UNIVERSIDADE SANTO AMARO

Curso de engenharia química

DOUGLAS HAPONCZYK FERREIRA

ESTABELECIMENTO DE UM PROCESSO DE PRODUÇÃO DE UM AGENTE DE TURBIDEZ NATURAL.

SÃO PAULO

2020

DOUGLAS HAPONCZYK FERREIRA

ESTABELECIMENTO DE UM PROCESSO DE PRODUÇÃO DE UM AGENTE DE TURBIDEZ NATURAL.

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Universidade Santo Amaro – UNISA, como parte dos requisitos para a obtenção do título Bacharel em engenharia química.
Orientador: Me. Cláudio Monico Innocencio, Dra. Cristina Aparecida Vilas Boas de Sales Oliveira.

SÃO PAULO

2020

F44e Ferreira, Douglas Haponczyk

Estabelecimento de um processo de produção de um agente de turbidez natural / Douglas Haponczyk Ferreira. São Paulo – 2020.

42 f.

Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharel em Qúmica) - Universidade Santo Amaro, 2020.

Orientador: Prof. Me. Cláudio Monico Innocêncio.

Co-orientador: Dra. Cristina Aparecida Vilas Boas de Sales Oliveira.

1. Aromas naturais. 2. Agentes de turbidez. 3. Tamanho de partícula. 4. Escala industrial. I. Innocêncio, Cláudio Monico, orient. II. Oliveira, Cristina Aparecisa Vilas Boas de Sales, co-orient. III. Universidade Santo Amaro. IV. Título.

Elaborado por Janice Toledo dos Santos – CRB 8 / 8391

DOUGLAS HAPONCZYK FERREIRA

ESTABELECIMENTO DE UM PROCESSO DE PRODUÇÃO DE UM AGENTE DE TURBIDEZ NATURAL.

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Engenharia Química da Universidade Santo Amaro – UNISA, como requisito parcial para obtenção do título Bacharel em Engenharia Química Orientador Prof. Me. Cláudio Monico Innocêncio, Dra. Cristina Aparecida Vilas Boas de Sales Oliveira.

São Paulo, 27 de Novembro de 2020.

Prof. Coordenador de Curso
Cristiano (pegar o restante)

Banca Examinadora

_____

Prof. Dr. xxx

_____

Profa. Dra. xxx

_____

Prof. Me. xxx

Conceito Final: _____

Dedico este trabalho aos meus pais por me darem suporte durante todo o período de estudo e apoio nos momentos mais complicados, tornando possível assim minha formação.

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer e dedicar este trabalho às seguintes pessoas:

Minha Família: Minha mãe Ana Maria, meu pai Geraldo e minha irmã Priscilla.

Meus amigos: Bruno Monteiro, Josiane Arcoverde, Helvécio Lima e Guilliano Deleprani.

Graças a essas pessoas foi possível continuar com o meu desenvolvimento durante todo meu percurso de estudo, onde minha família me deu suporte em muitas situações e agradeço a todos de coração por estarem presentes em vários momentos importantes da minha vida e meus amigos que me ajudaram me distraindo quando necessário.

“*Face up, make your stand, and realize you're living in the golden years”*

(Iron Maiden – Wasted Years)

RESUMO

Aromas em pó são comercializados diariamente pelo mundo todo, sendo aplicados de várias formas em alimentos, dentro das cadeias de aromas temos alguns que são utilizados para bebidas com finalidade de turvar o produto final, sendo esses conhecidos como Cloud Agents ou agentes de turbidez.

Com o crescimento e evolução do mercado foi notado uma grande demanda de produtos mais naturais, criando assim a necessidade de substituição de itens que eram antigamente fabricados com matérias primas não naturais, por produtos mais naturais, sendo assim aplicado também para os agentes de turbidez que antigamente eram produzidos utilizando corantes ou outros materiais, portanto foram criadas essas novas fórmulas utilizando óleos naturais.

Após a criação destas fórmulas os itens foram submetidos a produções onde foi notado que conforme ocorriam as produções os itens variavam a sua intensidade em turbidez, onde após estudos foi identificado que conforme o tamanho de partícula do óleo variasse dentro da solução antes de ser seca isso afetava a intensidade de turbidez na aplicação final, portanto foi determinada uma faixa específica para se trabalhar com esses óleos onde quando o óleo dentro da solução se mantivesse estável com o tamanho de partícula dentro da faixa específica o mesmo conseguia turvar a bebida final.

Após definição da faixa do tamanho de partícula do óleo, foi necessário submeter os testes a padronizações possibilitando assim a produção destes itens em escala industrial, onde após alguns testes e levantamento de informações foi produzido um item em larga escala.

Palavras-chaves: Aromas naturais, agentes de turbidez, tamanho de partícula, escala industrial**.**

ABSTRACT

Powdered Flavors are marketed daily all over the world, being applied in various segments on food industry, within the flavor chains we have some that are used for drinks with the purpose of muddying the final product, these being known as Cloud Agents or turbidity agents.

Powdered aromas are marketed daily all over the world, being competent in various ways in foods, within the flavor chains we have some that are used for drinks that muddy the final product, these being known as Cloud Agents or turbidity agents.

With the growth and evolution of the market, there was a great demand for more natural products, thus creating the need to replace items that were formerly manufactured with non-natural materials, for more natural products, thus being called also for the cloud agents that formerly they were coloring sources or other materials, so these formulas were new formulas using natural oils.

After the creation of these formulas the items were drilled to productions where it was noted that as the productions occurred the items varied in intensity in turbidity, where after studies it was identified that as the particle size of the oil varied within the solution before it was dried this affected the intensity of turbidity in the final application, therefore, a specific range was provided to work with these oils when the oil inside the solution remained stable with the particle size within the specific range, even after muddying the final drink.

After defining the particle size range of the oil, it was necessary to subject the tests to standards, thus enabling the production of these items on an industrial scale, where after some tests and information gathering, an item on a large scale was produced.

Keywords: Natural flavors, Cloud agents, Particle size, Large scale.

Lista de Figuras

Figura 1- Exemplificação de um atomizador 17
Figura 2: Partícula de óleo suspensa em fase aquosa 18
Figura 3 – Teste de explosão em um Hartmann Tube 20
Figura 4 – Processo de secagem por um atomizador 21
Figura 5 – Aplicação de um agente de turbidez 22
Figura 6 – Explicação cronológica de testes 26
Figura 7 – Exemplo de separação de fases 27
Figura 8 – Teste Aa em estabilidade 29
Figura 9 – Teste Aa após 24h em estabilidade 29
Figura 10 – Separação de fases para o teste Ff 31
Figura 11 – Diferença de turbidez entre produções para o teste Ee 35
Figura 12 – Comparação de turbidez a olho nu aplicados à 0,2g.L^{-1} 36
Figura 13 – Comparação de turbidez a olho nu aplicados à 0,7g.L^{-1} 37

Lista de Tabelas

Tabela 1 - Testes realizados e suas concentrações 24

Lista de Símbolos

IOFI	International Organization of the Flavor Industry
ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
TiO_2	Dióxido de Titânio
J	Joules
Malto	Maltodextrina
°Bx	Graus Brix
°C	Graus Celsius
US$	Moeda Dólar Americano
RPM	Rotações por Minuto
ntu	Unidade de Turbidez Nefelométrica

