

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

GUILHERME MORETTI

**DESENVOLVIMENTO DE UM PROTÓTIPO LABORATORIAL DE BAIXO CUSTO
PARA A SECAGEM A FRIO DE ALIMENTOS**

MEDIANEIRA

2022

GUILHERME MORETTI

**DESENVOLVIMENTO DE UM PROTÓTIPO LABORATORIAL DE BAIXO CUSTO
PARA A SECAGEM A FRIO DE ALIMENTOS**

Development of a low-cost laboratory prototype for cold-drying foods

Trabalho de conclusão de curso de graduação apresentado como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Alimentos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Carolina Castilho Garcia

Co-Orientador: Prof. Dr. Ilton José Baraldi

MEDIANEIRA

2022



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/)

Esta licença permite remixe, adaptação e criação a partir do trabalho, para fins não comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es) e que licenciem as novas criações sob termos idênticos. Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.

GUILHERME MORETTI

**DESENVOLVIMENTO DE UM PROTÓTIPO LABORATORIAL DE BAIXO CUSTO
PARA A SECAGEM A FRIO DE ALIMENTOS:**

Trabalho de conclusão de curso de graduação apresentado como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Alimentos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Data de aprovação: Vinte e dois de novembro de 2022

Orientadora: Prof^ª. Dr^ª. Carolina Castilho Garcia
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Medianeira
Orientadora

Prof. Dr. Ilton José Baraldi
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Medianeira
Co-orientador

Prof^ª. Dr^ª. Elciane Regina Zanatta
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Medianeira

Prof^ª. Dr^ª. Daiane Cristina Lenhard
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Medianeira

MEDIANEIRA

2022

RESUMO

A secagem é uma operação em que ocorre transferência de calor e massa, na qual há a difusão da água do material para uma fase gasosa não saturada. A secagem de produtos alimentícios é utilizada para diminuir a atividade de água e assim aumentar o tempo de prateleira do produto e para diminuir seu peso e volume. Nessas operações normalmente são utilizadas altas temperaturas, ainda que abaixo do ponto de ebulição da água, entretanto em muitos casos, o aquecimento excessivo causa danos nutricionais e/ou sensoriais ao produto. Para contornar esta questão, a secagem a frio, como a liofilização, é uma opção muito utilizada industrialmente sendo utilizadas baixas pressões e temperaturas para a secagem do alimento. Porém, a liofilização é uma operação de alto custo, tanto em relação a equipamentos como energético. Assim, alguns estudos propõem a liofilização sem o uso de vácuo, também chamada de liofilização atmosférica, para reduzir os custos com equipamentos e os gastos energéticos. Nessa operação, a secagem ocorre pelo gradiente de umidade entre a corrente de ar insaturada e o alimento a ser seco. Este trabalho teve como objetivo a construção de um protótipo de liofilizador à pressão atmosférica de baixo custo para uso laboratorial e/ou por pequenos e médios agricultores e a avaliação de sua eficiência de secagem com base na modelagem matemática da operação. O secador foi construído utilizando dois recipientes cilíndricos com fechamento hermético, sendo um para armazenar a amostra e outro o material dissecante, nesse caso a sílica gel. Um compressor foi utilizado para a circulação do ar na vazão de 8 L min^{-1} que era acionado por uma fonte de energia de 15 V. Os recipientes cilíndricos e o compressor foram acondicionados em um *freezer* doméstico para a liofilização à pressão atmosférica de fatias de maçã. Tubos plásticos conectaram o compressor e os recipientes cilíndricos. O ar fluiu do compressor para o cilindro contendo o dissecante e deste para aquele contendo o alimento a ser seco. As maçãs foram adquiridas em comércio local, na cidade de Medianeira e foram cortadas em fatias retangulares de 22 mm por 18 mm, em média, com 5 mm de espessura. As amostras foram acomodadas no protótipo de secador e a perda de massa foi acompanhada a cada 12 em 12 h pesando as amostras até atingir a umidade de equilíbrio com o ar de secagem (cerca de 168 h). Foram realizados dois experimentos de secagem. A secagem foi modelada com base na segunda lei de Fick. A umidade final média das amostras foi de 33% tendo sido observada redução de volume das amostras, aferida visualmente. O coeficiente de difusão médio da água foi $1,53 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$. O custo final do protótipo foi de 1.981,00 reais. O protótipo mostrou potencial para a liofilização à pressão atmosférica de alimentos, devido ao baixo custo de construção e de manutenção e facilidade de operação.

Palavras-chave: liofilização; secagem; modelos matemáticos.

ABSTRACT

Drying is an operation in which heat and mass transfer occur and in which there is the diffusion of water from the material to an unsaturated gaseous phase. Drying of food products is used to decrease the water activity and thus increase the shelf life of the product and decrease its weight and volume. In these operations, high temperatures are normally used, even if below the boiling point of water, however in many cases, excessive heating causes nutritional and/or sensory damage to the product. To get around this issue, cold drying, such as freeze drying, is an option that is widely used industrially, with low pressures and temperatures being used for drying food. However, freeze drying is a costly operation, both in terms of equipment and energy. Thus, some studies propose freeze drying without the use of a vacuum, also called atmospheric freeze drying, to reduce equipment costs and energy expenditure. In this operation, drying occurs by the moisture gradient between the unsaturated air stream and the food to be dried. The objective of this work was the construction of a prototype of a low-cost atmospheric pressure freeze drier for laboratory use and/or by small and medium farmers and the evaluation of its drying efficiency based on the mathematical modeling of the operation. The dryer was built using two cylindrical containers with hermetic closure, one for storing the samples and the other for the desiccant material, in this case, silica gel. A compressor was used for air circulation at a flow rate of 8 L min^{-1} , which was driven by a 15 V power source. The cylindrical containers and the compressor were placed in a domestic freezer for freeze drying at atmospheric pressure of apple slices. Plastic tubes connected the compressor and the cylindrical vessels. The air flowed from the compressor to the cylinder containing the desiccant and from there to the cylinder containing the food to be dried. The apples were purchased at a local market in the city of Medianeira and were cut into rectangular slices measuring 22 mm by 18 mm, on average, with a thickness of 5 mm. The samples were accommodated in the dryer prototype and the mass loss was monitored every 12 h by weighing the samples until reaching equilibrium moisture with the drying air (about 168 h). Two drying experiments were carried out. Drying was modeled based on Fick's second law. The average final moisture of the samples was 33%, and a reduction in the volume of the samples was visually observed. The average diffusion coefficient of water was $1.53 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$. The final cost of the prototype was 1.981,00 reais. The prototype showed potential for freeze drying at atmospheric pressure of foods, due to the low cost of construction and maintenance and ease of operation.

