscila	Data da análise: quarta-feira, 16 de abril de 2014 16:50:34
Amostra: DE 05 DP	Fonte de resultados: Averaged	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.1	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 5.96 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 1.850 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0294 %Vol	Span : 2.120	Uniformidade: 0.649	Tipo de distribuição: Volume
-------------------------------------	------------------------	-------------------------------	--

Área superf. espec.: 0.172 m ² /g	D[3,2]: 34.802 µm	D[4,3]: 56.315 µm	
--	-----------------------------	-----------------------------	--

d(0.1): 17.519 μm		d(0.5): 44.988 μm		d(0.9): 112.901 μm	
Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00
0.050	0.00	0.355	0.00	2.518	0.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.01
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.07
					</

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo

Laboratório de Caracterização Tecnológica
Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 327-14	POP:	Data da medida: quarta-feira, 16 de abril de 2014 17:01:58
Cliente: Edison P. de Ros Triboli	Analista: Priscila	Data da análise: quarta-feira, 16 de abril de 2014 17:02:00
Amostra: DE 10 DP	Fonte de resultados: Averaged	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensibilidade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.1	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 μ m	Obscurecimento: 7.48 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 2.052 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0357 %Vol	Span : 3.352	Uniformidade: 0.983	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.179 m^2/g	D[3,2]: 33.458 μ m	D[4,3]: 69.492 μ m	
d(0.1): 15.628 μ m	d(0.5): 44.901 μ m	d(0.9): 166.117 μ m	

Size (μ m)	Vol Under %	Size (μ m)	Vol Under %	Size (μ m)	Vol Under %	Size (μ m)	Vol Under %	Size (μ m)	Vol Under %	Size (μ m)	Vol Under %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.45	50.238	54.60	355.656	99.98
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.90	56.368	59.10	399.062	100.00
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	1.57	63.246	63.37	447.744	100.00
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	2.54	70.963	67.38	502.377	100.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	3.86	79.621	71.12	563.677	100.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	12.619	5.58	89.337	74.61	632.466	100.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	7.75	100.237	77.86	709.627	100.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	10.41	112.468	80.91	796.214	100.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	13.54	126.191	83.77	893.367	100.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	17.15	141.589	86.48	1002.374	100.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	21.17	158.866	89.04	1124.683	100.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	25.57	178.260	91.46	1261.915	100.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	30.24	200.000	93.70	1415.892	100.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	35.11	224.404	95.72	1588.656	100.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.004	0.00	35.956	40.06	251.785	97.44	1782.502	100.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.03	39.905	45.01	282.508	98.78	2000.000	100.00
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.18	44.774	49.88	315.979	99.57

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
 Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 325-14	POP:	Data da medida: quarta-feira, 16 de abril de 2014 16:44:21
Cliente: Edison P. de Ros Triboli	Analista: Priscila	Data da análise: quarta-feira, 16 de abril de 2014 16:44:23
Amostra: EMCAP 2 DP	Fonte de resultados: Averaged	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.1	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 7.52 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 1.611 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0378 %Vol	Span : 1.717	Uniformidade: 0.541	Tipo de distribuição: Volume
-------------------------------------	------------------------	-------------------------------	--

Área superf. espec.: 0.171 m ² /g	D[3,2]: 35.071 µm	D[4,3]: 50.126 µm	
--	-----------------------------	-----------------------------	--