Sumário

1. INTRODUÇÃO 12
2. OBJETIVOS 13
2.1. OBJETIVO GERAL 13
3. METODOLOGIA 14
4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 15
4.1. AROMAS 15
4.1.1. OLEO ESSENCIAL 15
4.1.2. AROMA 15
4.2. SECAGEM DE MATERIAIS POR ATOMIZAÇÃO 16
4.3. PRODUÇÃO DE AROMAS EM PÓ PELO PROCESSO DE ATOMIZAÇÃO 17
4.3.1. SOLUÇÃO AROMATIZADA 18
4.3.2. TESTE DE EXPLOSÃO 19
4.3.3. PRODUZINDO UM AROMA EM PÓ 20
4.4. AGENTES DE TURBIDEZ 22
4.4.1. AGENTE DE TURBIDEZ NATURAL 23
5. RESULTADO E DISCUSSÃO 25
5.1. ENSAIOS EM PLANTA PILOTO PARA PADRONIZAÇÃO DE PROCESSO 25
5.2. TESTE DE ESTABILIDADE 27
5.3. ENSAIOS DE AGITAÇÃO E SECAGEM SIMULANDO A PRODUÇÃO EM ESCALA INDUSTRIAL. 32
5.3.1. TESTE A 32
5.3.2. TESTE B 33
5.4. TESTE DE TURBIDEZ 34
6. PRODUÇÃO EM LARGA ESCALA 35
7. CONSIDERAÇÕES FINAIS. 38
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 39

1. INTRODUÇÃO

A utilização de produtos sintéticos vem diminuindo conforme a demanda do mercado alimentício por produtos mais naturais. No período de 2009 a 2014 o mercado alimentício ligado a saúde cresceu 98%, movimentando US$ 35 bilhões por ano no Brasil.

Com essa grande demanda por produtos mais naturais a indústria alimentícia se adequa da mesma forma, criando produtos mais naturais e substituindo os mais antigos, dentro das variações nas casas de aromas temos o ramo de bebidas onde é encontrado os agentes de turbidez que tem como finalidade turvar bebidas ou seja deixá-las com um nível de opacidade, geralmente são pós que são secos pelo processo de atomização, que consiste em desidratar uma solução que contenha óleo encapsulado em água.

Para adequar esses agentes de turbidez de forma natural, foram utilizadas soluções contendo óleo derivados do coco ou do girassol, que se adicionados e encapsulados na solução de secagem em um tamanho de partícula especifico e secos é possivel criar um agente que possa turvar bebidas, porém caso o oleo fique fora do tamanho de partícula o mesmo não consegue turvar o produto final.

A variação em seu tamanho de partícula pode causar turbidez, não turbidez ou diferença entre caixas durante uma produção em batelada, basicamente se produzirmos 3 caixas a primeira pode não turvar durante sua aplicação a do meio pode turvar como requerido e a última ter maior ou menor intensidade comparada a segunda, para isso é necessário um controle de processo entre tempo de residência no reator, velocidade da homogeneização e conhecimento adequado de cada reator que pode ser usado, pois em aplicações industriais para volumes diferentes de produção, quanto maior o pedido maior será o tanque usado e como há uma variação de volumes há também uma variação de controles por tanque de agitação.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GERAL

Estabelecer um processo de produção em escala industrial para que um agente de turbidez natural possa ser produzido e seco pelo processo de atomização, com volumes e tempos de agitações variados.

2.2. OBJETIVO ESPECÍFICO

- Ensaiar testes em escala piloto
- Padronizar condições específicas
- Analisar estabilidade das soluções
- Simular o processo em escala industrial
- Testar em escala industrial

3. METODOLOGIA

Pesquisa qualitativa de livros, estudo de livros, artigos, uso da lei de Lambert-Beer e ensaios experimentais em escala piloto junto da equipe de pesquisa e desenvolvimento de uma empresa alimentícia.

4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

4.1. AROMAS

Estudando a antiguidade é possível observar que o uso de ervas e especiarias era algo muito requisitado antigamente, que tinha como objetivo aumentar o sabor de algo comestível, até mesmo em registros bíblicos é possível observar a riqueza que havia o Rei Salomão naquela época, grande parte da história do desenvolvimento humano assim como descobertas e colonizações se derivam da exploração destas especiarias, as especiarias num geral tendem a ressaltar um sabor ou dar vida ao alimento, e com o desenvolvimento foram se criando novas formas de obtenção destes “sabores”, onde surgiram extratos, concentrações e etc..., originando assim o termo Aroma.

De acordo com IOFI (International Organization of the Flavor Industry), 1978:

- “Aromas são preparações concentradas, adicionadas ou não de solventes ou veículos, utilizados para conferir sabor. Não devem ser consumidas tal qual.”

De acordo com Regulamento Técnico Sobre Aditivos Aromatizantes da resolução 22/76 da CNNPA da ANVISA:

- “São substâncias ou misturas de substâncias com propriedades odoríferas e ou sápidas, capazes de conferir ou intensificar o aroma e ou sabor dos alimentos. Para efeitos do presente Regulamento Técnico os aromatizantes classificam-se em naturais ou sintéticos.”

4.1.1. OLEO ESSENCIAL

Este é um termo atualmente em desuso na indústria alimentícia sendo somente mais utilizado para caracterizar odor à produtos não comestíveis, porém ainda é um termo socialmente em uso para qualquer item que caracterize tanto sabor quanto odor.

Seu uso varia-se dentre perfumes, detergentes, cosméticos em geral e outros materiais utilizados para higiene pessoal ou limpeza.

4.1.2. AROMA

Pode ser utilizado para algumas funções como caracterização, reconstituição, melhoramento e padronização do sabor desejado ou até mesmo mascaramento de sabores indesejáveis.

O emprego crescente de aromas formulados a base de matérias primas sintéticas em alimentos durante a última década veio gerando polêmicas, para isso foi criada uma demanda muito maior por produtos naturais, dentro disso a criação de agentes de turbidez sem uso de corantes ou matérias primas potencialmente nocivas à saúde, como antigamente era empregado o TiO_2 que foi necessária a adequação do mesmo para um uso mais natural.

Os aromas podem ser fabricados de várias formas e em um contexto geral seria basicamente uma parte ativa e de um solvente ou veículo de suporte, sendo classificados como Aromas líquidos, Aromas em Pó, Aromas em pasta e outros.

Os aromas em pó podem ser feitos de algumas formas e uma delas seria pelo processo de pulverização/atomização de uma solução miscível entre agua e óleo, utilizando agentes encapsuladores a base de amido, esta solução é criada para encapsular e preservar o aroma, porém é necessário realizar a desidratação dessa solução utilizando o processo de secagem com temperaturas elevadas entre 180 – 250 °C formando assim o pó final geralmente nano ou micro particulado.