Keywords: freeze drying; drying; mathematical models.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Velocidade relativa de crescimento microbiano em relação a atividade de água de alimentos.....	12
Figura 2 - Diagrama de fases da água.....	13
Figura 3 - Secador montado.....	18
Figura 4 - Medição da vazão do compressor com o sistema montado para a liofilização à pressão atmosférica de alimentos	19
Figura 5 - Corte das amostras frescas	20
Figura 6: Secador montado dentro do freezer	20
Figura 7 - Frutas após o processo de secagem	22
Figura 8 - Umidade em função do tempo para a primeira batelada de secagem de amostras ..	25
Figura 9 - Umidade em função do tempo para a segunda batelada de secagem	25
Figura 10 - Cubos de 10 mm de maçã fresca e após a liofilização à pressão atmosférica	26

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Umidade, em base úmida, das amostras ao longo do tempo de secagem do primeiro experimento	23
Tabela 2 - Umidade, em base úmida, das amostras ao longo do tempo de secagem do segundo experimento	24
Tabela 3 - Coeficiente de difusão efetivo médio das fatias de maçã, Def , calculado segundo a Equação 2, e parâmetros estatísticos para verificação do ajuste dos dados à lei de Fick.....	27
Tabela 4 - Custos para a montagem do secador	28

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	9
2.	OBJETIVOS	10
2.1	Objetivo Geral	10
2.2	Objetivos Específicos	10
3.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	11
3.1	Atividade de água	11
3.2	Secagem	12
3.2.1	Cinética de secagem	14
3.3	Liofilização	15
3.3.1	Liofilização Atmosférica	15
4.	MATERIAL E MÉTODOS	17
4.1	Matéria Prima	17
4.2	Material Utilizado	17
4.3.	Metodologia	17
4.4.	Avaliação estatística	21
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	22
5.1.	Aparência do produto	22
5.2.	Cinética de secagem	23
5.3.	Funcionamento do equipamento	27
6.	CONCLUSÃO	29
	REFERÊNCIAS	30

1. INTRODUÇÃO

A secagem de alimentos é definida como uma operação unitária em que ocorre transferência de calor e massa, na qual ocorre a difusão da água do material para uma fase gasosa não saturada (TADINI et al., 2016). Na secagem de produtos alimentícios normalmente a fonte de calor é a energia solar ou é provido de outras fontes. É um dos métodos mais utilizados para a conservação de alimentos devido ao fato de reduzir sua atividade de água, resultando em diminuição do desenvolvimento microbiano e de reações bioquímicas (TADINI et al., 2016).

A secagem é utilizada desde a antiguidade como forma de conservação de alimentos, sendo a mais antiga a secagem por calor solar, para conservar carnes e peixes (GAVA; SILVA; FRIAS, 2009). Assim como a salga é um dos métodos mais antigos de conservação de alimentos. A diferença de concentração da água no sólido e no ar de secagem é a força motriz para essa operação, que, ainda, utiliza uma fonte de energia.

Existem diversas vantagens na secagem de alimentos, tais como aumento da vida útil do produto, facilidade de transporte e armazenamento, proteção contra degradação oxidativa e enzimática e diminuição da carga microbiana. Apesar de ocorrer perdas de nutrientes, os alimentos secos ou desidratados continuam nutritivos (FENNEM et al., 2010; FORSYTHE, 2013).

Entre os diversos processos de secagem destacam-se os métodos de secagem por calor (solar, convectiva, por infravermelho, etc.) e a liofilização (congelamento da água e sublimação do gelo formado), que pode ocorrer a baixas pressões e à pressão atmosférica (TADINI et al., 2019).

A liofilização é uma técnica em que a secagem ocorre em baixas temperaturas, normalmente sendo executada em ambiente de baixa pressão (menor que a pressão do ponto triplo da água). Essa operação garante maior qualidade nutricional e sensorial dos produtos secos em relação aos métodos que trabalham com temperaturas mais elevadas, porém a liofilização demanda grande custo energético. Nesse sentido, a secagem a frio à pressão atmosférica pode ser atrativa devido à redução significativa nos custos operacionais em relação à liofilização tradicional, mantendo a qualidade nutricional dos produtos finais, mas com maior tempo de secagem (CARELLE; CÂNDIDO, 2015).

Assim, é proposto no presente trabalho um protótipo para a liofilização de alimentos à pressão atmosférica, visando a potencial redução no custo da operação.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Desenvolver um protótipo potencialmente atrativo para emprego industrial, em escala laboratorial e baixo custo, para secar alimentos através da técnica de liofilização à pressão atmosférica, visando redução de custos operacionais.

2.2 Objetivos Específicos

- Construir um protótipo laboratorial de liofilizador que trabalhe à pressão atmosférica para alimentos;
- Avaliar o custo de construção;
- Avaliar a utilização do protótipo para a secagem de alimentos em escala laboratorial, através da cinética de secagem de fatias de 0,5 cm de maçã.

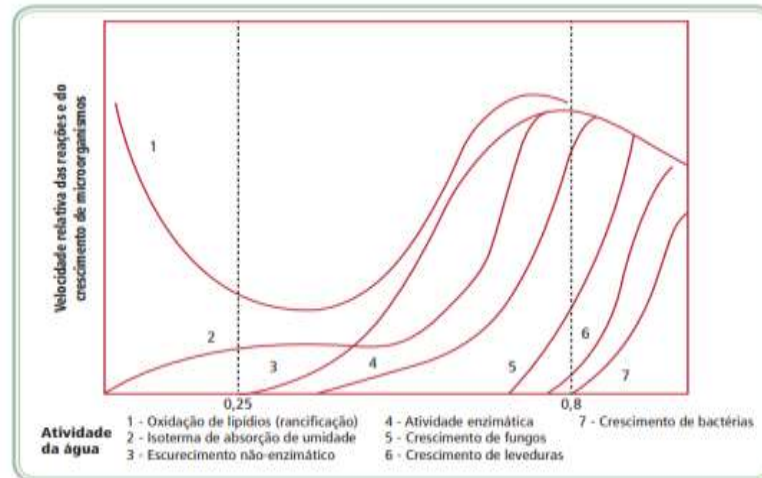
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Atividade de água