d(0.1): 19.140 μm	d(0.5): 41.978 μm	d(0.9): 91.201 μm																																																																																																																																																																																																																									
<table><tr><th>Size (μm)</th><th>Vol Under %</th></tr><tr><td>0.020</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.022</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.025</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.028</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.032</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.036</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.040</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.045</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.050</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.055</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.063</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.071</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.080</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.089</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.100</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.112</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.126</td><td>0.00</td></tr></table>	Size (μm)	Vol Under %	0.020	0.00	0.022	0.00	0.025	0.00	0.028	0.00	0.032	0.00	0.036	0.00	0.040	0.00	0.045	0.00	0.050	0.00	0.055	0.00	0.063	0.00	0.071	0.00	0.080	0.00	0.089	0.00	0.100	0.00	0.112	0.00	0.126	0.00	<table><tr><th>Size (μm)</th><th>Vol Under %</th></tr><tr><td>0.142</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.159</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.178</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.200</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.224</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.252</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.283</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.317</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.355</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.399</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.448</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.502</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.564</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.632</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.710</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.796</td><td>0.00</td></tr><tr><td>0.893</td><td>0.00</td></tr></table>	Size (μm)	Vol Under %	0.142	0.00	0.159	0.00	0.178	0.00	0.200	0.00	0.224	0.00	0.252	0.00	0.283	0.00	0.317	0.00	0.355	0.00	0.399	0.00	0.448	0.00	0.502	0.00	0.564	0.00	0.632	0.00	0.710	0.00	0.796	0.00	0.893	0.00	<table><tr><th>Size (μm)</th><th>Vol Under %</th></tr><tr><td>1.002</td><td>0.00</td></tr><tr><td>1.125</td><td>0.00</td></tr><tr><td>1.262</td><td>0.00</td></tr><tr><td>1.416</td><td>0.00</td></tr><tr><td>1.589</td><td>0.00</td></tr><tr><td>1.783</td><td>0.00</td></tr><tr><td>2.000</td><td>0.00</td></tr><tr><td>2.244</td><td>0.00</td></tr><tr><td>2.518</td><td>0.00</td></tr><tr><td>2.825</td><td>0.00</td></tr><tr><td>3.170</td><td>0.00</td></tr><tr><td>3.557</td><td>0.00</td></tr><tr><td>3.991</td><td>0.00</td></tr><tr><td>4.477</td><td>0.00</td></tr><tr><td>5.024</td><td>0.00</td></tr><tr><td>5.637</td><td>0.00</td></tr><tr><td>6.326</td><td>0.00</td></tr></table>	Size (μm)	Vol Under %	1.002	0.00	1.125	0.00	1.262	0.00	1.416	0.00	1.589	0.00	1.783	0.00	2.000	0.00	2.244	0.00	2.518	0.00	2.825	0.00	3.170	0.00	3.557	0.00	3.991	0.00	4.477	0.00	5.024	0.00	5.637	0.00	6.326	0.00	<table><tr><th>Size (μm)</th><th>Vol Under %</th></tr><tr><td>7.096</td><td>0.00</td></tr><tr><td>7.962</td><td>0.07</td></tr><tr><td>8.934</td><td>0.24</td></tr><tr><td>10.024</td><td>0.59</td></tr><tr><td>11.247</td><td>1.19</td></tr><tr><td>12.619</td><td>2.13</td></tr><tr><td>14.159</td><td>3.51</td></tr><tr><td>15.887</td><td>5.45</td></tr><tr><td>17.825</td><td>8.03</td></tr><tr><td>20.000</td><td>11.36</td></tr><tr><td>22.440</td><td>15.47</td></tr><tr><td>25.178</td><td>20.40</td></tr><tr><td>28.251</td><td>26.10</td></tr><tr><td>31.698</td><td>32.50</td></tr><tr><td>35.566</td><td>39.44</td></tr><tr><td>39.906</td><td>46.73</td></tr><tr><td>44.774</td><td>54.16</td></tr></table>	Size (μm)	Vol Under %	7.096	0.00	7.962	0.07	8.934	0.24	10.024	0.59	11.247	1.19	12.619	2.13	14.159	3.51	15.887	5.45	17.825	8.03	20.000	11.36	22.440	15.47	25.178	20.40	28.251	26.10	31.698	32.50	35.566	39.44	39.906	46.73	44.774	54.16	<table><tr><th>Size (μm)</th><th>Vol Under %</th></tr><tr><td>50.238</td><td>61.48</td></tr><tr><td>56.368</td><td>68.45</td></tr><tr><td>63.246</td><td>74.96</td></tr><tr><td>70.963</td><td>80.54</td></tr><tr><td>79.621</td><td>85.39</td></tr><tr><td>89.337</td><td>89.38</td></tr><tr><td>100.237</td><td>92.52</td></tr><tr><td>112.468</td><td>94.91</td></tr><tr><td>126.191</td><td>96.65</td></tr><tr><td>141.589</td><td>97.90</td></tr><tr><td>158.866</td><td>98.76</td></tr><tr><td>178.250</td><td>99.37</td></tr><tr><td>200.000</td><td>99.77</td></tr><tr><td>224.404</td><td>99.94</td></tr><tr><td>251.786</td><td>100.00</td></tr><tr><td>282.908</td><td>100.00</td></tr><tr><td>316.979</td><td>100.00</td></tr></table>	Size (μm)	Vol Under %	50.238	61.48	56.368	68.45	63.246	74.96	70.963	80.54	79.621	85.39	89.337	89.38	100.237	92.52	112.468	94.91	126.191	96.65	141.589	97.90	158.866	98.76	178.250	99.37	200.000	99.77	224.404	99.94	251.786	100.00	282.908	100.00	316.979	100.00	<table><tr><th>Size (μm)</th><th>Vol Under %</th></tr><tr><td>355.666</td><td>100.00</td></tr><tr><td>399.052</td><td>100.00</td></tr><tr><td>447.744</td><td>100.00</td></tr><tr><td>502.377</td><td>100.00</td></tr><tr><td>563.677</td><td>100.00</td></tr><tr><td>632.466</td><td>100.00</td></tr><tr><td>709.627</td><td>100.00</td></tr><tr><td>796.214</td><td>100.00</td></tr><tr><td>893.367</td><td>100.00</td></tr><tr><td>1002.374</td><td>100.00</td></tr><tr><td>1124.683</td><td>100.00</td></tr><tr><td>1261.915</td><td>100.00</td></tr><tr><td>1415.892</td><td>100.00</td></tr><tr><td>1588.666</td><td>100.00</td></tr><tr><td>1782.902</td><td>100.00</td></tr><tr><td>2000.000</td><td>100.00</td></tr></table>	Size (μm)	Vol Under %	355.666	100.00	399.052	100.00	447.744	100.00	502.377	100.00	563.677	100.00	632.466	100.00	709.627	100.00	796.214	100.00	893.367	100.00	1002.374	100.00	1124.683	100.00	1261.915	100.00	1415.892	100.00	1588.666	100.00	1782.902	100.00	2000.000	100.00
Size (μm)	Vol Under %																																																																																																																																																																																																																										
0.020	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.022	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.025	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.028	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.032	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.036	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.040	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.045	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.050	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.055	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.063	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.071	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.080	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.089	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.100	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.112	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.126	0.00																																																																																																																																																																																																																										
Size (μm)	Vol Under %																																																																																																																																																																																																																										
0.142	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.159	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.178	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.200	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.224	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.252	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.283	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.317	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.355	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.399	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.448	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.502	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.564	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.632	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.710	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.796	0.00																																																																																																																																																																																																																										
0.893	0.00																																																																																																																																																																																																																										
Size (μm)	Vol Under %																																																																																																																																																																																																																										
1.002	0.00																																																																																																																																																																																																																										
1.125	0.00																																																																																																																																																																																																																										
1.262	0.00																																																																																																																																																																																																																										
1.416	0.00																																																																																																																																																																																																																										
1.589	0.00																																																																																																																																																																																																																										
1.783	0.00																																																																																																																																																																																																																										
2.000	0.00																																																																																																																																																																																																																										
2.244	0.00																																																																																																																																																																																																																										
2.518	0.00																																																																																																																																																																																																																										
2.825	0.00																																																																																																																																																																																																																										
3.170	0.00																																																																																																																																																																																																																										
3.557	0.00																																																																																																																																																																																																																										
3.991	0.00																																																																																																																																																																																																																										
4.477	0.00																																																																																																																																																																																																																										
5.024	0.00																																																																																																																																																																																																																										
5.637	0.00																																																																																																																																																																																																																										
6.326	0.00																																																																																																																																																																																																																										
Size (μm)	Vol Under %																																																																																																																																																																																																																										
7.096	0.00																																																																																																																																																																																																																										
7.962	0.07																																																																																																																																																																																																																										
8.934	0.24																																																																																																																																																																																																																										
10.024	0.59																																																																																																																																																																																																																										
11.247	1.19																																																																																																																																																																																																																										
12.619	2.13																																																																																																																																																																																																																										
14.159	3.51																																																																																																																																																																																																																										
15.887	5.45																																																																																																																																																																																																																										
17.825	8.03																																																																																																																																																																																																																										
20.000	11.36																																																																																																																																																																																																																										
22.440	15.47																																																																																																																																																																																																																										
25.178	20.40																																																																																																																																																																																																																										
28.251	26.10																																																																																																																																																																																																																										
31.698	32.50																																																																																																																																																																																																																										
35.566	39.44																																																																																																																																																																																																																										
39.906	46.73																																																																																																																																																																																																																										
44.774	54.16																																																																																																																																																																																																																										
Size (μm)	Vol Under %																																																																																																																																																																																																																										
50.238	61.48																																																																																																																																																																																																																										
56.368	68.45																																																																																																																																																																																																																										
63.246	74.96																																																																																																																																																																																																																										
70.963	80.54																																																																																																																																																																																																																										
79.621	85.39																																																																																																																																																																																																																										
89.337	89.38																																																																																																																																																																																																																										
100.237	92.52																																																																																																																																																																																																																										
112.468	94.91																																																																																																																																																																																																																										
126.191	96.65																																																																																																																																																																																																																										
141.589	97.90																																																																																																																																																																																																																										
158.866	98.76																																																																																																																																																																																																																										
178.250	99.37																																																																																																																																																																																																																										
200.000	99.77																																																																																																																																																																																																																										
224.404	99.94																																																																																																																																																																																																																										
251.786	100.00																																																																																																																																																																																																																										
282.908	100.00																																																																																																																																																																																																																										
316.979	100.00																																																																																																																																																																																																																										
Size (μm)	Vol Under %																																																																																																																																																																																																																										
355.666	100.00																																																																																																																																																																																																																										
399.052	100.00																																																																																																																																																																																																																										
447.744	100.00																																																																																																																																																																																																																										
502.377	100.00																																																																																																																																																																																																																										
563.677	100.00																																																																																																																																																																																																																										
632.466	100.00																																																																																																																																																																																																																										
709.627	100.00																																																																																																																																																																																																																										
796.214	100.00																																																																																																																																																																																																																										
893.367	100.00																																																																																																																																																																																																																										
1002.374	100.00																																																																																																																																																																																																																										
1124.683	100.00																																																																																																																																																																																																																										
1261.915	100.00																																																																																																																																																																																																																										
1415.892	100.00																																																																																																																																																																																																																										
1588.666	100.00																																																																																																																																																																																																																										
1782.902	100.00																																																																																																																																																																																																																										
2000.000	100.00

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo
Laboratório de Caracterização Tecnológica
Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.pol.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.pol.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 710-14	POP:	Data da medida: segunda-feira, 14 de julho de 2014 11:04:51
Cliente: JORGE ANDREY WILHELMS GUT	Analista: priscila	Data da análise: segunda-feira, 14 de julho de 2014 12:09:16
Amostra: Gaca	Fonte de resultados: Averaged	
Notas: Vel. bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 30 seg. / Média referente à 5 medições		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.1	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 μm	Obscurecimento: 6.30 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 0.474 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0199 %Vol	Span : 11.268	Uniformidade: 2.79	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.259 m^2/g	D[3,2]: 23.195 μm	D[4,3]: 141.242 μm	
d(0.1): 16.803 μm	d(0.5): 41.602 μm	d(0.9): 485.590 μm	

Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.68	7.096	1.76	52.238	59.13	355.655	87.04
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	0.77	7.962	1.83	56.368	64.07	399.262	88.04
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	0.86	8.934	2.09	63.246	68.40	447.744	89.15
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	0.95	10.024	2.57	70.963	72.08	502.377	90.37
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	1.03	11.247	3.36	79.621	75.09	563.877	91.65
0.036	0.00	0.252	0.00	1.793	1.12	12.619	4.58	89.337	77.48	632.456	92.96
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	1.21	14.159	6.30	100.237	79.30	709.627	94.26
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	1.30	15.887	8.63	112.468	80.65	796.214	95.49
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	1.40	17.825	11.61	126.191	81.63	893.367	96.61
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	1.50	20.000	15.29	141.529	82.35	1002.374	97.60
0.063	0.00	0.448	0.02	3.170	1.59	22.440	19.62	158.866	82.89	1124.683	98.42
0.071	0.00	0.502	0.09	3.557	1.68	25.179	24.58	178.250	83.35	1261.915	99.06
0.080	0.00	0.564	0.17	3.991	1.75	28.251	30.04	200.000	83.79	1415.892	99.53
0.089	0.00	0.632	0.26	4.477	1.75	31.698	36.86	224.404	84.25	1588.655	99.83
0.100	0.00	0.710	0.36	5.024	1.75	35.555	41.86	251.755	84.79	1782.922	99.95
0.112	0.00	0.796	0.47	5.637	1.75	39.905	47.87	282.608	85.42	2000.000	100.00
0.125	0.00	0.893	0.58	6.325	1.75	44.774	53.68	315.979	85.17