4.2. SECAGEM DE MATERIAIS POR ATOMIZAÇÃO

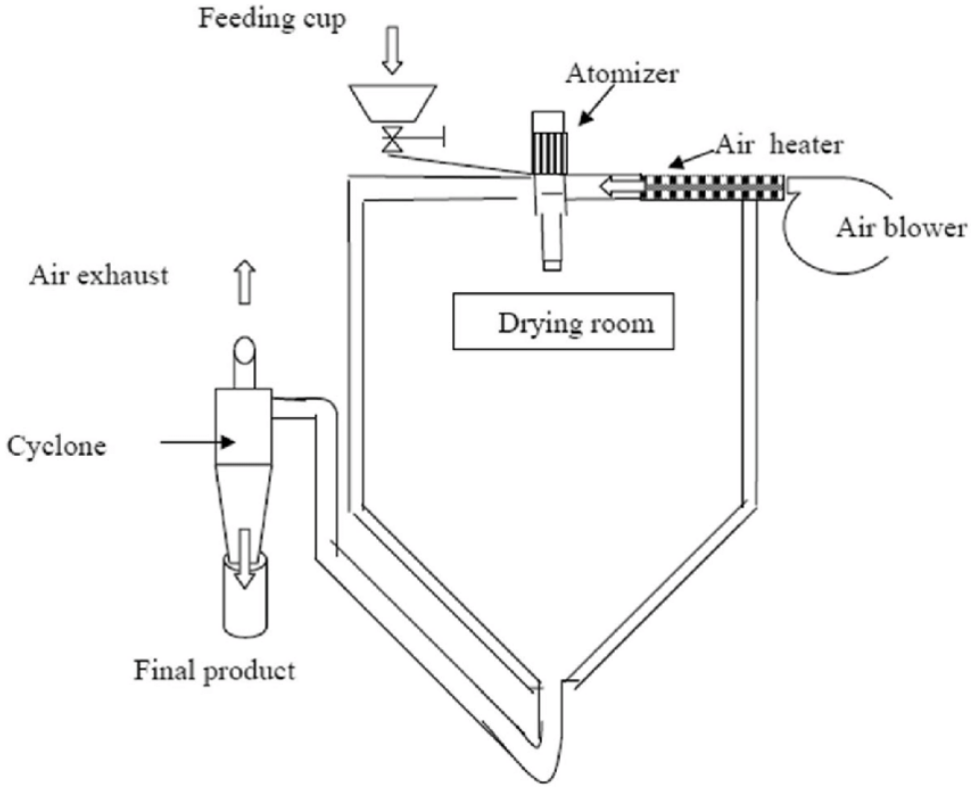
Este processo consiste em pulverizar um fluído líquido dissolvido em solvente, geralmente água, em variados tamanhos dentro de uma câmara com uma alimentação corrente de ar quente, trabalhando em variadas temperaturas, evaporando assim a água da partícula pulverizada rapidamente sem que agrida tanto o produto final, no caso um pó seco.

A alimentação do equipamento pode ocorrer a partir de variadas fontes, sendo soluções, emulsões, materiais em suspensão ou pastas, tendo uma gama de aplicação enorme, principalmente para a indústria alimentícia pois é possível realizar a secagem de aromas a base de óleo ou extratos de ingredientes, aumentando assim a preservação do material e obtendo um produto de alta qualidade.

Estes fluídos serão atomizados dentro de uma câmara, e secos pela corrente de ar quente, este fluído pode ser pulverizado de várias formas, sendo a partir de um bico pulverizador ou um disco rotativo, que é composto por furos em escala nanométrica ou micrométrica, após o fluído ser pulverizado ele ficará em pequenas micro ou nano gotas aumentando assim a área de contato do produto, onde quando a gota entra em contato

com o ar quente, o solvente será evaporado deixando assim aquela partícula seca e com característica de pó.

Figura 1 – Exemplificação de um atomizador



Fonte: (ResearchGate, 2018)

4.3. PRODUÇÃO DE AROMAS EM PÓ PELO PROCESSO DE ATOMIZAÇÃO

A secagem por atomização é ideal para produtos sensíveis a calor, pois este processo consegue garantir o máximo de qualidade para o pó não deixando o mesmo perder suas características mesmo após em contato com temperaturas altas.

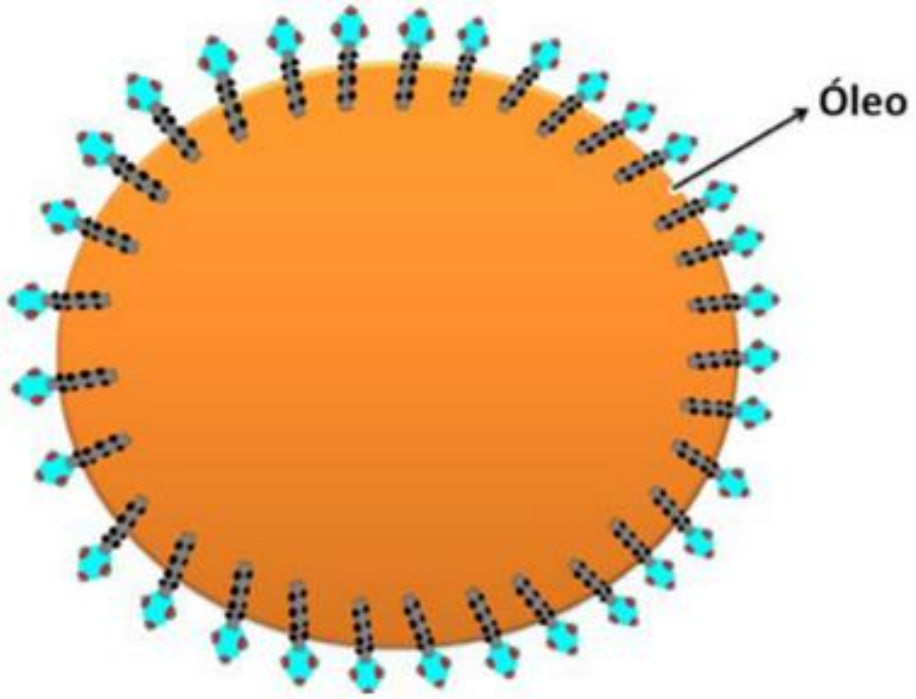
Dentro do mercado alimentício podemos encontrar variados produtos que são secos por este processo, sendo pastas de queijos e seus derivados, cafés, leites, polpas de fruta e etc..., o mesmo se torna válido para os aromas que são criados a partir da junção de duas ou mais matérias primas de origem sintética ou natural.

4.3.1. SOLUÇÃO AROMATIZADA

Como padrão para se secar aromas tem se como base a utilização de um fluído (soluções, emulsões, materiais em suspensão ou pastas), portanto para soluções é utilizado o aroma (óleo) mais água.

Para realizar a secagem do produto, como os materiais são imiscíveis, ou seja, não são suscetíveis a misturarem entre si é utilizado uma base com maltodextrina comumente chamada de malto, que seria um amido derivado de milho, arroz ou outros materiais provenientes que é parcialmente hidrolisado, esta matéria prima é utilizada para encapsular estes materiais tornando os miscíveis, onde criam-se várias partículas de óleo protegidas por uma camada de amido (Tensoativo) que ficam suspensas em agua, a imagem abaixo consegue explicar de forma simples o que seria esse encapsulamento.

Figura 2 – Partícula de óleo suspensa em fase aquosa.



FONTE: (Viviane G. A. Pires e Márcia R. de Moura, 2016.)

A malto, termo utilizado comumente para citar a maltodextrina, consegue encapsular este óleo criando pequenas gotas de óleo dispersas dentro da fase aquosa, onde esse encapsulamento consegue ser feito pois o óleo se conectar a parte hidrofóbica do óleo e essas gotículas se dispersam em pequenos tamanhos na fase aquosa, pois a parte

hidrofílica consegue se dispersar em água, criando assim uma solução para alimentação do atomizador e posterior secagem.

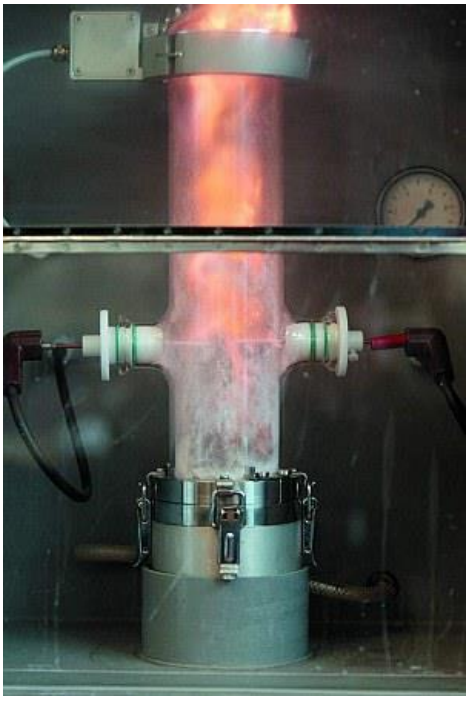
4.3.2. TESTE DE EXPLOSÃO

O teste de explosão é um teste de segurança realizado para conhecer o comportamento de explosão de um pó e a sensibilidade a explosão desse pó, sendo que os testes podem ser medidos de duas formas qualitativamente ou quantitativamente, onde para o método qualitativo é trabalhado com uma faixa de valores como exemplo 0, 1 e 2, caso o valor seja maior ou igual a 1 o pó é tratado como explosivo ou inflamável se exposto a alguma fonte de ignição, portanto é necessário que seja realizado um teste quantitativo medindo o seu valor exato de explosão.