A atividade de água pode ser definida como a relação entre a pressão de vapor da água em um alimento ou solução e a pressão de vapor da água pura ambas à mesma temperatura (GAVA; SILVA; FRIAS, 2009) e sua diminuição, reduz a velocidade de desenvolvimento de microrganismos, como por exemplo, microrganismos deteriorantes (MÁRCIO BARROS DOS SANTOS et al.) .Estes deterioram produtos como carne vermelha, carne de frango, peixes e ovos e durante a estocagem a frio resultam em deterioração através de alguns mecanismos como ação de lipase termoestável e de protease, que produzem pigmentação durante a deterioração dos ovos e aroma e sabor desagradável no leite mesmo após a morte dos microrganismos por tratamento térmico (FORSYTHE, 2013). Em relação a frutas a maior parte da microbiota presente reside em sua parte externa, já o seu interior é praticamente estéril, a menos que haja uma lesão em alguma parte da casca (SANTOS; COELHO; CARREIRO, 2008). A proliferação de microrganismos como bactérias (*Pseudomonas*, *Enterobacter*, *Lactobacillus* spp.), fungos (*Aspergillus*, *Penicillium*), leveduras (*Saccharomyces*, *Candida*), vírus e parasitas resultam em consequências indesejáveis ao fruto, a sua deterioração e o risco de segurança dos alimentos (MANZOCCO; DA PIEVE; MAIFRENI, 2011).

A diminuição da atividade de água dos alimentos tem grande importância especialmente devido à redução da ação de microrganismos nos mesmos (FORSYTHE, 2013). Normalmente as bactérias deterioradoras são inibidas em a_w inferior a 0,91; as leveduras iniciam o crescimento em a_w de 0,88, enquanto que os bolores podem deteriorar alimentos com a_w a partir de 0,80 (FRANCO; LANDGRAF, 2008). Esse fato pode ser constatado na Figura 1, que apresenta a velocidade de crescimento dos microrganismos em relação à atividade de água de alimentos.

Figura 1 - Velocidade relativa de crescimento microbiano em relação a atividade de água de alimentos



Fonte: Melo Filho e Vasconcelos (2011)

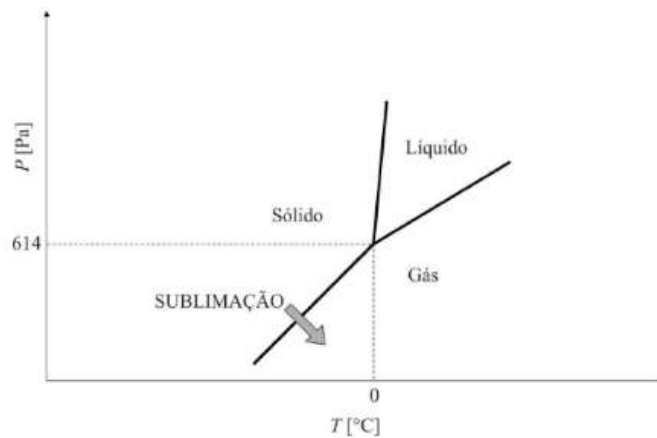
3.2 Secagem

A secagem é considerada uma das técnicas mais utilizadas para a conservação de alimentos devido a diminuição de sua a_w . É uma operação unitária que possibilita a obtenção de um produto sólido de baixa umidade a partir de um material de maior umidade (TADINI et al., 2016).

É grande sua importância na indústria alimentícia, porque são obtidos produtos de qualidade, fácil transporte, pela diminuição de massa, e de maior segurança alimentar, devido a redução da a_w do alimento. A escolha do método de secagem é uma variável chave que influencia em características do produto final, tais como aparência, sabor, aroma, cor, capacidade de reidratação, textura, etc.

A liofilização é uma operação unitária na qual o solvente (normalmente água) é removido de um corpo pelo fenômeno da sublimação, em que o material a ser seco é congelado e, em seguida, há uma brusca redução de pressão para promover a passagem do solvente do estado sólido ao gasoso (TADINI et al., 2016), como pode ser observado na Figura 2.

Figura 2 - Diagrama de fases da água



Fonte: Tadini et al. (2016)

Para a mudança de fase do gelo, no estado sólido, para o gasoso é necessária a adição de calor latente, que pode ser proveniente de uma fonte de calor ou do próprio ambiente, que se encontra à temperatura mais elevada que o sistema.

A abrangência da liofilização vai além do ramo alimentício incluindo materiais não biológicos, bioprodutos não vivos, como vitaminas e proteínas do sangue, organismos vivos e objetos sensíveis, como os de museu (ADAMS, 1991; MENEZES et al., 2009).

Como a secagem ocorre pela sublimação da água, os produtos secados utilizando esta técnica apresentam alta qualidade, devido à ausência de água líquida e às baixas temperaturas utilizadas durante todo o processo. Assim, os sólidos solúveis são preservados e são mantidas as propriedades aromáticas do material (PITOMBO, 1989; CARELLE; CÂNDIDO, 2015).

Meryman (1959) propôs que a liofilização não precisa ocorrer necessariamente a baixas pressões, mas também à pressão atmosférica, devido ao gradiente de umidade entre o ar e o produto. Esse método não utiliza vácuo, portanto, custos com equipamento e energia para produção de vácuo deixam de ser contabilizados. Logo, este método é relativamente mais barato que a liofilização convencional. Stawczyk et al. (2007) concluíram que cubos de maçã secos por liofilização atmosférica apresentaram qualidade (taxa de desidratação, encolhimento, cor, propriedades antioxidantes) comparadas às obtidas por liofilização a vácuo com apenas 15% de deterioração de suas propriedades antioxidantes. Por outro lado, a liofilização atmosférica foi mais eficaz que a secagem convectiva a 70 °C em relação à retenção de propriedades antioxidantes, já que a deterioração desses compostos foi de 30% nessa operação (STAWCZYK et al., 2007).

3.2.1 Cinética de secagem

A operação unitária de secagem pode ser dividida em 3 etapas: a primeira, quando a temperatura do alimento aumenta gradativamente com a pressão de vapor da água até atingir a temperatura de bulbo úmido do ar de secagem, denominada de período de indução. Na segunda etapa, chamada período de taxa constante, a superfície do sólido encontra-se totalmente úmida e a taxa de evaporação independente do sólido. Assim, a água evapora como água livre. Durante esta etapa o material permanece à temperatura de bulbo úmido do ar de secagem (GEANKOPLIS, 1993; ALVES et al., 2013).