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
 Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 712-14	POP:	Data da medida: segunda-feira, 14 de julho de 2014 11:23:20
Cliente: JORGE ANDREY WILHELMS GUT	Analista: priscila	Data da análise: segunda-feira, 14 de julho de 2014 11:23:21
Amostra: Mol	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 30 seg.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.1	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 7.29 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 0.287 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0203 %Vol	Span : 2.171	Uniformidade: 0.928	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.296 m ² /g	D[3,2]: 20.257 µm	D[4,3]: 60.117 µm	
d(0.1): 15.548 µm	d(0.5): 39.221 µm	d(0.9): 100.685 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.86	7.096	2.43	50.238	63.81	355.655	97.84		
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.96	7.962	2.76	55.368	68.71	399.052	98.13		
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	1.09	8.934	3.24	63.246	75.08	447.744	98.44		
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	1.18	10.024	3.94	70.963	79.82	502.377	98.77		
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	1.27	11.247	4.94	79.621	83.87	563.677	99.10		
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	1.34	12.619	6.30	89.337	87.22	632.486	99.39		
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	1.41	14.159	8.12	100.237	89.91	709.627	99.65		
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	1.48	15.887	10.49	112.468	92.00	796.214	99.84		
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	1.54	17.825	13.46	126.191	93.57	893.367	99.95		
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	1.60	20.000	17.10	141.589	94.72	1002.374	100.00		
0.063	0.00	0.448	0.03	3.170	1.66	22.440	21.41	158.866	96.53	1124.683	100.00		
0.071	0.00	0.502	0.11	3.557	1.72	25.179	25.40	178.250	96.11	1251.915	100.00		
0.080	0.00	0.564	0.21	3.991	1.78	28.251	31.57	200.000	96.53	1415.882	100.00		
0.089	0.00	0.632	0.33	4.477	1.86	31.698	38.03	224.404	96.84	1588.655	100.00		
0.100	0.00	0.710	0.46	5.024	1.94	35.556	44.43	251.755	97.08	1782.602	100.00		
0.112	0.00	0.796	0.59	5.637	2.05	39.905	50.99	282.608	97.33	2000.000	100.00		
0.125	0.00	0.893	0.73	6.325	2.21	44.774	57.51	315.579	97.57

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

ANEXO D – LAUDOS DE DISTRIBUIÇÃO DE PARTÍCULAS PARA O ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA SÍLICA PIROGÊNICA

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo
Laboratório de Caracterização Tecnológica
 Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.pol.usp.br
 Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.pol.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 328-14 Cliente: Edison P. de Ros Triboli Amostra: Aerosil 1% DP Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.	POP: Analista: Priscila Fonte de resultados: Averaged	Data da medida: quarta-feira, 16 de abril de 2014 17:12:17 Data da análise: quarta-feira, 16 de abril de 2014 17:12:18
--	--	---

Código I.R.: QHD I.R. da partícula: 1.729 Dispersante: isopropyl alcohol	Amostrador: Hydro 2000MU (A) Absorção: 0.1 I.R. do dispersante: 1.377	Tipo de análise: General purpose Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm Resíduo: 1.444 %	Sensitividade: Normal Obscurecimento: 7.45 % Result Emulation: Off
--	---	--	--

Concentração: 0.0307 %Vol Área superf. espec.: 0.207 m ² /g	Span : 3.547 D[3,2]: 28.951 µm	Uniformidade: 1.05 D[4,3]: 57.925 µm	Tipo de distribuição: Volume d(0.1): 14.303 µm d(0.5): 34.840 µm d(0.9): 137.871 µm
---	---	---	---

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.000	0.00	7.096	0.16	50.238	65.21	355.555	99.83
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.59	55.369	69.13	399.052	99.95
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	1.33	63.245	72.58	447.744	100.00
0.039	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	2.52	70.963	75.89	502.377	100.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	4.25	79.621	79.82	553.577	100.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.793	0.00	12.619	6.63	89.337	81.52	632.456	100.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	9.70	100.237	84.01	709.627	100.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	13.46	112.458	86.32	796.214	100.00
0.050	0.00	0.355	0.00	2.518	0.00	17.825	17.87	125.191	88.45	893.367	100.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	22.86	141.589	90.45	1002.374	100.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	28.28	159.865	92.28	1124.683	100.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	33.98	178.250	93.96	1251.915	100.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	39.75	200.000	95.47	1415.892	100.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	46.47	224.404	96.90	1598.655	100.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	35.956	50.96	251.755	97.94	1792.922	100.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.00	39.905	56.12	282.908	98.84	2000.000	100.00
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.00	44.774	60.87	316.979	99.49

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
 Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 329-14	POP:	Data da medida: quarta-feira, 16 de abril de 2014 17:20:43
Cliente: Edison P. de Ros Triboli	Analista: Priscila	Data da análise: quarta-feira, 16 de abril de 2014 17:28:00
Amostra: Aerosil 2% DP	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 8.82 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 1.023 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0311 %Vol	Span : 2.054	Uniformidade: 0.757	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.243 m ² /g	D[3,2]: 24.667 µm	D[4,3]: 40.351 µm	
d(0.1): 13.370 µm	d(0.5): 28.558 µm	d(0.9): 72.018 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.33	50.238	80.04	355.656	100.00
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.87	56.368	94.03	399.062	100.00
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	1.80	63.246	97.23	447.744	100.00
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	3.25	70.963	99.79	502.377	100.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	5.37	79.621	99.62	563.677	100.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	12.619	8.24	89.337	99.03	632.466	100.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	11.96	100.237	94.10	709.627	100.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	16.53	112.468	94.92	796.214	100.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	21.95	126.191	95.61	893.367	100.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	28.12	141.589	96.24	1002.374	100.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	34.87	158.966	96.96	1124.683	100.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	42.02	178.250	97.48	1261.915	100.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	49.32	200.000	98.10	1415.892	100.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	56.51	224.404	98.71	1598.656	100.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	35.956	63.35	251.755	99.24	1792.502	100.00
0.112	0.00	0.795	0.00	5.637	0.01	39.905	69.65	282.508	99.69	2000.000	100.00
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.08	44.774	75.24	315.979	99.98

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica
Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 330-14	POP:	Data da medida: quarta-feira, 16 de abril de 2014 17:38:03
Cliente: Edison P. de Ros Triboli	Analista: Priscila	Data da análise: quarta-feira, 16 de abril de 2014 17:59:05
Amostra: Aerosil 3% DP	Fonte de resultados: Editad	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.1	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 6.08 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 1.633 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0103 %Vol	Span : 1.509	Uniformidade: 0.467	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.481 m ² /g	D[3,2]: 12.467 µm	D[4,3]: 25.340 µm	
d(0.1): 10.022 µm	d(0.5): 23.034 µm	d(0.9): 44.789 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.002	1.28	7.096	6.34	50.238	94.04	355.665	100.00		
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	1.46	7.962	6.37	56.368	97.02	399.062	100.00		
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	1.64	8.934	7.88	63.345	99.04	447.744	100.00		
0.039	0.00	0.200	0.00	1.416	1.81	10.024	10.00	70.963	99.98	502.377	100.00		
0.042	0.00	0.224	0.00	1.589	1.99	11.247	12.88	79.621	100.00	563.677	100.00		
0.046	0.00	0.252	0.00	1.793	2.18	12.619	16.61	89.337	100.00	632.466	100.00		
0.049	0.00	0.283	0.00	2.000	2.37	14.159	21.27	100.237	100.00	709.627	100.00		
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	2.58	15.887	26.85	112.468	100.00	796.214	100.00		
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	2.78	17.825	33.30	126.191	100.00	893.367	100.00		
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	2.99	20.000	40.49	141.589	100.00	1002.374	100.00		
0.063	0.00	0.448	0.05	3.170	3.18	22.440	48.20	158.866	100.00	1124.683	100.00		
0.071	0.00	0.502	0.17	3.557	3.37	25.179	56.18	178.250	100.00	1261.915	100.00		
0.080	0.00	0.564	0.33	3.991	3.54	28.251	64.13	200.000	100.00	1415.892	100.00		
0.089	0.00	0.632	0.51	4.477	3.73	31.698	71.74	224.404	100.00	1588.656	100.00		
0.100	0.00	0.710	0.70	5.024	3.94	35.556	78.72	251.755	100.00	1792.502	100.00		
0.112	0.00	0.796	0.90	5.637	4.23	39.905	84.86	282.508	100.00	2000.000	100.00		
0.125	0.00	0.893	1.09	6.325	4.67	44.774	89.99	315.579	100.00

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.polit.usp.br
 Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.polit.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 331-14	POP:	Data da medida: quarta-feira, 16 de abril de 2014 17:42:43
Cliente: Edison P. de Ros Triboli	Analista: Priscila	Data da análise: quarta-feira, 16 de abril de 2014 17:59:57
Amostra: Aerosil 4% DP	Fonte de resultados: Averaged	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		
Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.1	Sensitividade: Normal
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm
		Obscurecimento: 6.93 %
		Result Emulation: Off