O teste de explosão permite conhecer o comportamento do material em sua menor concentração no ar ($g.m^{-3}$ de ar), onde após adicionar uma certa quantidade especifica de pó dentro do equipamento, o mesmo irá assoprar um jato de ar comprimido que irá dispersar este pó criando uma nuvem que passará por uma fonte de ignição de aproximadamente 10J (Joules), onde em contato com essa fonte de ignição o material pode ou não explodir, para medir valores qualitativos é utilizado o Hartmann Tube, onde consiste em um equipamento com um tubo de vidro de 1,2L e quando se torna necessário o valor quantitativo de explosão utilizamos o processo na esfera de 20L.

Abaixo temos uma imagem de um produto sendo testado dentro do Hartmann tube, onde é possível observar que o mesmo tem um caráter explosivo.

Figura 3 – Teste de explosão em um Hartmann Tube



FONTE: (novasep, 2020)

Como exemplo do funcionamento deste teste, temos experimentos que são apresentados em feiras de ciências como o “Cuspidor de Fogo” utilizando amido milho, onde assim como nos circos é necessário um combustível (Amido de milho) e uma fonte de ignição (Chama), para o “Cuspidor de Fogo” onde no circo utiliza-se geralmente combustíveis para automóveis, se você tentar acender uma chama diretamente no amido de milho sem dispersá-lo no ar, o mesmo não irá criar uma chama com volume grande, mas caso seja utilizado a mesma quantia porém a assoprando e dispersando no ar fazendo-a a passar pela chama, a mesma irá criar o efeito de “Cuspir Fogo” assim como apresentado em circos, esta mesma lógica é utilizada para os testes de explosão.

4.3.3. PRODUZINDO UM AROMA EM PÓ

O processo de atomização consiste em secarmos uma solução utilizando ar com altas temperaturas, mas quando falamos da utilização de altas temperaturas estamos levando em conta a combustão dos materiais devido a presença de oxigênio no ar, o que pode levar a explosão do equipamento, para isso utilizamos o ensaio de explosão anteriormente já explicado, onde o pó para realização do ensaio é produzido utilizando um

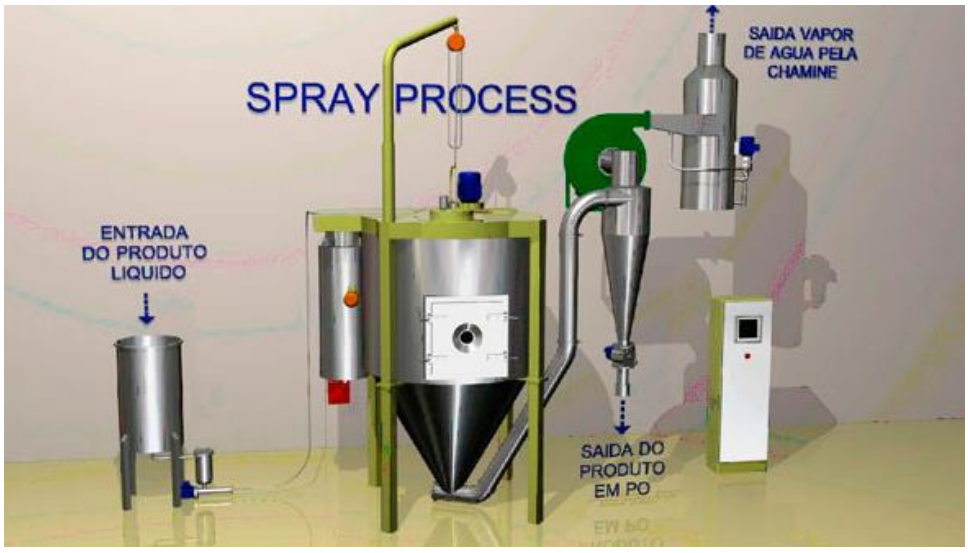
fluxo de Nitrogênio pois o mesmo não tem o risco de explodir devido a não conter oxigênio durante seu processo de secagem, após a confirmação do valor de explosão é possível seguirmos para produções onde utilize fluxos de ar quente.

Para ocorrer a produção, é necessário a separação e pesagem das matérias primas que são adicionadas dentro de um tanque dotado de agitação, onde será adicionado primeiramente a água e depois a malto que será dispersa utilizando agitação comum ou um homogeneizador de pressão, a quantidade de água é determinado pelo grau Brix (°Bx), este método consiste em informar a quantidade aproximada de açucares dissolvidos na solução.

Após a dispersão da malto em água é adicionado o aroma que será atomizado, e homogeneíza-se até se obter a dispersão completa deste óleo em vários tamanhos de partícula dentro desta solução, após dispersão o mesmo passa a alimentar a câmara do atomizador que já terá um fluxo de ar quente trabalhando entre 180°C – 250°C, quando o líquido é adicionado ele é pulverizado e entra em contato com o ar quente que irá secá-lo, o processo de atomização consegue garantir que não haja tanta perda sensorial pois quando a partícula entra em contato com o ar quente provoca-se frigorias no centro de cada gota deixando assim que seque suavemente sem um choque térmico, preservando o sabor e que o óleo não tenha tanta perda de suas características durante a secagem.

A imagem abaixo demonstra o processo de forma simples.

Figura 4 – Processo de secagem por um atomizador



FONTE: (Sprayprocess, 2020)

Este processo é comumente utilizado na indústria alimentícia para variadas finalidades dentre aplicação em Blends (misturas de outros materiais de mesma característica), bebidas, condimentos e etc.

4.4. AGENTES DE TURBIDEZ

Os agentes de turbidez ou Clouding agents, são aditivos para comidas, os aditivos são utilizados em comidas para preservar os aromas ou potencializar seu sabor, aparência ou outras qualidades, os agentes de turbidez têm como finalidade turvar bebidas como sucos de frutas para aparentarem ser mais naturais, ou seja esses agentes são utilizados exatamente para melhorar a aparência de bebidas, pois naturalmente bebidas tendem a ser mais turvas devido a proteínas, óleos ou partículas de pectina.

A imagem abaixo exemplifica a diferença do mesmo produto aplicado na mesma concentração, sendo o da direita aplicado com um agente de turbidez e o da esquerda sem o uso de um agente de turbidez.

Figura 5 – Aplicação de um agente de turbidez

FONTE: (Cloudy Agents emulsions, 2011)

Usualmente é utilizado óleo de palma, goma arábica ou TiO_2 (Dióxido de Titânio) ou como é conhecido INS 171 ou E171, a utilização de TiO_2 é mais usada devido a sua praticidade em se dissolver em soluções e a de apresentar coloração branca intensa e aspecto brilhoso, o que torna sua aplicabilidade final muito mais fácil e com pouco uso de produto.

De acordo com a ANVISA (Agência Nacional de Vigilância Sanitária), é autorizado o emprego de TiO_2 em alimentos pois aparentemente este aditivo é seguro para consumo humano, porém aproximadamente 36% de TiO_2 é presente em escala nanométrica dentre seus usos o que já foi evidenciado efeitos tóxicos em testes realizados *in vitro*, onde foi evidenciado deletérios em células humanas e em modelos *in vivo* diversos autores já reportaram sobre danos no organismo de animais, após uma exposição em grande quantidade, onde também foi evidenciado injúrias no fígado e coração em ratos e outros danos.