A terceira etapa da secagem é o período de taxa decrescente, no qual não há água livre na superfície do sólido, reduzindo a velocidade da secagem. Essa etapa é caracterizada pela difusão da água presente no interior do sólido até sua superfície. Por ser uma etapa lenta quando se trata da secagem de materiais biológicos, os quais possuem células com membranas que apresentam permeabilidade seletiva, é a etapa determinante do tempo de operação (GEANKOPLIS, 1993; ALVES et al., 2013).

A difusão de massa, fenômeno predominante no período de taxa decrescente de secagem, é descrita pela segunda lei de Fick demonstrada na Equação 1 (CRANK, 1975).

$$\frac{\partial X}{\partial t} = \nabla \cdot D_{ef} \nabla X \quad (1)$$

Em que: X representa a umidade (b.s.); t , o tempo (h); D_{ef} , a difusividade efetiva ($m^2 h^{-1}$).

A segunda lei de Fick foi solucionada por Crank (1975) para sólidos com formas geométricas simples e constantes. A solução analítica de Crank (1975) para uma placa infinita é representada na Equação 2.

$$Y = \left(\frac{\bar{X}^t - X^{eq}}{X^0 - X^{eq}} \right) = \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{(2n-1)^2} \exp \left[-(2n-1)^2 \frac{\pi^2 D_{ef} t}{4Z^2} \right] \quad (2)$$

Em que: sobrescrito θ indica tempo inicial; sobrescrito eq indica equilíbrio; sobrescrito t , indica tempo t qualquer; Y é o adimensional de umidade; X representa o conteúdo de umidade (b.s.); D_{ef} é o coeficiente de difusão efetivo da água durante a operação; z é a meia espessura da placa.

3.3 Liofilização

A liofilização é um processo de remoção de água de materiais sólidos, por sublimação. É muito utilizada para a conservação de alimentos para fins especiais, como comida de astronautas e alimentos para atletas e de alto valor agregado, como frutas e café liofilizado, à temperatura ambiente por longos períodos de tempo. Se realizada sob adequadas condições de pressão e temperatura e a concentração de sólidos solúveis for superior a 1% o produto seco possuirá o mesmo volume da solução inicial (CARELLE; CÂNDIDO, 2015).

3.3.1 Liofilização Atmosférica

Uma técnica pouco utilizada de secagem de produtos à baixa temperatura, similar à liofilização, é a chamada de liofilização atmosférica.

Estudada pela primeira vez por Meryman em 1959, que demonstrou que na liofilização atmosférica a sublimação da água ocorre pela diferença de gradiente de umidade entre o ar e o produto. O autor provou que a liofilização atmosférica é possível se a pressão parcial de água na câmara de secagem for mantida muito baixa, secando o material por diferença de concentração da água entre o produto e a atmosfera local. Após Meryman outros autores passaram a estudar para aprimorar a técnica e tentar aloca-la em patamar comercial.

Em 2013 Rahman e Mujumdar (2013), testaram um protótipo de secador por liofilização atmosférica com leito vibratório, e obtiveram resultados de umidade final média das amostras de 31,5%, para cubos de 2 mm de batatas e cenouras por um período de 6 horas de operação com taxas de secagens variando de $0,10 \text{ kg m}^{-2} \text{ h}^{-1}$ a $0,35 \text{ kg m}^{-2} \text{ h}^{-1}$.

Mello et al. (2019) avaliaram a eficiência da liofilização atmosférica em relação à secagem por convecção de cascas de laranja. Os autores verificaram que o tempo de secagem foi 95% menor na convectiva do que na liofilização atmosférica para atingir 0,5 kg de água por kg de massa seca.

Em relação à qualidade nutricional, Goula e Adamopoulos (2006) utilizaram a secagem convectiva em temperaturas entre $80 \text{ }^\circ\text{C}$ a $110 \text{ }^\circ\text{C}$ para secar tomates fatiados ao meio e

verificaram perda de vitamina C de 62% e 100% para a menor e a maior temperatura de operação respectivamente, após 6,5 h de operação. Já para a liofilização os autores obtiveram retenção média de vitamina C de 70 % de em relação ao conteúdo inicial, para umidade final média de 5% (GOULA; ADAMOPOULOS, 2006).

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Matéria Prima

As maçãs utilizadas para os experimentos foram adquiridas em mercados locais do município de Medianeira nos períodos de junho a outubro de 2021, foram selecionadas frutas maduras (com cascas avermelhadas), sem lesões e firmes ao toque.

4.2 Material Utilizado

Para a montagem do secador foram utilizados:

- Secador cilíndrico duplo com mangueiras (Dangos, Anápolis, Brasil);
- Compressor para circulação de ar (vazão experimental de 8 L/min) (KYK50BPM, Keyukang, Guangdong, China);
- Tubulações de PVC;
- Fonte de alimentação de energia para o sistema de 15 V, 2 A, 110 V (Yhua,1502d, Fu'a,China);
- Freezer doméstico (Eletrolux, RE31 240 Litros, Estocolmo, Suécia);
- Sílica gel 54 (Quimisul, Joinville, Brasil).

Para as análises dos ensaios experimentais foram utilizados:

- Balança analítica (AY-220 – 220 g x 0,0001 g Marte, Shimadzu, Quioto, Japão);
- Estufa para determinação de umidade (CienlaB, Campinas, Brasil);
- Utensílios gerais como garfo, faca, para corte de frutas;
- Cortador de frios para corte em espessura de valor definido (FunKitchen, Rio de Janeiro, Brasil);
- Cadinho, vidro relógio e outros materiais de uso laboratorial;
- Analisador de atividade de água (Decagon Devices, Aqualab, Pullman, Estados Unidos).

4.3. Metodologia

O secador foi montado conectando em uma das extremidades de um dos tubos cilíndricos ao compressor, o qual foi alimentado pela fonte de energia. Esse cilindro foi

preenchido com sílica gel previamente seca, formando um leito para absorver a água da corrente de ar previamente à sua passagem pelas amostras de maçã. A outra extremidade desse primeiro cilindro foi conectada a uma das extremidades do outro cilindro plástico de forma a propiciar fluxo de ar seco constante através do mesmo, constituindo a câmara de secagem, e proporcionando a secagem das amostras devido ao gradiente de umidade entre amostra e a atmosfera dentro do secador. A outra extremidade do segundo tubo foi conectada à extremidade de alimentação de ar da coluna de adsorção de umidade. Os dois cilindros foram bem fechados e vedados para evitar vazamentos e/ou umidificação do ar de secagem. A Figura 3 apresenta o sistema montado onde as flechas demonstram o sentido da vazão de ar. A vazão experimental do ar foi de 8 L/min e sua medição é apresentada na Figura 4.