Concentração: 0.0124 %Vol	Span : 1.638	Uniformidade: 0.514	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.454 m ² /g	D[3,2]: 13.216 µm	D[4,3]: 28.005 µm	
d(0.1): 10.166 µm	d(0.5): 24.784 µm	d(0.9): 50.751 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.002	1.11	7.096	5.54	50.238	89.54	355.656	100.00
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	1.28	7.962	6.49	55.368	93.30	399.052	100.00
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	1.46	8.934	7.85	63.246	96.02	447.744	100.00
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	1.66	10.024	9.73	70.963	97.88	502.377	100.00
0.042	0.00	0.224	0.00	1.589	1.84	11.247	12.34	79.621	99.04	563.677	100.00
0.046	0.00	0.252	0.00	1.793	2.04	12.619	15.49	89.337	99.69	632.456	100.00
0.049	0.00	0.283	0.00	2.000	2.26	14.159	19.55	100.237	99.93	709.627	100.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	2.48	15.887	24.44	112.468	100.00	796.214	100.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	2.71	17.825	30.15	126.191	100.00	893.367	100.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	2.95	20.000	36.59	141.589	100.00	1002.374	100.00
0.063	0.00	0.448	0.04	3.170	3.17	22.440	43.62	158.866	100.00	1124.683	100.00
0.071	0.00	0.502	0.13	3.557	3.40	25.179	51.03	178.250	100.00	1261.915	100.00
0.080	0.00	0.564	0.26	3.991	3.62	28.251	58.58	200.000	100.00	1415.892	100.00
0.089	0.00	0.632	0.41	4.477	3.84	31.698	66.00	224.404	100.00	1588.656	100.00
0.100	0.00	0.710	0.57	5.024	4.10	35.566	73.03	251.785	100.00	1782.502	100.00
0.112	0.00	0.796	0.75	5.637	4.43	39.905	79.42	282.508	100.00	2000.000	100.00
0.126	0.00	0.893	0.93	6.325	4.88	44.774	85.00	316.979	100.00

Prof. Dr. Henrique Kahn
 Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
 Pesquisadora do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica
Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 332-14	POP:	Data da medida: quarta-feira, 16 de abril de 2014 17:52:11
Cliente: Edison P. de Ros Triboli	Analista: Priscila	Data da análise: quarta-feira, 16 de abril de 2014 18:00:56
Amostra: Aerosil 5% DP	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.1	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 7.81 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 1.179 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0151 %Vol	Span : 1.776	Uniformidade: 0.597	Tipo de distribuição: Volume
-------------------------------------	------------------------	-------------------------------	--

Área superf. espec.: 0.418 m ² /g	D[3,2]: 14.340 µm	D[4,3]: 32.713 µm	
d(0.1): 10.659 µm	d(0.5): 27.168 µm	d(0.9): 58.896 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.86	7.096	6.65	50.238	94.32	355.656	100.00
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	1.01	7.962	6.41	56.368	98.60	399.062	100.00
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	1.17	8.934	7.48	63.246	99.00	447.744	100.00
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	1.35	10.024	8.96	70.963	94.85	502.377	100.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	1.55	11.247	11.03	79.621	96.36	563.677	100.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	1.78	12.619	13.71	89.337	97.54	632.466	100.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	2.04	14.159	17.12	100.237	98.26	709.627	100.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	2.32	15.887	21.32	112.468	98.67	796.214	100.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	2.62	17.825	26.30	126.191	98.89	893.367	100.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	2.93	20.000	32.04	141.589	99.04	1002.374	100.00
0.063	0.00	0.448	0.02	3.170	3.24	22.440	38.42	158.866	99.18	1124.683	100.00
0.071	0.00	0.502	0.09	3.557	3.54	25.179	46.29	178.260	99.36	1261.915	100.00
0.080	0.00	0.564	0.19	3.991	3.83	28.251	52.45	200.000	99.55	1415.862	100.00
0.089	0.00	0.632	0.30	4.477	4.11	31.698	59.65	224.404	99.76	1588.656	100.00
0.100	0.00	0.710	0.43	5.004	4.40	35.966	66.65	251.765	99.91	1782.502	100.00
0.112	0.00	0.796	0.57	5.637	4.72	39.905	73.22	282.508	100.00	2000.000	100.00
0.125	0.00	0.893	0.71	6.325	5.12	44.774	79.15	315.979	100.00

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

ANEXO E – LAUDOS DE DISTRIBUIÇÃO DE PARTÍCULAS PARA O ESTUDO DA CONCENTRAÇÃO DE AEROSIL E VAZÃO DE ALIMENTAÇÃO

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo
Laboratório de Caracterização Tecnológica
 Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.pol.usp.br
 Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.pol.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 381-14 Cliente: JORGE - EDISON - SECAGEM DE IOGURTE Amostra: 1 - Average Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.	POP: Analista: Priscila Fonte de resultados: Averaged	Data da medida: quinta-feira, 24 de abril de 2014 15:53:32 Data da análise: quinta-feira, 24 de abril de 2014 15:53:33
---	--	---

Código I.R.: QHD I.R. da partícula: 1.729 Dispersante: Water	Amostrador: Hydro 2000MU (A) Absorção: 0.001 I.R. do dispersante: 1.330	Tipo de análise: General purpose Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm Resíduo: 0.875 %	Sensitividade: Normal Obscurecimento: 6.98 % Result Emulation: Off
--	---	--	--

Concentração: 0.0211 %Vol Área superf. espec.: 0.281 m ² /g	Span : 1.624 D[3,2]: 21.379 µm	Uniformidade: 0.666 D[4,3]: 32.266 µm	Tipo de distribuição: Volume d(0.1): 12.337 µm d(0.5): 23.749 µm d(0.9): 50.915 µm
---	---	--	--

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.000	0.00	7.096	0.23	50.238	89.68	355.656	99.93
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.87	56.369	92.09	399.062	100.00
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	2.05	63.246	93.76	447.744	100.00
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	4.00	70.963	94.89	502.377	100.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	6.90	79.621	95.64	563.577	100.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.793	0.00	12.619	10.87	89.337	96.17	632.466	100.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	15.96	100.237	96.57	709.627	100.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	22.21	112.468	96.92	796.214	100.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.826	29.43	126.191	97.27	893.367	100.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.826	0.00	20.000	37.41	141.589	97.63	1002.374	100.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	45.82	158.966	98.01	1124.683	100.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	54.28	178.250	98.39	1261.915	100.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	62.42	200.000	98.75	1415.892	100.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	69.91	224.404	99.08	1588.666	100.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	36.666	76.47	251.766	99.37	1782.802	100.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.00	39.906	81.97	282.908	99.62	2000.000	100.00
0.126	0.00	0.893	0.00	6.325	0.00	44.774	86.35	316.979	99.81

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 382-14	POP:	Data da medida: quinta-feira, 24 de abril de 2014 16:06:41
Cliente: JORGE - EDISON - SECAGEM DE IOGURTE	Analista: Priscila	Data da análise: quinta-feira, 24 de abril de 2014 16:06:42
Amostra: 2	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 7.53 %
Dispersante: Water	I.R. do dispersante: 1.330	Resíduo: 0.798 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0208 %Vol	Span : 1.424	Uniformidade: 0.44	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.306 m ² /g	D[3,2]: 19.594 µm	D[4,3]: 25.265 µm	
d(0.1): 11.326 µm	d(0.5): 22.482 µm	d(0.9): 43.336 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.000	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.67	50.238	94.76	355.656	100.00
0.002	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	1.97	56.368	97.26	399.052	100.00
0.005	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	3.73	63.245	98.88	447.744	100.00
0.008	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	6.28	70.963	99.76	502.377	100.00
0.012	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	9.76	79.621	99.99	563.677	100.00
0.016	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	12.619	14.24	88.337	100.00	632.456	100.00
0.020	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	19.75	100.237	100.00	709.627	100.00
0.025	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	26.23	112.468	100.00	796.214	100.00
0.030	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	33.55	126.191	100.00	893.367	100.00
0.036	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	41.52	141.589	100.00	1002.374	100.00
0.043	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	49.86	158.866	100.00	1124.683	100.00
0.051	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	58.27	178.250	100.00	1261.915	100.00
0.060	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	66.43	200.000	100.00	1415.892	100.00
0.069	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	74.01	224.404	100.00	1598.656	100.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	35.666	80.78	251.785	100.00	1782.922	100.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.02	39.906	86.55	282.908	100.00	2000.000	100.00
0.126	0.00	0.893	0.00	6.325	0.27	44.774	91.20	316.979	100.00