Os agentes de turbidez geralmente produzidos pelo processo de atomização são micro particulados e não nano particulados, nesse aspecto o seu emprego se torna liberado pela ANVISA, porém a ANVISA não prevê regulamentação para o uso deste material nano particulado, pois entende-se que os resultados obtidos *in vitro* e em *in vivo* não devem se exceder para os seres humanos.

4.4.1. AGENTE DE TURBIDEZ NATURAL

Com a crescente demanda por produtos mais naturais, onde somente no período de 2009 a 2014 o mercado de alimentação ligado a saúde cresceu 98%, movimentando US$ 35 bilhões por ano no Brasil, tornou-se necessária a criação de produtos mais naturais e o mesmo ocorreu para os agentes de turbidez, pois era entendido-se que mesmo o TiO_2 sendo utilizado no tamanho de micro partículas o mesmo ainda era potencialmente tóxico, portanto para atender o mercado foram criadas novos agentes utilizando materiais que pudessem turvar as bebidas porém utilizando materiais mais naturais excluindo o uso do TiO_2.

É de conhecimento que outros óleos tendem a turvar a água ou seja deixa-la opaca, portanto, para a criação de um novo agente foram utilizados dois óleos sendo derivados do girassol e o outro de coco, onde são eficientes no seu metabolismo e queima de energia rápidas no corpo humano, porém a utilização destes materiais

apresentava complexidades durante suas produções, pois os mesmos eram produzidos e ocorriam variações de intensidade na turbidez aplicada no final.

Com os estudos realizados pela equipe de pesquisa e desenvolvimento de uma empresa alimentícia foi possível notar que o tamanho de partícula do óleo variava durante a produção do aroma, e que somente em uma faixa específica de tamanho de partícula era possível turvar o produto final, portanto qualquer variação como intensidade de agitação, volume, viscosidade e °Bx a partícula do óleo sofria alterações e interferia no resultado final quando testado em bebidas.

Portanto a complexidade estava em como manter o tamanho de partícula do óleo estável e não erros durante o processo de secagem, para isso foi padronizado uma faixa específica do tamanho de partícula deste óleo onde quando o valor fosse atingido o produto seria seco e assim turvaria a amostra final na intensidade desejada.

A variação do tamanho de partícula pode ocasionar alguns fatores, como não turbidez, turbidez conforme requerido ou diferença de intensidade da turbidez entre caixas, por exemplo, a primeira caixa pode causar uma turbidez fraca na bebida, enquanto a caixa 5 ocasiona a turbidez ideal porém na última caixa o item não consegue turvar a bebida, sendo esses casos de um mesmo lote produzido.

A equipe de pesquisa e desenvolvimento conseguiu realizar produções desse produto somente em um volume, portanto se tornou necessário um estudo para produzir este item escala industrial sem que haja mudanças durante o processo e que possa ser produzido em variados volumes.

5. RESULTADO E DISCUSSÃO

5.1. ENSAIOS EM PLANTA PILOTO PARA PADRONIZAÇÃO DE PROCESSO

Foram realizados testes em planta piloto no objetivo de tentar padronizar um procedimento onde seja possível reproduzir o produto em variados volumes com o mesmo tamanho de partícula do óleo.

Foram realizados 8 testes no total, onde por motivos de confidencialidade as concentrações de cada material serão tratadas como números e os itens como letras, sendo:

Tabela 1 – Testes realizados e suas concentrações

Teste/Item	Nível de Concentração de óleo	Óleo
Aa	1	Derivado de Girassol
Bb	1	Derivado de Girassol
Cc	2	Derivado de Girassol
Dd	1	Derivado de Coco
Ee	2	Derivado de Coco
Ff	3	Derivado de Coco
Gg	3	Derivado de Coco

Fonte: O Autor (2020)

Legenda:

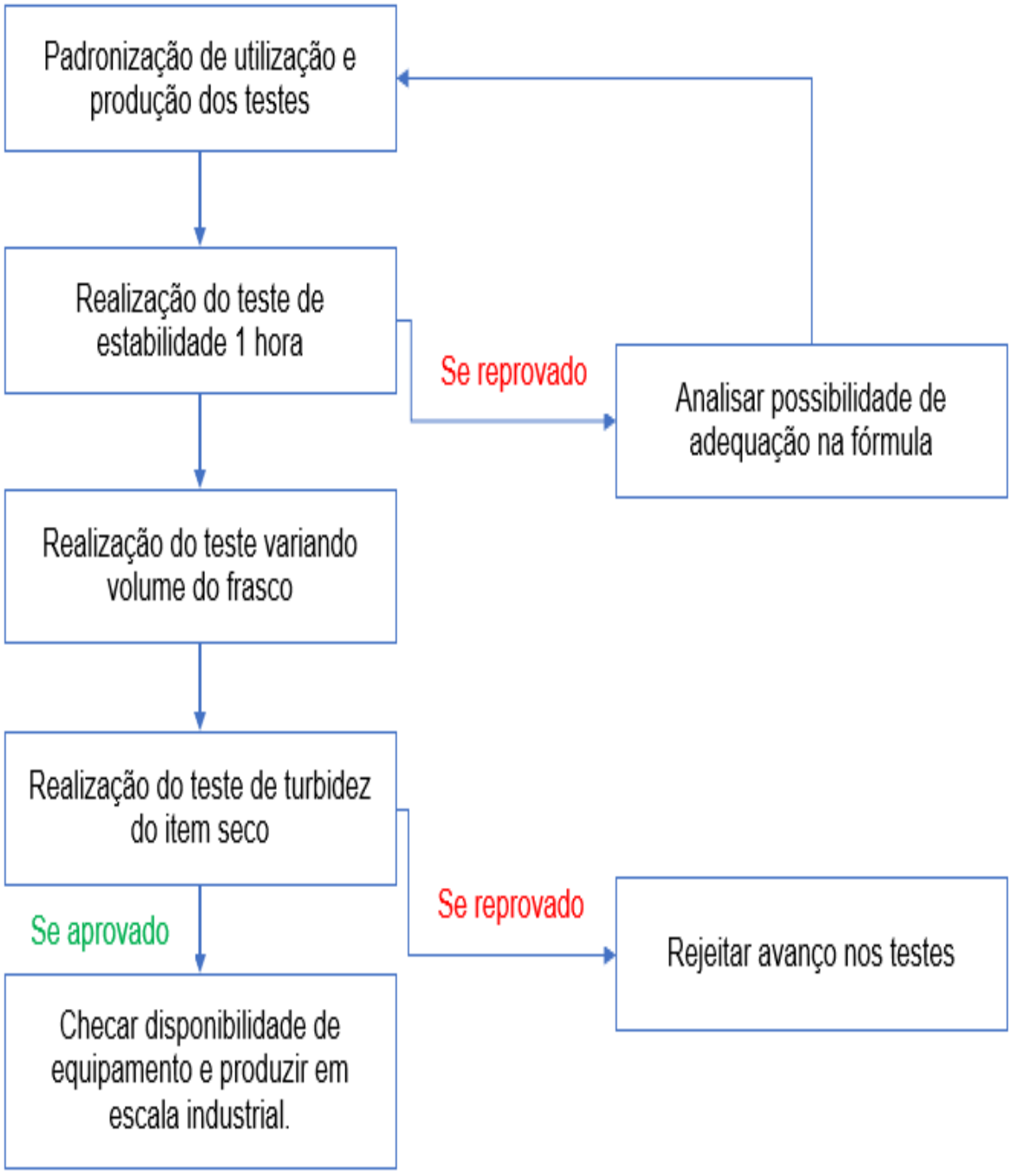
1- Concentração de óleo baixa
2- Concentração de óleo média
3- Concentração de óleo alta

A utilização de níveis maiores de concentração demonstra uma menor utilização de produto final em sua aplicação e vice e versa.