Figura 3 - Secador montado



1 – compressor para a circulação do ar no secador; 2 – tampas dos recipientes; 3 – recipiente cilíndrico contendo sílica gel; 4 – tubos plásticos através dos quais o ar flui; 5 – recipiente cilíndrico para disposição das amostras a serem liofilizadas à pressão atmosférica; 6 – conector dos recipientes cilíndricos.

Fonte: Autoria própria (2022)

Figura 4 - Medição da vazão do compressor com o sistema montado para a liofilização à pressão atmosférica de alimentos



1 – fonte de energia que aciona o motor do compressor; 2 – compressor para a circulação do ar no secador; 3 – medidor de vazão; 4 – fios que alimentam o compressor; 5 – recipiente cilíndrico contendo sílica gel; 6 – recipiente cilíndrico para disposição das amostras a serem liofilizadas à pressão atmosférica; 7 – tubos plásticos através dos quais o ar flui.

Fonte: Autorial própria (2022)

Os experimentos de secagem foram conduzidos em duplicata e, em função das dimensões do equipamento, dentro do secador foram acomodadas três fatias de maçã, as quais foram nomeadas amostras 1, 2 e 3. As frutas foram cortadas em fatias retangulares de 22 mm por 18 mm em média utilizando um molde metálico construído para esse fim e fatiadas em cortador de frios em espessuras de 5 mm, como mostra a Figura 5. A massa média de cada fatia foi de 0,82 g. Após o corte, as amostras foram pesadas, assim como um suporte de metal que

as suspendeu dentro da câmara de secagem, de forma a propiciar maior área de contato com o fluxo de ar.



Fonte: Autoria própria (2022)

Em seguida o sistema contendo as amostras foi colocado em *freezer* doméstico (como mostra a Figura 6) à temperatura entre -3 e -7 °C, sendo retirado para pesagem individual de cada uma das amostras a cada 12 horas. Após atingirem massa constante, caracterizada por variação de massa na terceira casa decimal (0,001 g) em três pesagens consecutivas, as amostras foram retiradas do secador e sua umidade e atividade de água foram determinadas. Essas análises também foram realizadas para as frutas frescas.

Figura 6: Secador montado dentro do freezer



1 – tubos plásticos através dos quais o ar flui.; 2 – tampas dos recipientes; 3 – recipiente cilíndrico contendo sílica gel; 4 – recipiente cilíndrico para disposição das amostras a serem liofilizadas à pressão atmosférica; 5 – compressor para a circulação do ar no secador.

Fonte: Autoria própria (2022)

4.4. Avaliação estatística

A modelagem da secagem das frutas com base na segunda a lei de Fick, Equação 2, foi realizada utilizando o *software* Statistica versão 10.

Para verificar o ajuste dos dados dos experimentos à lei de Fick foram avaliados o coeficiente de determinação (R^2), o erro quadrático médio ($RMSE$), Equação 3, e o erro médio relativo (P), Equação 4.

$$RMSE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_{calc} - x_{exp})^2}{n}} \quad (3)$$

$$P = \frac{100}{n} \sum_{i=1}^N \frac{|x_{exp} - x_{calc}|}{x_{exp}} \quad (4)$$

Em que: x_{exp} é o valor experimental; x_{calc} é o valor predito pelo modelo; n é o número de observações experimentais.

Valores de $RMSE$ e R^2 próximos a 1 demonstram um bom ajuste dos modelos de dados experimentais aos modelos propostos Rudy et al. (2015). As verificações estatísticas foram realizadas com o software LibreOffice.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Aparência do produto

Após o período de secagem, as amostras apresentaram alterações estruturais e diminuição de tamanho, constatadas visualmente, como mostra a Figura 7. Esse fato era esperado, já que o experimento foi conduzido em um *freezer* doméstico, não sendo possível manter temperaturas abaixo de $-8\text{ }^{\circ}\text{C}$, para garantir a estrutura da fruta, como apontado por Stawczyk et al. (2007). Além disso, as frutas não foram congeladas previamente ao início dos experimentos e, portanto, é possível que as alterações estruturais sejam consequência da secagem a baixa temperatura antes das amostras congelarem.

Segundo Stawczyk et al. (2007), o material deveria permanecer com volume praticamente inalterado, pois a estrutura do fruto se manteria e apenas a água iria ser transferida do produto lentamente. Ficou claro que a constante utilização do *freezer* para outros fins, além da liofilização à pressão constante, durante o período de testes, afetou negativamente esse parâmetro, possivelmente por conta de variações na temperatura. Por outro lado, do ponto de vista prático, no caso de matéria prima para produtos industrializados, a redução de volume pode ser considerada desejável devido à facilidade em seu transporte e armazenamento.

Figura 7 - Frutas após o processo de secagem



Fonte: Autoria própria (2021)

5.2. Cinética de secagem

Foram conduzidos dois experimentos de secagem no protótipo. No primeiro experimento a massa inicial de amostras, constituída por 3 fatias da fruta, foi de 3,79 g e a massa final obtida foi 0,63 g após a liofilização à pressão atmosférica. A massa inicial das 3 fatias de fruta no segundo experimento foi de 2,24 g e de 0,48 g após transcorrida a secagem.

É importante apontar que o presente trabalho trata de um protótipo, para avaliar seu potencial de aplicação a nível laboratorial. Portanto, as massas processadas foram pequenas, mostrando que o aparato deve ser aperfeiçoado para uso em escala significativa.

As Tabelas 1 e 2 apresentam a umidade das fatias de maçã no decorrer do tempo de liofilização atmosférica para cada experimento realizado.