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica
Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 383-14	POP:	Data da medida: quinta-feira, 24 de abril de 2014 16:21:21
Cliente: JORGE - EDISON - SECAGEM DE IOGURTE	Analista: Priscila	Data da análise: quinta-feira, 24 de abril de 2014 16:21:23
Amostra: 3	Fonte de resultados: Averaged	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 6.86 %
Dispersante: Water	I.R. do dispersante: 1.330	Resíduo: 1.986 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0289 %Vol	Span : 3.382	Uniformidade: 0.996	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.201 m ² /g	D[3,2]: 29.780 µm	D[4,3]: 60.513 µm	
d(0.1): 14.110 µm	d(0.5): 38.478 µm	d(0.9): 144.237 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.56	50.238	60.49	355.656	100.00		
0.032	0.00	0.159	0.00	1.126	0.00	7.962	1.14	56.368	64.54	399.062	100.00		
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	2.05	63.246	68.30	447.744	100.00		
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	3.33	70.960	71.82	502.377	100.00		
0.042	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	5.07	79.621	75.13	563.677	100.00		
0.046	0.00	0.252	0.00	1.793	0.00	12.619	7.31	89.337	78.28	632.486	100.00		
0.049	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	10.09	100.237	81.29	709.627	100.00		
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	13.42	112.468	84.19	796.214	100.00		
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	17.27	126.191	86.96	893.367	100.00		
0.056	0.00	0.399	0.00	2.826	0.00	20.000	21.59	141.589	89.59	1002.374	100.00		
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	26.30	158.866	92.04	1124.683	100.00		
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	31.28	178.280	94.26	1261.915	100.00		
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	36.41	200.000	96.18	1415.892	100.00		
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	41.57	224.404	97.75	1588.656	100.00		
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	35.566	46.64	251.765	98.92	1782.502	100.00		
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.02	39.905	51.52	282.508	99.57	2000.000	100.00		
0.125	0.00	0.893	0.00	6.326	0.21	44.774	56.15	315.575	99.99

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
 Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 384-14	POP:	Data da medida: quinta-feira, 24 de abril de 2014 16:37:17
Cliente: JORGE - EDISON - SECAGEM DE IOGURTE	Analista: Priscila	Data da análise: quinta-feira, 24 de abril de 2014 16:37:18
Amostra: 4	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 6.54 %
Dispersante: Water	I.R. do dispersante: 1.330	Resíduo: 1.184 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0237 %Vol	Span : 2.458	Uniformidade: 1.02	Tipo de distribuição: Volume
-------------------------------------	------------------------	------------------------------	--

Área superf. espec.: 0.226 m ² /g	D[3,2]: 26.561 µm	D[4,3]: 59.517 µm	d(0.9): 104.131 µm
--	-----------------------------	-----------------------------	------------------------------

d(0.1): 15.941 μm		d(0.5): 35.884 μm		d(0.9): 104.131 μm	
Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.04
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	0.08
0.025	0.00	0.178	0.00	1.252	0.14
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	0.20
0.032	0.00	0.224	0.00	1.588	0.27
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.35
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.43
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.51
0.050	0.00	0.355	0.00	2.518	0.60
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.69
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.78
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.87
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.96
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	1.05
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	1.14
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	1.25
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	1.39
				7.096	1.59
				7.962	1.87
				8.934	2.31
				10.024	2.97
				11.247	3.95
				12.619	5.35
				14.155	7.30
				15.887	9.91
				17.825	13.29
				20.000	17.53
				22.440	22.61
				25.179	28.61
				28.251	35.09
				31.698	42.15
				35.566	49.44
				39.905	56.66
				44.774	63.52
				50.238	69.77
				55.368	75.22
				63.246	79.77
				70.963	83.38
				79.621	86.15
				89.337	88.18
				100.237	89.62
				112.468	90.65
				125.191	91.40
				141.589	92.01
				158.866	92.56
				178.250	93.12
				200.000	93.74
				224.404	94.44
				251.785	95.23
				282.509	96.08
				316.979	96.96
				355.555	97.83
				399.062	98.60
				447.744	99.23
				502.377	99.66
				563.577	99.86
				632.455	99.95
				709.627	100.00
				796.214	100.00
				893.367	100.00
				1002.374	100.00
				1124.583	100.00
				1261.915	100.00
				1415.882	100.00
				1588.555	100.00
				1782.502	100.00
				2000.000	100.00

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica
Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 385-14	POP:	Data da medida: quinta-feira, 24 de abril de 2014 17:08:45
Cliente: JORGE - EDISON - SECAGEM DE IOGURTE	Analista: Priscila	Data da análise: quinta-feira, 24 de abril de 2014 17:08:47
Amostra: 5	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 μ m	Obscurecimento: 6.74 %
Dispersante: Water	I.R. do dispersante: 1.330	Resíduo: 1.215 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0313 %Vol	Span : 3.587	Uniformidade: 1.11	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.183 m^2/g	D[3,2]: 32.761 μ m	D[4,3]: 69.540 μ m	
d(0.1): 15.777 μ m	d(0.5): 40.843 μ m	d(0.9): 162.300 μ m	

Size (μ m)	Vol Under %	Size (μ m)	Vol Under %	Size (μ m)	Vol Under %	Size (μ m)	Vol Under %	Size (μ m)	Vol Under %	Size (μ m)	Vol Under %	Size (μ m)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.14	50.238	58.29	355.656	96.69		
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.29	55.368	62.45	399.062	99.30		
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	0.51	63.246	66.31	447.744	99.74		
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	1.74	70.963	69.92	502.377	99.99		
0.042	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	3.01	79.621	73.31	563.677	100.00		
0.046	0.00	0.252	0.00	1.793	0.00	12.619	4.80	89.337	76.51	632.466	100.00		
0.049	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	7.18	100.237	79.53	709.627	100.00		
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	10.20	112.468	82.37	796.214	100.00		
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	13.85	126.191	85.01	893.367	100.00		
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	18.10	141.589	87.44	1002.374	100.00		
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	22.84	158.866	89.62	1124.683	100.00		
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	27.95	178.250	91.56	1261.915	100.00		
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	33.27	200.000	93.25	1415.892	100.00		
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	38.54	224.404	94.71	1588.655	100.00		
0.100	0.00	0.710	0.00	5.034	0.00	35.566	43.93	251.765	95.95	1782.502	100.00		
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.00	39.905	49.01	282.508	97.02	2000.000	100.00		
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.01	44.774	53.81	315.579	97.93

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.pol.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.pol.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 386-14	POP:	Data da medida: quinta-feira, 24 de abril de 2014 17:15:42
Cliente: JORGE - EDISON - SECAGEM DE IOGURTE	Analista: Priscila	Data da análise: quinta-feira, 24 de abril de 2014 17:15:43
Amostra: 6	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 6.25 %
Dispersante: Water	I.R. do dispersante: 1.330	Resíduo: 0.803 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0130 %Vol	Span : 1.561	Uniformidade: 0.485	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.375 m ² /g	D[3,2]: 15.980 µm	D[4,3]: 26.322 µm	
d(0.1): 10.488 µm	d(0.5): 23.355 µm	d(0.9): 46.934 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.10	7.096	3.86	50.238	90.32	355.656	100.00
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	0.24	7.962	4.57	56.368	95.47	399.062	100.00
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	0.43	8.934	6.61	63.246	97.70	447.744	100.00
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	0.65	10.024	8.89	70.963	99.11	502.377	100.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.588	0.90	11.247	11.56	79.621	99.84	563.677	100.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	1.17	12.619	15.84	89.337	99.96	632.456	100.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	1.43	14.159	20.61	100.237	100.00	709.627	100.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	1.69	15.887	26.25	112.468	100.00	796.214	100.00
0.050	0.00	0.355	0.00	2.518	1.90	17.825	32.68	126.191	100.00	893.367	100.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	2.08	20.000	39.77	141.689	100.00	1002.374	100.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	2.22	22.440	47.31	158.866	100.00	1124.683	100.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	2.31	25.179	55.06	178.250	100.00	1261.915	100.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	2.38	28.251	62.80	200.000	100.00	1415.892	100.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	2.44	31.698	70.20	224.404	100.00	1598.666	100.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	2.55	35.966	77.02	251.795	100.00	1792.902	100.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	2.76	39.905	83.07	282.606	100.00	2000.000	100.00
0.126	0.00	0.893	0.00	6.325	3.16	44.774	88.19	316.979	100.00