Todos os testes foram realizados por etapas, primeiramente foram padronizados valores e equipamentos a serem utilizados para todos os testes sendo, o mesmo °Bx a fim de padronizar viscosidade e quantia de agua a ser adicionada, mesma velocidade 1300RPM (Rotações por Minuto) e mesma hélice para todos os testes, o primeiro teste a ser realizado foi o teste de estabilidade para garantir que o item seja estável em determinado período, o teste de variação de volume, afim de identificar o impacto da variação de volumes entre tanques no tamanho de partícula do óleo, teste de turbidez, teste de explosividade para garantir a segurança de

produção em escala industrial e após estes ensaios checar a disponibilidade do produto ser testado em escala industrial.

Figura 06 – Explicação cronológica de testes.



FONTE: O Autor (2020)

Caso ocorresse de em uma dessas etapas o produto não ser aprovado, o mesmo poderia passar por ajustes em sua fórmula ou ser descartado da cadeia de testes dependendo em que fase o mesmo está situado, após avaliado o não possível ajuste da fórmula.

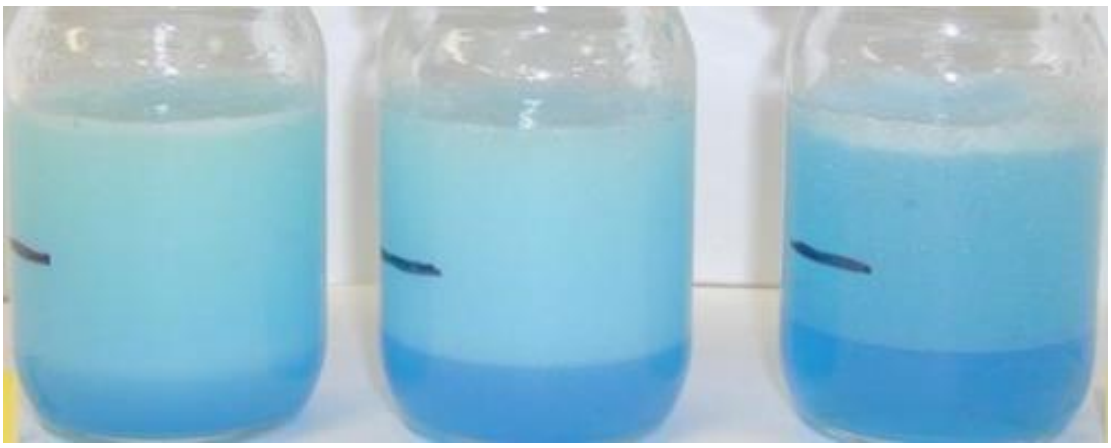
5.2. TESTE DE ESTABILIDADE

Foi necessário garantir a estabilidade de cada amostra antes de seguir com os ensaios, para isso foi realizado um teste de estabilidade para cada derivado de óleo utilizado na solução de cada fórmula antes de ser seca.

O teste de estabilidade consiste em ver se a solução feita com agua e óleo é estável durante o período de 1 hora antes de realizar a secagem do mesmo, para isso são coletadas amostras durante a agitação ou após o fim da agitação das soluções e deixadas em repouso, caso não haja resquícios de separação de fases, o produto está aprovado neste teste, caso ocorra separação de fase, é sinal que o agente encapsulante não é o adequado para aquele óleo ou que está em baixa quantidade, ou que o óleo não consiga ser homogeneizado o que torna o produto inválido para continuação dos testes.

A imagem abaixo exemplifica um caso de separação de fases, onde é possível ver claramente que existe duas fases não homogêneas onde uma fase poderia ser identificada como azul claro e a outra fase como um azul mais escuro.

Figura 7 – Exemplo de separação de fases



FONTE: (VOLP, 2010)

Para cada item foi utilizado o mesmo °Bx afim de padronizar a viscosidade de cada teste, 1300RPM (Rotações por Minuto) padronizando assim a velocidade e também a força de agitação que seria gerada durante a mistura, utilização do mesmo frasco e foram coletadas amostras após o tempo padrão de agitação dos materiais que é de 25 minutos, portanto eram realizadas as dispersões dos materiais e após os 25 minutos de agitação padrão eram coletadas amostras a cada 10 minutos.

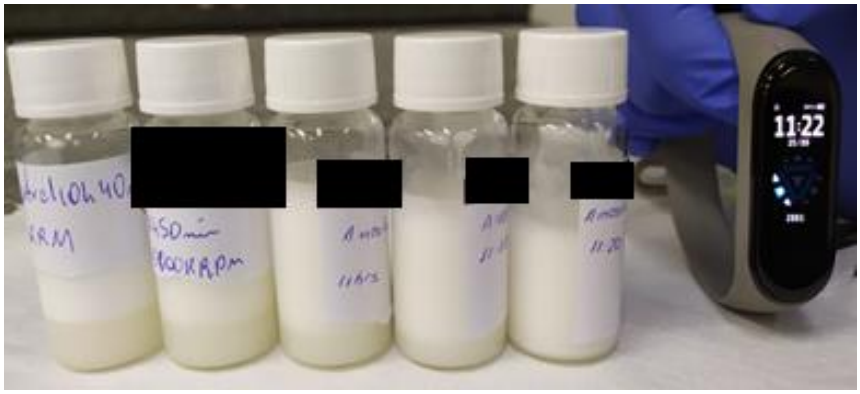
Para os testes Aa, Bb e Cc, todos passaram no teste de estabilidade, o que deixa estes itens de acordo com o padrão para seguir com os próximos testes.

No teste Aa, foram coletadas amostras a cada 10 minutos após a mistura de todos os materiais no período de 1 hora onde totalizando foram retiradas 6 amostras, o teste foi deixado em estabilidade no período de 1 hora onde foi observado que não havia separação de fases conforme teste padrão, porém foi decidido submeter este teste à um período de tempo maior, onde o mesmo foi deixado em repouso por 24 horas, com a intenção de verificar se o óleo ainda permaneceria estável, com isso tem-se em mente que as partículas do óleo estão bem distribuídas e em tamanhos estáveis, onde que, mesmo com variações de volume ou forças de agitação após aquele tempo de agitação o item permaneceria com seu tamanho de partícula sem alterações.

Abaixo temos a imagem das 5 primeiras amostras retiradas do teste Aa durante seu período de estabilidade em 1 hora, onde foram retiradas amostras em variados momentos conforme citado acima.

É possível notar que nas primeiras amostras (da esquerda para a direita) que o item tem uma separação, porém não é uma separação de fases e sim somente uma separação da espuma gerada durante a agitação com o líquido produzido, portanto seria um “desaeramento” do item.

Figura 8 – Teste Aa em estabilidade.



FONTE: O Autor (2020)

Abaixo podemos observar o teste Aa após o período de 24 horas e que a primeira amostra (da esquerda para a direita) já apresenta uma separação de fases com uma leve camada de espuma e intensidade diferente das outras, o que nos determinou que o item se homogeneizado por no mínimo 10 minutos a mais do que o processo padrão o mesmo seria estável durante um período próximo a 24h e caso fosse misturado em um tempo acima deste padrão permaneceria com a mesma estabilidade, e conforme mencionado se o item permanecer estável nos diz que o tamanho de partículas está uniformemente disperso dentro da solução.

Figura 9 – Teste Aa após 24h em estabilidade

Fonte: O Autor (2020)

Com o resultado de que no período de 24h o item permanecia estável isso nos garantia que as partículas estavam bem divididas dentro da solução portanto poderíamos seguir com outros testes.

Estas mesmas condições foram aplicadas aos testes Bb e Cc que passaram no período de estabilidade de 1 hora, e foi observado também que as amostras com no mínimo 10 minutos de agitação a mais do tempo padrão se mantinham estáveis após o período severo de 24 horas.