Tabela 1 - Umidade, em base úmida, das amostras ao longo do tempo de secagem do primeiro experimento

Tempo	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3
(h)	(%)	(%)	(%)
0	85	85	85
12	84,58	81,97	83,19
24	79,86	78,52	77,92
36	76,4	73,51	73,16
48	71,22	68,62	63,22
60	63,67	59,99	51,86
72	57,75	55,54	48,08
84	52,57	45,08	47,28
96	37,74	35,45	45,98
108	35,61	30,36	45,16
120	33,28	28,86	44,95
132	31,32	27,64	44,81
144	31,11	27,32	44,81
156	31,11	27,29	44,81
168	31,11	27,29	44,81

Fonte: Autoria própria (2022)

Tabela 2 - Umidade, em base úmida, das amostras ao longo do tempo de secagem do segundo experimento

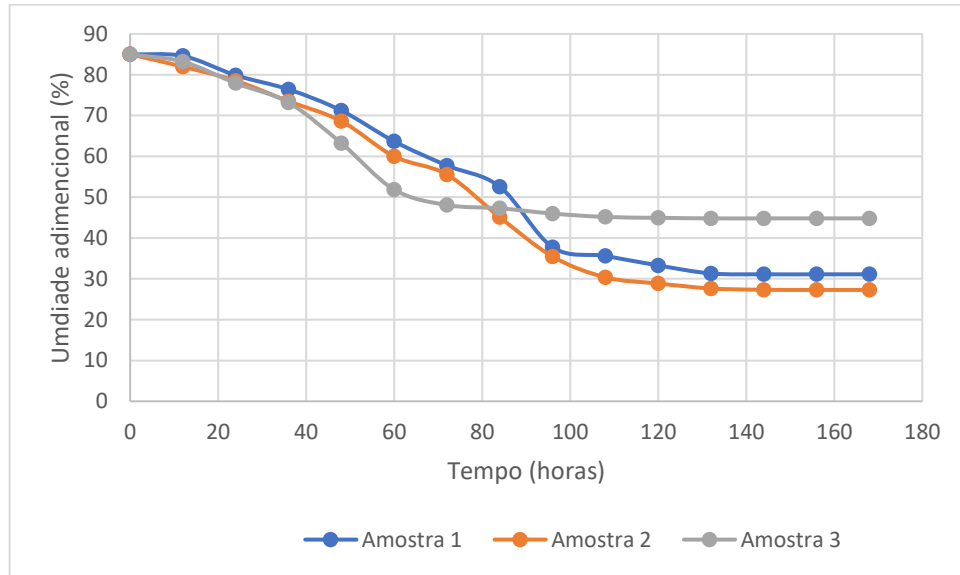
Tempo	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3
(h)	(%)	(%)	(%)
0	85	85	85
12	81,89	81,18	73,7
24	78,42	78,35	64,97
36	75,72	74,8	55,19
48	70,51	69,62	44,47
60	66,07	65,2	36,34
72	56,67	46,08	28
84	51,86	41,32	25,43
96	47,36	37,98	24,89
108	42,82	31,21	24,35
120	41,02	30	23,24
132	39,11	29,17	22,67
144	37,07	29,17	22,67
156	36,71	29,17	22,09
168	36,71	29,17	22,09

Fonte: Autoria própria (2022)

A umidade final das amostras variou de 22% na amostra 3 da segunda batelada (mais perto da entrada de ar) a 44% na amostra 3 da batelada 1 (mais longe da saída de ar). Como se esperava, as amostras não obtiveram a mesma umidade e esse fato está relacionado à maior eficiência da secagem das frutas situadas na entrada do protótipo de equipamento, já que o ar entra no secador mais seco. Moura et al. (2016) afirmam que o ideal para contornar essa problemática seria um secador rotatório, para uma secagem homogênea das amostras, considerando que durante a operação a retirada das amostras para pesagem periodicamente não aconteceria e que, portanto, as amostras ocupariam sempre a mesma posição dentro do equipamento, apresentando, assim, diferença em sua umidade final. Entretanto, na hipótese de um secador rotativo, haveria altos custos energéticos e de construção do equipamento, fugindo à proposta do presente trabalho.

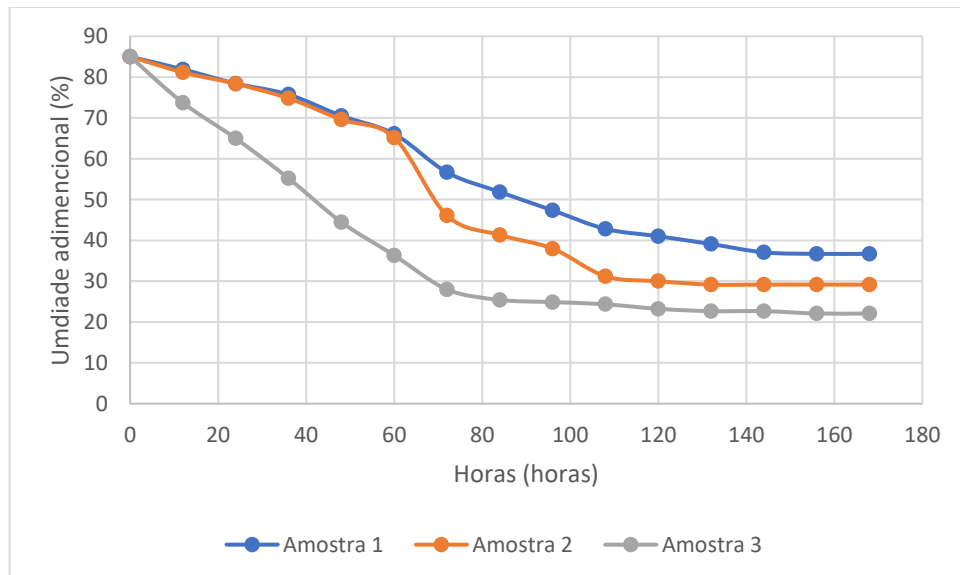
As Figuras 8 e 9 representam as curvas de secagem das amostras nas bateladas de secagem, sendo possível observar o decaimento de sua umidade ao longo do tempo até atingir a umidade de equilíbrio, que em média foi de 31,86%.

Figura 8 - Umidade em função do tempo para a primeira batelada de secagem de amostras



Fonte: Autoria própria (2022)

Figura 9 - Umidade em função do tempo para a segunda batelada de secagem



Fonte: Autoria própria (2022)

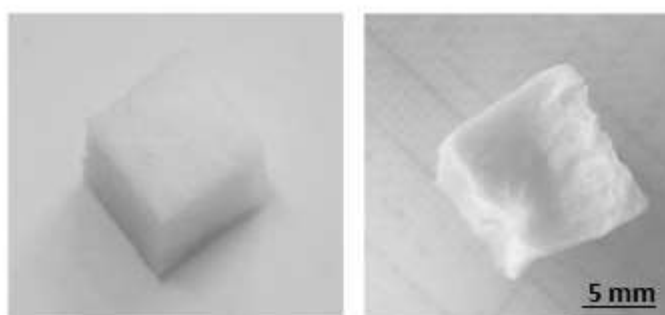
As curvas de secagem mostraram que nas 100 primeiras horas de operação ocorreu grande perda de água para ambos experimentos. Este fato está relacionado à maçã possuir grande quantidade de água, resultando em grande força motriz para a transferência de massa no

início da secagem. A partir de 100 horas, a taxa de secagem diminuiu consideravelmente, já que a umidade das amostras diminuiu, reduzindo o potencial para a transferência de massa.