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 387-14	POP:	Data da medida: quinta-feira, 24 de abril de 2014 17:27:52
Cliente: JORGE - EDISON - SECAGEM DE IOGURTE	Analista: Priscila	Data da análise: quinta-feira, 24 de abril de 2014 17:27:53
Amostra: 7	Fonte de resultados: Averaged	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensibilidade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 5.88 %
Dispersante: Water	I.R. do dispersante: 1.330	Resíduo: 1.035 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0168 %Vol	Span : 1.655	Uniformidade: 0.716	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.295 m²/g	D[3,2]: 20.337 µm	D[4,3]: 31.619 µm	

d(0.1): 11.689 μm		d(0.5): 22.439 μm		d(0.9): 48.815 μm							
Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %						
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.22	50.238	90.61	355.656	100.00
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	1.00	56.368	92.52	399.052	100.00
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	2.55	63.246	93.74	447.744	100.00
0.029	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	5.03	70.963	94.48	502.377	100.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	8.57	79.621	94.92	563.677	100.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	12.619	13.23	89.337	95.29	632.466	100.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	19.01	100.237	95.54	708.627	100.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.344	0.00	15.887	26.81	112.468	95.90	796.214	100.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.618	0.00	17.825	33.44	126.191	96.37	893.367	100.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	41.61	141.589	96.92	1002.374	100.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	50.00	158.866	97.53	1124.583	100.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	58.26	178.250	98.16	1261.915	100.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	66.04	200.000	98.74	1415.852	100.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	73.04	224.404	99.24	1588.556	100.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	35.566	79.06	251.765	99.54	1782.502	100.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.00	39.905	83.99	282.508	99.87	2000.000	100.00
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.00	44.774	87.81	316.579	99.99

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
 Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 388-14	POP:	Data da medida: quinta-feira, 24 de abril de 2014 17:41:21
Cliente: JORGE - EDISON - SECAGEM DE IOGURTE	Analista: Priscila	Data da análise: quinta-feira, 24 de abril de 2014 17:41:22
Amostra: 8	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 7.99 %
Dispersante: Water	I.R. do dispersante: 1.330	Resíduo: 2.172 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0468 %Vol	Span : 2.791	Uniformidade: 0.857	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.147 m ² /g	D[3,2]: 40.931 µm	D[4,3]: 84.812 µm	
d(0.1): 18.253 µm	d(0.5): 61.388 µm	d(0.9): 189.611 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.23	50.238	42.57	355.655	99.91		
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.49	56.368	46.82	399.052	100.00		
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	0.90	63.246	51.11	447.744	100.00		
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	1.53	70.963	55.44	502.977	100.00		
0.042	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	2.43	79.621	59.80	563.677	100.00		
0.046	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	12.619	3.64	89.337	64.17	632.456	100.00		
0.050	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	5.20	100.237	68.52	709.627	100.00		
0.055	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	7.14	112.468	72.80	796.214	100.00		
0.060	0.00	0.355	0.00	2.518	0.00	17.825	9.47	126.191	75.96	893.367	100.00		
0.066	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	12.19	141.589	80.99	1002.374	100.00		
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	15.26	158.866	84.77	1124.683	100.00		
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	18.64	178.250	88.26	1261.915	100.00		
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	22.28	200.000	91.41	1415.892	100.00		
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	26.13	224.404	94.15	1588.656	100.00		
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	35.966	30.12	251.786	96.42	1782.802	100.00		
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.01	39.905	34.21	282.908	98.16	2000.000	100.00		
0.125	0.00	0.893	0.00	6.328	0.06	44.774	38.37	316.979	99.34

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica
Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 389-14	POP:	Data da medida: sexta-feira, 25 de abril de 2014 15:56:07
Cliente: JORGE - EDISON - SECAGEM DE IOGURTE	Analista: Priscila	Data da análise: sexta-feira, 25 de abril de 2014 15:56:08
Amostra: 9	Fonte de resultados: Editad	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 6.04 %
Dispersante: Water	I.R. do dispersante: 1.330	Resíduo: 1.343 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0215 %Vol	Span : 2.387	Uniformidade: 0.779	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.238 m ² /g	D[3,2]: 25.224 µm	D[4,3]: 41.625 µm	
d(0.1): 13.427 µm	d(0.5): 29.149 µm	d(0.9): 83.002 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.15	50.238	77.08	355.656	100.00
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.63	56.368	81.00	399.052	100.00
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	1.54	63.246	84.30	447.744	100.00
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	3.00	70.963	87.02	502.377	100.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	5.16	79.621	89.28	563.677	100.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	12.619	8.06	89.337	91.16	632.466	100.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	11.83	100.237	92.74	709.627	100.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	16.42	112.468	94.10	796.214	100.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	21.78	126.191	95.28	893.367	100.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	27.83	141.589	96.33	1002.374	100.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	34.37	158.966	97.26	1124.683	100.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	41.22	178.250	98.08	1261.915	100.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	48.14	200.000	98.77	1415.892	100.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	54.90	224.404	99.31	1588.656	100.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	35.966	61.31	251.785	99.73	1782.502	100.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.00	39.905	67.21	282.908	99.94	2000.000	100.00
0.126	0.00	0.893	0.00	6.325	0.00	44.774	72.48	315.579	99.99

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.pol.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.pol.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 390-14	POP:	Data da medida: sexta-feira, 25 de abril de 2014 16:06:01
Cliente: JORGE - EDISON - SECAGEM DE IOGURTE	Analista: Priscila	Data da análise: sexta-feira, 25 de abril de 2014 16:06:02
Amostra: 10	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 6.34 %
Dispersante: Water	I.R. do dispersante: 1.330	Resíduo: 1.574 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0234 %Vol	Span : 2.692	Uniformidade: 0.841	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.229 m ² /g	D[3,2]: 26.176 µm	D[4,3]: 44.724 µm	
d(0.1): 13.913 µm	d(0.5): 29.980 µm	d(0.9): 94.620 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.12	50.238	75.30	355.655	100.00		
0.022	0.00	0.159	0.00	1.105	0.00	7.962	0.43	56.368	79.14	399.052	100.00		
0.025	0.00	0.178	0.00	1.252	0.00	8.934	1.19	63.246	82.35	447.744	100.00		
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	2.45	70.963	85.02	502.377	100.00		
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	4.38	79.621	87.25	563.677	100.00		
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	12.619	7.06	89.337	89.15	632.456	100.00		
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.153	10.60	100.237	90.80	709.627	100.00		
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	15.00	112.468	92.29	796.214	100.00		
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	20.22	126.191	93.66	893.367	100.00		
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	25.18	141.589	94.95	1002.374	100.00		
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	32.68	158.866	96.15	1124.683	100.00		
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	39.53	178.250	97.25	1261.915	100.00		
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	46.47	200.000	98.21	1415.892	100.00		
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	53.25	224.404	98.99	1588.656	100.00		
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	35.956	59.67	251.755	99.57	1782.502	100.00		
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.00	39.905	65.54	282.508	99.87	2000.000	100.00		
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.00	44.774	70.77	316.979	99.97

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 391-14	POP:	Data da medida: sexta-feira, 25 de abril de 2014 16:10:28
Cliente: JORGE - EDISON - SECAGEM DE IOGURTE	Analista: Priscila	Data da análise: sexta-feira, 25 de abril de 2014 16:10:29
Amostra: 11	Fonte de resultados: Averaged	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 8.03 %
Dispersante: Water	I.R. do dispersante: 1.330	Resíduo: 1.555 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0316 %Vol	Span : 2.955	Uniformidade: 0.947	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.217 m ² /g	D[3,2]: 27.652 µm	D[4,3]: 51.503 µm	

d(0.1): 14.051 µm	d(0.5): 32.786 µm	d(0.9): 110.923 µm
Size (µm) Vol Under %	Size (µm) Vol Under %	Size (µm) Vol Under %
0.030 0.00	0.142 0.00	0.238 0.13
0.032 0.00	0.159 0.00	56.368 68.35
0.035 0.00	0.178 0.00	63.246 73.47
0.038 0.00	0.200 0.00	69.621 77.15
0.042 0.00	0.224 0.00	75.621 80.40
0.046 0.00	0.252 0.00	81.247 83.30
0.050 0.00	0.283 0.00	86.519 85.88
0.055 0.00	0.317 0.00	91.459 88.18
0.060 0.00	0.356 0.00	96.023 90.23
0.066 0.00	0.399 0.00	100.237 92.05
0.071 0.00	0.448 0.00	104.159 93.64
0.077 0.00	0.502 0.00	107.825 95.01
0.083 0.00	0.564 0.00	111.247 96.17
0.089 0.00	0.632 0.00	114.459 97.13
0.100 0.00	0.710 0.00	117.459 97.91
0.112 0.00	0.796 0.00	120.237 98.51
0.126 0.00	0.893 0.00	122.825 98.96
		125.247 99.32

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

ANEXO F – LAUDOS DE DISTRIBUIÇÃO DE PARTÍCULAS PARA A VERIFICAÇÃO DAS CONDIÇÕES ÓTIMAS

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo
Laboratório de Caracterização Tecnológica
 Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
 Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 679-14	POP:	Data da medida: terça-feira, 1 de julho de 2014 09:11:52
Cliente: INSTITUTO MAUA DE TECNOLOGIA	Analista: priscila	Data da análise: terça-feira, 1 de julho de 2014 09:58:45
Amostra: Po	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 30 segundos		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 um	Obscurecência: 7.66 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 0.555 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0216 %Vol	Span : 1.208	Uniformidade: 0.373	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.301 m ² /g	D[3,2]: 19.952 um	D[4,3]: 24.122 um	
d(0.1): 12.229 um	d(0.5): 22.178 um	d(0.9): 39.027 um	

Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.14	50.238	99.04	355.656	100.00
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.68	56.368	99.61	399.062	100.00
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	1.85	63.246	100.00	447.744	100.00
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	3.87	70.963	100.00	502.377	100.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	6.97	79.621	100.00	563.677	100.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.780	0.00	12.619	11.32	89.337	100.00	632.466	100.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	17.02	100.237	100.00	709.627	100.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	24.06	112.468	100.00	796.214	100.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	32.26	126.191	100.00	893.367	100.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	41.38	141.589	100.00	1002.374	100.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	50.99	158.866	100.00	1124.683	100.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	60.65	178.250	100.00	1251.915	100.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	69.86	200.000	100.00	1415.852	100.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	78.18	224.404	100.00	1588.656	100.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.004	0.00	35.566	85.29	251.755	100.00	1782.902	100.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.00	39.905	90.96	282.508	100.00	2000.000	100.00
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.00	44.774	95.20	315.579	100.00

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 680-14	POP:	Data da medida: terça-feira, 1 de julho de 2014 10:28:22
Cliente: INSTITUTO MAUA DE TECNOLOGIA	Analista: priscila	Data da análise: terça-feira, 1 de julho de 2014 10:28:23
Amostra: Pr	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 30 segundos		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 6.11 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 1.150 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0193 %Vol	Span : 1.431	Uniformidade: 0.445	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.267 m ² /g	D[3,2]: 22.447 µm	D[4,3]: 29.020 µm	

d(0.1): 12.974 μm		d(0.5): 25.718 μm		d(0.9): 49.786 μm					
Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.19	50.238	90.34
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.72	55.368	94.01
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	1.72	63.246	96.65
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	3.34	70.963	98.37
0.042	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	5.75	79.621	99.37
0.046	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	12.619	9.06	89.337	99.88
0.050	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	13.36	100.237	100.00
0.055	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.987	18.70	112.468	100.00
0.060	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	25.02	126.191	100.00
0.066	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	32.34	141.589	100.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	40.13	158.866	100.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	25.179	48.45	178.250	100.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	56.87	200.000	100.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	65.09	224.404	100.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	35.966	72.77	251.755	100.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.00	39.905	79.66	282.508	100.00
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.00	44.774	85.54	315.579	100.00

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo

Laboratório de Caracterização Tecnológica
 Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
 Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Relatório: MAL 970-14	POP:	Data da medida: terça-feira, 25 de novembro de 2014 14:50:19
Cliente: JORGE ANDREY WILHELMS GUT	Analista: Ingled	Data da análise: terça-feira, 25 de novembro de 2014 14:50:20
Amostra: Ver 1	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 30 seg.		

Código I.R.: 1.729_0.001	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 um	Obscurecimento: 8.06 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 0.981 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0168 %Vol	Span : 1.358	Uniformidade: 0.416	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.303 m²/g	D[3,2]: 19.823 um	D[4,3]: 25.065 um	

d(0.1): 11.597 μm		d(0.5): 22.656 μm		d(0.9): 42.369 μm					
Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %				
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.096	0.63	50.238	96.87
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	7.962	1.60	56.368	98.42
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	8.934	3.20	63.246	99.75
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	10.034	5.60	70.963	100.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	11.247	8.94	79.621	100.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	12.619	13.32	89.337	100.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	14.169	18.76	100.237	100.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	15.887	25.24	112.468	100.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.826	0.00	17.826	32.63	126.191	100.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	20.000	40.74	141.589	100.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.00	22.440	49.28	158.866	100.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	25.179	57.94	178.250	100.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	28.251	66.38	200.000	100.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	31.698	74.27	224.404	100.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.02	35.566	81.32	251.785	100.00
0.126	0.00	0.893	0.00	6.325	0.15	39.905	87.33	282.508	100.00
						44.774	92.15	316.979	100.00

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo**

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.pol.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.pol.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Relatório: MAL 971-14	POP:	Data da medida: quarta-feira, 26 de novembro de 2014 10:16:32
Cliente: JORGE ANDREY WILHELMS GUT	Analista: Ingrid	Data da análise: quarta-feira, 26 de novembro de 2014 10:16:33
Amostra: Ver 2	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool Isopropílico Ultrassom: 30 seg.		

Código L.R.: 1.729_0.001	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
L.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 μ m	Obscurecimento: 6.54 %
Dispersante: Isopropyl alcohol	L.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 0.561 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0183 %Vol	Span : 1.364	Uniformidade: 0.418	Tipo de distribuição: Volume
-------------------------------------	------------------------	-------------------------------	--

Área superf. espec.: 0.303 m^2/g	D[3,2]: 19.813 μ m	D[4,3]: 25.106 μ m
--	----------------------------------	----------------------------------

d(0.1):	11.571	µm	d(0.5):	22.680	µm	d(0.9):	42.511	µm
	Size (µm)	Vol Under %		Size (µm)	Vol Under %		Size (µm)	Vol Under %
	0.020	0.00		0.142	0.00		1.002	0.00
	0.022	0.00		0.159	0.00		1.125	0.00
	0.025	0.00		0.178	0.00		1.262	0.00
	0.028	0.00		0.200	0.00		1.416	0.00
	0.032	0.00		0.224	0.00		1.589	0.00
	0.036	0.00		0.252	0.00		1.783	0.00
	0.040	0.00		0.283	0.00		2.000	0.00
	0.045	0.00		0.317	0.00		2.244	0.00
	0.050	0.00		0.356	0.00		2.518	0.00
	0.056	0.00		0.399	0.00		2.825	0.00
	0.063	0.00		0.448	0.00		3.170	0.00
	0.071	0.00		0.502	0.00		3.557	0.00
	0.080	0.00		0.564	0.00		3.991	0.00
	0.089	0.00		0.632	0.00		4.477	0.00
	0.100	0.00		0.710	0.00		5.024	0.00
	0.112	0.00		0.798	0.00		5.637	0.03
	0.125	0.00		0.893	0.00		6.325	0.19
							7.098	0.68
							7.982	1.87
							8.934	3.28
							10.024	5.88
							11.247	9.02
							12.619	13.38
							14.159	18.81
							15.867	25.26
							17.825	32.82
							20.000	40.89
							22.440	49.20
							25.179	57.83
							28.251	66.25
							31.698	74.11
							35.588	81.16
							39.905	87.18
							44.774	92.05
							50.238	95.77
							56.388	98.36
							63.248	99.73
							70.983	100.00
							79.621	100.00
							89.337	100.00
							100.237	100.00
							112.488	100.00
							126.191	100.00
							141.589	100.00
							158.888	100.00
							178.250	100.00
							200.000	100.00
							224.404	100.00
							251.785	100.00
							282.508	100.00
							316.979	100.00
							355.898	100.00
							399.062	100.00
							447.744	100.00
							502.377	100.00
							563.877	100.00
							632.486	100.00
							709.627	100.00
							798.214	100.00
							893.387	100.00
							1002.374	100.00
							1124.883	100.00
							1261.915	100.00
							1415.892	100.00
							1588.898	100.00
							1782.502	100.00
							2000.000	100.00

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo

Laboratório de Caracterização Tecnológica
 Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.poli.usp.br
 Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.poli.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Relatório: MAL 972-14	POP:	Data da medida: quarta-feira, 26 de novembro de 2014 11:48:56
Cliente: JORGE ANDREY WILHELMS GUT	Analista: Ingled	Data da análise: quarta-feira, 26 de novembro de 2014 11:48:57
Amostra: Ver 3	Fonte de resultados: Editad	
Notas: Vel. bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 30 seg.		