Para os testes Dd, Ee e Ff, foram aplicados os mesmos processos dos testes anteriores.

O teste Ff foi reprovado por apresentar separação de fases após o período de 1 hora mesmo com o tempo de agitação de 25 minutos a mais do que o padrão.

Este já era um resultado esperado pois em questão de concentração este era o item com a maior valor de óleo comparado aos outros, portanto sua dispersão se tornaria muito mais complexa e de difícil estabilidade.

Na imagem abaixo a visualização é complexa, pois estamos demonstrando imagens registradas por aparelhos eletrônicos, mas a olho nu é possível enxergar a diferença facilmente, porém é possível enxergar uma pequena diferença de cores na imagem registrada abaixo, para ajudar na visualização foram inseridas duas faixas mostrando a separação de fases.

Figura 10 – Separação de fases para o teste Ff

FONTE: O Autor (2020)

Portanto o teste Ff foi reprovado, mas este item ainda poderia ser ajustado, portanto para corrigir este item foi realizada uma nova fórmula, onde com a utilização de agentes encapsuladores mais poderosos teoricamente seria possível obter resultados melhores, para isso foi criado o teste Gg sendo esse agora o teste mais concentrado de todos.

O teste Ff foi descartado do avanço para a próxima etapa de testes pois o mesmo foi substituído pelo Gg, pois o mesmo contém a mesma concentração de óleo mas utilizando encapsuladores diferentes e mais potentes, ou seja uma estrutura diferente mas com a mesma concentração de óleo, este teste foi produzido e avaliado onde após 24 horas o mesmo garantiu a estabilidade no período de 24 horas.

O teste Dd, não apresentou separação de fases após o período de 24 horas conforme mesmo testes realizados para os itens Aa, Bb e Cc.

O teste Ee, após o período de 24 horas apresentou pequenas separações de fases mesmo com a utilização de tempos de agitação maiores, ou seja o mesmo não era estável num período de 24 horas, mas era estável durante um período de 1 hora, portanto foi decidido tentar seguir com este item para a próxima etapa.

Após a validação de estabilidade de cada item, eles foram submetidos a nova etapa de testes.

5.3. ENSAIOS DE AGITAÇÃO E SECAGEM SIMULANDO A PRODUÇÃO EM ESCALA INDUSTRIAL.

Este ensaio tem como foco simular mudanças que podem ocorrer durante o processo de produção ou entre lotes, pois como existe a dependência de se manter um tamanho de partícula específico durante a agitação da solução, fatores como tempo de agitação, força de agitação (que pode ser alterada devido as hélices utilizadas no tanque ou volume ocupado da solução) e viscosidade, podem interferir no tamanho de partícula final do item.

O teste de estabilidade pode nos garantir alguns fatores primordiais para as realizações destes ensaios, onde conseguimos padronizar um tempo para todos os itens, sendo 10 minutos de agitação acima do padrão e uma viscosidade padrão pois foi utilizado o mesmo °Bx para todos os testes.

Para os ensaios iremos denominar o teste A como o teste realizado em um frasco de 500mL e o B como teste realizado em um frasco de 750mL.

Como os testes Aa, Bb e Cc, utilizam o mesmo óleo e tem somente uma pequena variação em sua concentração, é entendido que a necessidade dos testes poderia ser aplicada somente para um dos casos como padronização para produção em larga escala, pois agora estamos tentando simular situações que podem vir a acontecer.

5.3.1. TESTE A

Para este teste, o intuito seria criar um cenário teórico que não é realizado em escala industrial, exatamente para ver se mesmo fora dos padrões o tamanho de partícula permaneceria estável, para este caso o volume ocupado de solução foi estimulado a ocupar quase até o topo do frasco, porém deixando ainda o espaço

padrão para agitação da solução, criando assim a simulação de um tanque quase cheio, para esse teste foram utilizados os itens Aa, Ee e Gg, pois foi decido trabalhar com o item de menor concentração, o de média e o de maior concentração, independente do óleo utilizado.

Este primeiro ensaio utiliza um frasco de volume máximo de 500mL, para uma solução de 300g, onde foram utilizadas as mesmas condições de velocidade, °Bx e tempo de agitação com 10 minutos a mais do que o processo padrão, do teste de estabilidade.

Foi utilizada uma hélice centrífuga, pois a mesma é a ideal para o cisalhamento de materiais e também simula um acessório que é comumente utilizado em escala industrial para agitação e cisalhamento de soluções, esta hélice tem um diâmetro de aproximadamente 10cm e ocupa aproximadamente 2/4 do diâmetro total do frasco utilizado.

Após realizada a homogeneização da solução o item foi seco e separado para teste de turbidez.

5.3.2. TESTE B

O teste B tem como finalidade simular uma situação real em fábrica, porém com volume baixo ocupado no tanque de agitação, portanto foi utilizada a mesma quantidade de solução do teste anterior (300g), e mantidas as mesmas condições utilizadas no teste de estabilidade.

Este teste conseguiria nos informar com o produto após seco, se quando necessário uma produção de um lote utilizando os menores valores disponíveis em escala industrial, afetaria ou não o tamanho de partícula do óleo.

Nesse teste o frasco utilizado foi de 750mL, porém utilizando a mesma hélice do teste A, portanto esta hélice agora ocupava aproximadamente 1/3 do diâmetro do frasco.

Esta simulação teoricamente teria menos interação com a solução do que o teste A, portanto era esperado que ocorresse uma variação no tamanho de partícula do óleo, deixando-as maiores e menos distribuídas, o que afetaria a turbidez quando o produto final fosse aplicado.

Após agitação dos itens Aa, Ee e Gg, os mesmos foram secos e separados para teste de turbidez.

5.4. TESTE DE TURBIDEZ

O teste de turbidez é a aplicação do pó após seco utilizando o processo de atomização em uma bebida, como estamos trabalhando com simulações as aplicações desses itens serão feitas somente em água, pois facilita a identificação de variações durante o processo de simulação, caso o item seja aprovado nesta etapa, ele está válido para ser testado em escala industrial, mas caso fosse encontrada alguma divergência, o item seria excluído e não poderia mais ser retrabalhado, pois entende-se que deveria ser feito um estudo muito mais aprofundado e que dependendo teríamos outros substitutos em paralelo.

A concentração do pó seco foi realizada em 0,2g.L^{-1} e 0,7g.L^{-1}, pois este era o valor de concentração utilizado pelos produtos à base de TiO_2.

Para o teste Aa, não foi encontrado diferenças de turbidez quando aplicado em água, este é o item com menor concentração de óleo, portanto este item está padronizado a nível piloto e pode ser testado agora em escala industrial de acordo com disponibilidade do equipamento.

Foi realizada uma secagem da solução Ff para ser comparada com o teste Gg, onde era de conhecimento que o teste Ff havia sido abortado, porém tinha-se como intenção identificar se haveria alguma diferença entre eles quando aplicado em água, nessa ocasião foi sim identificada uma melhoria de 20ntu (Ntu é o grau de turbidez), ou seja um aumento de 20ntu em sua intensidade quando medido num turbidímetro (medidor de turbidez digital) comparando o teste Ff com o Gg e nenhuma variação também foi encontrada comparando visualmente entre as produções do teste A e B do item Gg.

Portanto o item Gg, está padronizado para ser testado em escala industrial de acordo com a disponibilidade do equipamento.

E Para o teste Ee, foi notada uma diferença de turbidez visual, sem a necessidade do uso de um turbidímetro, na imagem abaixo é possível observar a grande diferença que há entre os testes A e B dos ensaios realizados para padronização, aplicados na mesma concentração.

Figura 11 – Diferença de turbidez entre produções para o teste Ee

FONTE: O Autor (2020)

Como este item não manteve sua estabilidade durante o período de 24h, entende-se que esta possa ser a principal causa, para esse item ter tido uma diferença em sua aplicação em água, portanto este produto não pode seguir para produção em escala industrial, pois o mesmo não está padronizado.