Rahman e Mujumdar (2013), utilizaram a liofilização atmosférica para a secagem de cubos de 2 mm de batatas e cenouras com um sistema de vibrações por um período de 8 h. Os autores verificaram valores de umidade final entre 19% e 16%. O aparato experimental utilizado pelos autores foi muito mais complexo que o proposto no presente trabalho, envolvendo osciladores, plataformas vibrantes, painel de controle, placas condutoras de calor, radiadores, compressores e exaustores. Em relação ao presente trabalho, o tempo de secagem foi cerca de 21 vezes menor nos trabalhos de Rahman e Mujumdar (2013) e, apesar do referido estudo não ter avaliado custos, é de se esperar que a construção do equipamento tenha tido custo superior ao da presente proposta. Cabe ressaltar que a umidade final das amostras após a liofilização à pressão atmosférica foi de 31,86% em média no presente trabalho, diferindo dos valores verificados por Rahman e Mujumdar (2013).

Stawczyk et al. (2007), utilizaram a liofilização atmosférica para secar cubos de 10 mm de maçãs à temperatura de $-4\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 180 horas, tendo verificado umidade final média de 20%. Os autores observaram que houve redução no volume das amostras ao final do processo, que pode ser verificado visualmente na Figura 10.

Figura 10 - Cubos de 10 mm de maçã fresca e após a liofilização à pressão atmosférica



Fonte: Adaptado de Stawczyk et al. (2007)

O coeficiente de difusão efetivo médio das fatias de maçã, D_{ef} , calculado segundo a Equação 2, está apresentado na Tabela 3, para as duas bateladas de secagem, assim como os parâmetros estatísticos utilizados para verificar o ajuste dos dados à lei de Fick.

Tabela 3 - Coeficiente de difusão efetivo médio das fatias de maçã, D_{ef} , calculado segundo a Equação 2, e parâmetros estatísticos para verificação do ajuste dos dados à lei de Fick

	$D_{ef} (m^2 s^{-1})$	R^2	$RMSE$
Experimento 1	$1,28 \cdot 10^{-10}$	0,89	1,62
Experimento 2	$1,78 \cdot 10^{-10}$	0,96	1,40

Fonte: Autoria própria (2022)

Poucos estudos foram conduzidos calculando o coeficiente de difusão em liofilizações atmosféricas, porém a pesquisa de Sablani et al. (2000) com liofilização atmosférica de batatas e cenouras apresentou valores de $5,2 \cdot 10^{-6} m^2 s^{-1}$ e $7,8 \cdot 10^{-6} m^2 s^{-1}$, respectivamente (SABLANI et al., 2000 *apud* RAHMAN et al., 2012). Os valores são maiores que o encontrado no presente trabalho, entretanto o aparato experimental e a matéria prima são diferentes.

Vale ponderar que apesar do trabalho de Sablani et al. (2000) não apresentar os custos de construção do equipamento utilizado para a operação, sua descrição é realizada. Ele conta com um condensador e com tubos de vórtices, o que certamente resulta em custo de montagem/construção maior em relação ao presente trabalho. Além disso, os autores concluem que o projeto não foi vantajoso economicamente em relação à liofilização.

5.3. Funcionamento do equipamento

Foram realizados vários testes que possibilitaram avaliar falhas e acertos, destacando pontos positivos e negativos, a serem melhorados, do protótipo proposto. No decorrer do trabalho alguns experimentos não deram certo, sendo que os motivos foram:

Quedas de energia: Além do fato de desestabilizar o fluxo constante de ar necessário para a troca de massa, quando desligado, o motor congelava, por se encontrar dentro de um *freezer* doméstico. Devido à sua baixa potência operacional, ele não voltava a funcionar corretamente até ser novamente aquecido. Portanto, as quedas de energia resultaram em perda de diversos experimentos.

Alta demanda de utilização do refrigerador: a proposta do presente trabalho foi apresentar um protótipo laboratorial e de baixo custo de um secador para liofilizar alimentos à pressão atmosférica, portanto, foi utilizado um *freezer* doméstico nos experimentos. Quando a demanda de utilização desse equipamento foi alta, ou seja, quando muitos experimentos ou

amostras eram conduzidos ou armazenados no *freezer*, as amostras em secagem sofreram constante descongelamento, afetando a cinética da operação e sua estrutura (redução drástica de volume). Em certas ocasiões foi verificado aumento de massa das amostras entre uma pesagem e a subsequente.

Procedimento experimental: o protótipo não deve ser aberto diversas vezes durante o processo de secagem, sendo que cada pesagem das amostras, que envolvia a retirada do sistema do *freezer*, a abertura da câmara de secagem e a retirada das amostras de seu interior para pesagem, colaborou com pequena interferência no resultado final, apesar desses procedimentos terem sido realizados da maneira mais rápida possível e com o mínimo de manipulação.

Por outro lado, o valor investido no protótipo foi baixo, cerca de R\$ 350,00, desconsiderando o valor do *freezer*, como mostrado na Tabela 4. Uma vez que os problemas citados anteriormente podem ser facilmente contornados ao operar com um *freezer* ou câmara fria exclusivos para a liofilização atmosférica e com a adição de um *nobreak* ligado ao compressor para não ocorrer desligamentos em caso de queda de energia, considerando esses equipamentos, o custo final ficaria próximo a R\$ 1.981,00.

Tabela 4 - Custos para a montagem do secador

Equipamentos	R\$
Filtro Duplo	25,00
Compressor para circulação de ar	100,00
Tubulação PVC	15,00
Fonte de alimentação de energia	178,00
Sílica gel	15,00
<i>Freezer</i> Horizontal (150 litros, Midea, China)	1.349,00
<i>Nobreak</i>	299,00
Total	1.981,00

Fonte: Autoria Própria (2022)

6. CONCLUSÃO

O presente estudo mostrou que é possível liofilizar alimentos com baixo custo e obter umidade final intermediária. No presente estudo as massas processadas foram pequenas, entre 2 – 3 g de fruta fresca, mostrando que o aparato deve ser aperfeiçoado para uso em escala ampliada.