Código L.R.: 1.729_0.001	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
L.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.001	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecimento: 5.95 %
Dispersante: isopropyl alcohol	L.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 0.561 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0165 %Vol	Span : 1.364	Uniformidade: 0.417	Tipo de distribuição: Volume
-------------------------------------	------------------------	-------------------------------	--

Área superf. espec.: 0.303 m²/g	D[3,2]: 19.812 µm	D[4,3]: 25.106 µm	
d(0.1): 11.569 µm	d(0.5): 22.686 µm	d(0.9): 42.504 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.006	0.70	50.236	95.75	355.696	100.00
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.952	1.67	56.368	96.37	366.052	100.00
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	3.29	63.246	96.73	447.744	100.00
0.028	0.00	0.200	0.00	1.418	0.00	10.034	5.69	70.963	100.00	502.377	100.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	9.03	79.621	100.00	563.677	100.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	12.619	13.38	89.337	100.00	632.466	100.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	18.80	100.237	100.00	709.627	100.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	25.25	112.488	100.00	796.214	100.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	32.60	126.191	100.00	893.367	100.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	40.67	141.589	100.00	1002.374	100.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	49.18	159.888	100.00	1124.889	100.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.567	0.00	25.179	57.82	179.250	100.00	1261.915	100.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	66.24	200.000	100.00	1415.902	100.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	74.11	224.404	100.00	1588.696	100.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.00	35.566	81.16	251.785	100.00	1792.502	100.00
0.112	0.00	0.798	0.00	5.657	0.01	39.905	87.19	282.508	100.00	2000.000	100.00
0.126	0.00	0.893	0.00	6.325	0.19	44.774	92.06	316.979	100.00

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Marta Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

ANEXO G – LAUDOS DE DISTRIBUIÇÃO DE PARTÍCULAS PARA CARACTERIZAÇÕES COMPLEMENTARES DOS PRODUTOS

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo
Laboratório de Caracterização Tecnológica
 Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.pol.usp.br
 Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.pol.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 323-14	POP:	Data da medida: quarta-feira, 16 de abril de 2014 16:17:35
Cliente: Edison P. de Ros Triboli	Analista: Priscila	Data da análise: quarta-feira, 16 de abril de 2014 16:17:36
Amostra: Am. Comercial 1	Fonte de resultados: Averaged	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		

Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.1	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 um	Obscurecimento: 7.61 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 0.484 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0265 %Vol	Span : 1.971	Uniformidade: 0.609	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.233 m ² /g	D[3,2]: 25.709 um	D[4,3]: 73.327 um	
d(0.1): 13.882 um	d(0.5): 65.378 um	d(0.9): 142.755 um	

Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %	Size (um)	Vol Under %
0.030	0.00	0.142	0.00	1.002	0.43	7.096	3.57	50.238	37.72	355.656	100.00
0.032	0.00	0.159	0.00	1.125	0.51	7.962	4.30	56.368	42.70	399.052	100.00
0.035	0.00	0.178	0.00	1.262	0.58	8.934	5.17	63.246	48.28	447.744	100.00
0.038	0.00	0.200	0.00	1.416	0.66	10.024	6.21	70.963	54.40	502.377	100.00
0.042	0.00	0.224	0.00	1.589	0.74	11.347	7.42	79.621	60.86	563.677	100.00
0.046	0.00	0.252	0.00	1.793	0.82	12.619	8.77	89.337	67.43	632.456	100.00
0.050	0.00	0.283	0.00	2.000	0.91	14.159	10.27	100.237	73.85	709.627	100.00
0.055	0.00	0.317	0.00	2.244	1.00	15.887	11.88	112.468	79.96	796.214	100.00
0.060	0.00	0.356	0.00	2.518	1.10	17.825	13.59	126.191	86.20	893.367	100.00
0.066	0.00	0.399	0.00	2.826	1.21	20.000	15.38	141.589	89.72	1002.374	100.00
0.073	0.00	0.448	0.00	3.170	1.34	22.440	17.27	158.866	93.31	1124.683	100.00
0.081	0.00	0.502	0.01	3.557	1.48	25.179	19.26	178.250	96.00	1261.915	100.00
0.090	0.00	0.564	0.06	3.991	1.66	28.261	21.42	200.000	97.86	1415.892	100.00
0.099	0.00	0.632	0.12	4.477	1.88	31.698	23.81	224.404	99.00	1588.656	100.00
0.100	0.00	0.710	0.20	5.024	2.17	35.666	26.54	251.786	99.64	1782.952	100.00
0.112	0.00	0.796	0.27	5.637	2.53	39.905	29.70	282.908	99.90	2000.000	100.00
0.126	0.00	0.893	0.35	6.325	2.99	44.774	33.40	316.379	99.99

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo

Laboratório de Caracterização Tecnológica

Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.pol.usp.br
Tel: 11 3091-5151 Fax: 11 3091-6037 e-mail: lct@lct.pol.usp.br

RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Certificado: MAL 324-14	POP:	Data da medida: quarta-feira, 16 de abril de 2014 16:26:22
Cliente: Edison P. de Ros Triboli	Analista: Priscila	Data da análise: quarta-feira, 16 de abril de 2014 16:26:23
Amostra: Am. Comercial 2	Fonte de resultados: Edited	
Notas: Vel. Bomba: 2500 rpm Meio de dispersão: álcool isopropílico Ultrassom: 1 min.		
Código I.R.: QHD	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose
I.R. da partícula: 1.729	Absorção: 0.1	Sensitividade: Normal
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm
		Obscurecimento: 9.62 %
		Result Emulation: Off
Concentração: 0.0988 %Vol	Span : 1.494	Uniformidade: 0.461
Área superf. espec.: 0.0854 m ² /g	D[3,2]: 70.223 µm	Tipo de distribuição: Volume
d(0.1): 45.110 µm	d(0.5): 102.442 µm	d(0.9): 198.137 µm

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.38	50.238	12.55	355.656	100.00		
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	0.58	56.368	15.18	399.062	100.00		
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	0.84	63.346	20.80	447.744	100.00		
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	0.00	10.024	1.16	70.963	26.47	602.377	100.00		
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.00	11.247	1.53	79.621	33.08	663.677	100.00		
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.00	12.619	1.95	89.337	40.80	732.466	100.00		
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.00	14.159	2.40	100.237	48.46	799.627	100.00		
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.00	15.887	2.87	112.468	56.66	896.214	100.00		
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.00	17.825	3.32	126.191	64.76	993.367	100.00		
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.00	20.000	3.75	141.589	72.43	1092.374	100.00		
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.00	22.440	4.15	158.865	79.38	1194.683	100.00		
0.071	0.00	0.502	0.00	3.567	0.00	25.179	4.59	178.250	85.40	1291.915	100.00		
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	0.00	28.251	5.05	200.000	90.37	1415.852	100.00		
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	0.00	31.698	5.56	224.404	94.30	1558.555	100.00		
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.05	35.566	6.08	251.785	97.20	1762.902	100.00		
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.13	39.905	7.51	282.508	99.08	2000.000	100.00		
0.125	0.00	0.893	0.00	6.325	0.24	44.774	9.85	315.579	99.96

Prof. Dr. Henrique Kahn
Coordenador do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT-EPUSP

ÍNDICE

A

Aerosil.....	173
Aplicações.....	174
Modo de ação.....	175
Modos de uso em atomizadores.....	177
Propriedades.....	174
Toxicologia.....	176
Aglomeração de partículas.....	55
Análise de resíduos.....	181, 289
Atomizador.....	44
Bico pressurizado.....	45
Disco rotativo.....	45
Tecnapé SD-05.....	86
Atomizadores	
Arranjos.....	47
Câmara de secagem.....	46
Sistemas auxiliares.....	46

B

Bulk density ...Consulte Densidade aparente aerada

C

Condições de KKT.....	75
Consumo específico de energia.....	270
Cor	
Atributo de identidade.....	57
Medida.....	70

D

Densidade aparente.....	53
Densidade aparente aerada.....	53
Densidade aparente na condição de máximo empacotamento.....	53
Diâmetro médio de Sauter.....	52

Difração a <i>laser</i>	93
Distribuição de tamanho de partículas.....	51

E

Eficiência térmica.....	270
-------------------------	-----

F

Fronteira de Pareto.....	258
Procedimento para determinação.....	291

G

Gráfico de paridade.....	181
--------------------------	-----

I

Índice de Carr.....	54
Índice de compressibilidade <i>Consulte</i> Índice de Carr	
Índice de Hausner.....	54
logurte	
Características.....	61
Definição.....	60
Secagem.....	62
Secagem por atomização.....	63

M

Metodologia de superfície de resposta.....	289
--	-----

O

Otimização.....	73
Abordagem metodológica.....	103
Aplicações na indústria de alimentos.....	79
Condição de pesos iguais para processo e produto.....	257
Condição de processo ótima.....	255
Condição de produto ótima.....	256
Fronteira de Pareto.....	258
Função objetivo.....	73

Metodologia de superfícies de resposta.....	82
Multiobjetivo	73, 77
Região viável	75
Soluções de Pareto	78
P	
Partícula	
Friabilidade	58
Morfologia	59
Planejamento composto central	151
Diagrama representativo	152
Planejamento experimental	287
Probióticos	66
S	
Sauter.....	<i>Consulte</i> Diâmetro médio de Sauter
Secagem.....	41
Secador ideal.....	128, 269
Secagem por atomização.....	42
Atomizadores.....	44
Efeito na superfície de derivados lácteos	69
Histórico.....	43
Inovações	48
Princípios	44
Sílica pirogênica	173
Span	121
<i>Spray dryer</i>	<i>Consulte</i> Atomizador
<i>Spray drying</i>	<i>Consulte</i> Secagem por atomização
T	
<i>Tapped density</i>	<i>Consulte</i> Densidade aparente na condição de máximo empacotamento