O método proposto pode ser aplicado em diversas situações utilizando temperaturas abaixo do ponto de congelamento da água, um compressor e um adsorvente de umidade, sendo que o tamanho do equipamento, relacionado à quantidade de amostra a ser seca por batelada, e a potência do motor podem ser ajustados.

Muitos erros experimentais no decorrer dos testes foram observados, então para uma maior eficiência é preciso maior investimento na parte elétrica com o uso de um *nobreak* e exclusividade de utilização do *freezer*.

Como se tratou de um pequeno protótipo, as amostras ficaram suspensas por uma haste metálica na câmara de secagem e, portanto, foi preciso retirá-las uma a uma de seu interior. Propõe-se para um equipamento final, a construção de grades de metal para colocar e retirar todas as amostras de uma vez do equipamento, facilitando a operação e reduzindo o tempo de pesagem.

REFERÊNCIAS

- MELO FILHO, A. B.; VASCONCELOS, M. A. S. **Química dos Alimentos – Produção Alimentícia**. Recife: UFRPE, 2011. 78p. Recife UFRPE, Universidade Federal de Pernambuco. 2011.
- ADAMS, G. D. J. Freeze drying of biological materials. **Drying Technology**, v. 9, n. 4, p. 891-925, 1991.
- ALVES, G. E.; ISQUIERDO, E. P.; BORÉM, F. M.; SIQUEIRA, V. C., OLIVEIRA, P. D.; ANDRADE, E. T. Cinética de secagem de café natural para diferentes temperaturas e baixa umidade relativa. **Coffee Science**, v.8, p.238-247, 2013.
- CARELLE, A. C.; CANDIDO, C. C. **Tecnologia dos alimentos: principais etapas da cadeia produtiva**. 1. ed. São Paulo: Érica, 2015.
- CRANK, J. **The Mathematics of Diffusion: 2d Ed**. Clarendon Press, 1975.
- Damodaran S, Parkin KL, Fennema OR. **Química de Alimentos de Fennema**. 4. ed. Porto Alegre: ARTMED, 2010. ISBN 9780824723453.
- FORSYTHE, Stephen J. **Microbiologia da Segurança dos Alimentos**. 2. ed. [S. l.: s. n.]: Artmed, 2013.
- FRANCO, B. D. G. M.; LANDGRAF, M. **Microbiologia dos Alimentos**. São Paulo: Editora Atheneu, 2008.
- GAVA, Altanir Jaime; SILVA, Carlos Alberto Bento da; FRIAS, Jenifer Ribeiro Gava. **Tecnologia de alimentos: princípios e aplicações**. 1 ed. São Paulo: Nobel, 2009.
- GEANKOPLIS, C. J. **Transport processes and unit operations**, 3 ed., New Jersey: Prentice Hall, Englewood Cliffs, 1993.
- GOULA, A.M.; ADAMOPOULOS, K.G. Ascorbic acid retention during drying of tomato halves and tomato pulp. **Drying Technology**, v. 24, p. 57–64, 2006.
- MANZOCCO, L.; DA PIEVE, S.; MAIFRENI, M. Impact of UV-C light on safety and quality of fresh-cut melon. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 12, n. 1, p. 13-17, 2011.
- MELLO, R. E.; FONTANA, A.; MULET, A.; CORREA, J. L. G.; CÁRCEL, J. A. Ultrasound-assisted drying of orange peel in atmospheric freeze-dryer and convective dryer operated at moderate temperature. **Drying Technology**, v. 38, p. 4-4, 19 abr. 2019. DOI <https://doi.org/10.1080/07373937.2019.1645685>.

- MENEZES, A.R. de V.; SILVA JUNIOR, A.; CRUZ, H.L.L.; ARAÚJO, D.R. de.; SAMPAIO, D.D. Estudo comparativo do pó da acerola verde obtido em estufa por circulação de ar e por liofilização. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v. 11, n. 1, p. 1 - 8, 2009.
- MERYMAN, H. T. Sublimation freeze-drying without vacuum. **Science**, v. 130, n. 3376, p. 628-629, 1959.
- MOURA, B. D. **Estudo da Dinâmica de Secagem em um Secador Rotatório com Alimentação Intermitente**. 2016. Tese (Doutorado em Engenharia Química). UFRN, Natal, 2016.
- SANTOS, Márcio Barros dos et al. Caracterização e qualidade de frutos de umbu-cajá (*Spondias tuberosa* x *S. mombin*) provenientes do recôncavo sul da Bahia. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 32, p. 1089-1097, 2010.
- PITOMBO, R.N.M. A liofilização como técnica de conservação de material de pesquisa. **Ciência e Cultura**, São Paulo, v. 41, p. 427-431, 1989.
- RAHMAN, S. M. A.; MUJUMDAR, A. S. A Novel Atmospheric Freeze-Drying System Using a Vibro-Fluidized Bed with Adsorbent. **Drying Technology**, v. 26, p. 393-403, 18 abr. 2013. DOI: <http://dx.doi.org/10.1080/07373930801928914>.
- RAHMAN, S. M. A.; MUJUMDAR, A. S. Atmospheric freeze drying. **Progress in Food Preservation**, v. 7, p. 143-160, 2012.
- RUDY, S.; DZIKI, D.; KRZYKOWSKI, A.; GAWLIK-DZIKI, U.; POLAK, R.; RÓZYLO, R.; KULIG, R. Influence of pre-treatments and freeze-drying temperature on the process kinetics and selected physico-chemical properties of cranberries (*Vaccinium macrocarpon* Ait.). **LWT-Food Science and Technology**, v. 63, n. 1, p. 497-503, 2015.
- SANTOS, C. A. A.; COELHO, A. F. S.; CARREIRO, S. C. Avaliação microbiológica de polpas de frutas congeladas. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, n. 4, p. 913-915, 2008.
- SABLANI, S.; RAHMAN, S.; AL-HABSI, N. Moisture diffusivity in foods—an overview. In: **Drying Technology in Agriculture and Food Sciences**. Science Publishers Inc., Enfield, USA, 2000. p. 35-50.
- STAWCZYK, J.; LI, S.; WITROWA-RAJCHERT, D.; FABISIAK, A. Kinetics of atmospheric freeze-drying of apple. **Drying Of Porous Materials**, v. 66, p. 159-172, 2007.

TADINI, C. C.; TELIS, V. R. N.; MEIRELLES, A. J. D. A.; PESSÔA FILHO, P. D.
A. Introdução às operações unitárias: conceitos fundamentais. **Operações unitárias na indústria de alimentos**, Rio de Janeiro: LTC, 2016.