Após as avaliações dos testes de turbidez, foi decidido que o item Aa seria produzido em escala industrial no momento devido a sua disponibilidade atual.

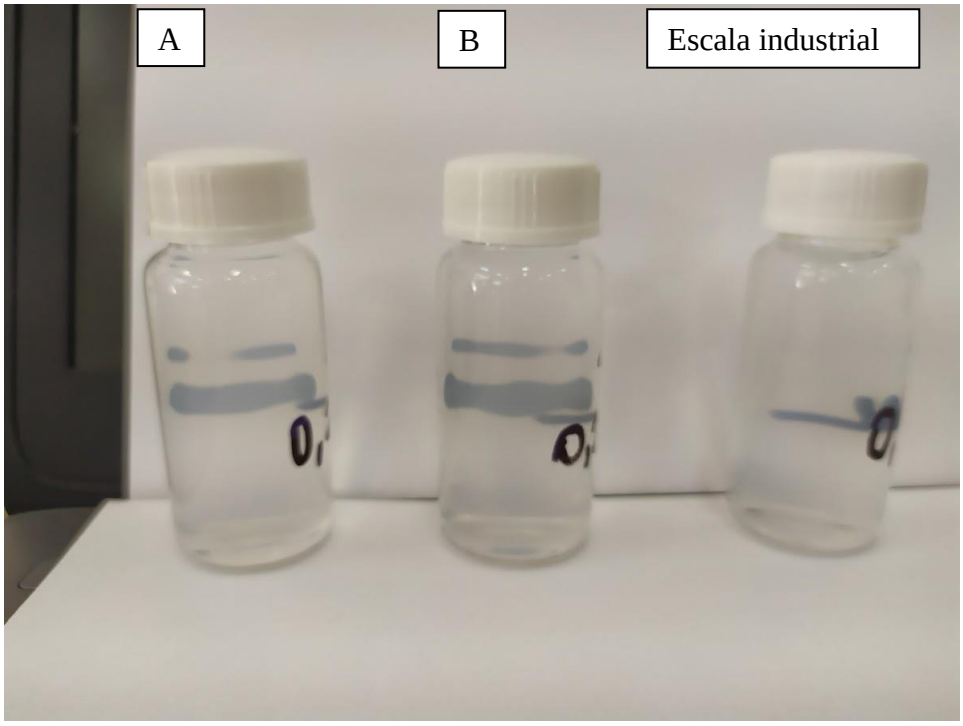
6. PRODUÇÃO EM LARGA ESCALA

Como foi estabelecido uma padronização nos ensaios pilotos, devido a disponibilidade do equipamento foi realizado o teste do item Aa, onde a agitação e mistura da solução foi realizada em um tanque dotado de 3 hélices, sendo 2 navais e uma centrífuga, como é de conhecimento a hélice centrífuga é a mais utilizada para cisalhamento de materiais, para isso foi hélice escolhida para os ensaios, as hélices navais tem são usadas para homogeneizar itens de alta viscosidade, portanto elas não causariam variações no tamanho de partícula do óleo.

Portanto foram mantidas as mesmas condições dos ensaios, °Bx, RPM e tempo de agitação.

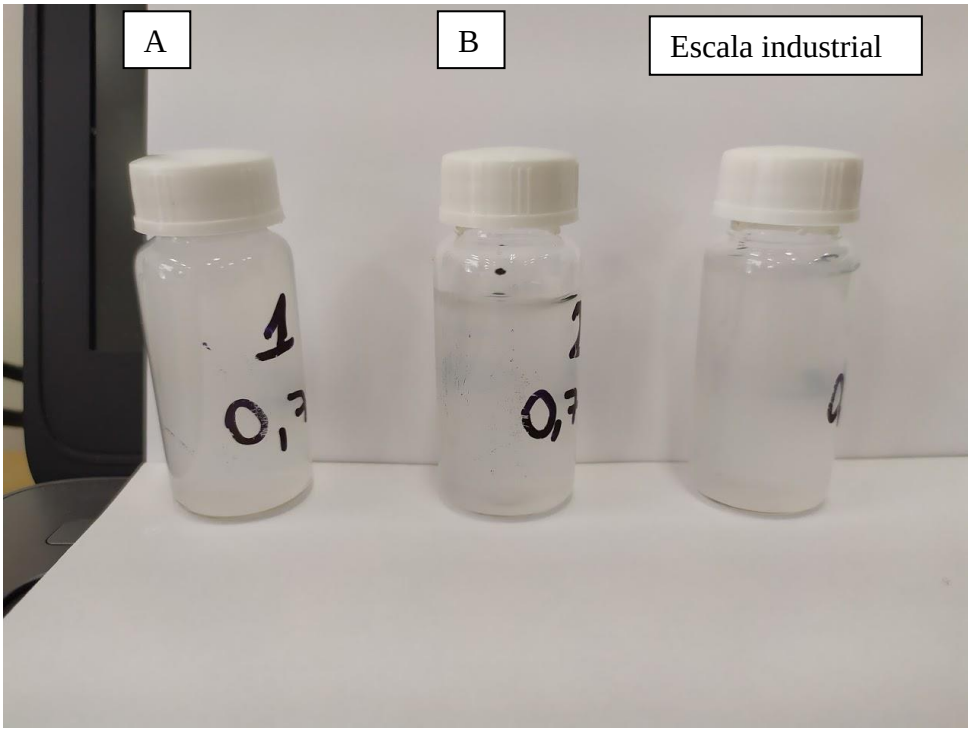
Para validação do processo foram retiradas amostras da 1° caixa, da caixa do meio e da última caixa, todas do mesmo lote, avaliando entre elas não houveram diferenças significativas, portanto foi decidido comparar os ensaios do laboratório com a produção realizada em escala industrial, abaixo podemos ver as amostras aplicadas à 0,2g.L^{-1} e 0,7g.L^{-1}, sendo o teste A o 1° item da esquerda para a direita e o último a produção realizada em fábrica.

Figura 12 – Comparação de turbidez a olho nu aplicados à 0,2g.L^{-1}



FONTE: O Autor (2020)

Figura 13 – Comparação de turbidez a olho nu aplicados à 0,7g.L^{-1}



FONTE: O Autor (2020)

Após os testes feitos, foi possível produzir itens de forma que há reprodutibilidade em escala industrial mantendo o tamanho de partícula estável.

7. CONSIDERAÇÕES FINAIS.

Após testes o processo industrial foi estabelecido, onde todas as soluções feitas com o tamanho de partícula do óleo entre 0,5 até 1 µm e secas utilizando o processo de secagem por atomização, foi possível notar que não havia diferença entre as amostras testadas, sendo assim foi possível estabelecer um processo de escala industrial para um agente de turbidez natural com volumes e tempos variados.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANVISA. **Agência Nacional de Vigilância Sanitária - Anvisa**, 2020. Disponível em: <http://portal.anvisa.gov.br/documents/33916/391619/Anexo%2BRDC%2B2.pdf/84947fce-1b8f-4a2c-978e-2e23cf67f1a3>. Acesso em: 07/03/2020.

SEBRAE. **Alimentação saudável cria ótimas oportunidades de negócio**, 2020. Disponível em: <https://www.sebrae.com.br/sites/PortalSebrae/artigos/artigoshome/segmento-de-alimentacao-saudavel-apresenta-oportunidades-de-negocio,f48da82a39bbe410VgnVCM1000003b74010aRCRD#:~:text=O%20setor%20movimenta%20US%24%2035,alimentos%20naturais%20e%20sem%20conservantes.>. Acesso em 07/03/2020.

Firmenich & Research and Development team**, Quantifying Perceived Turbidity Beverage Emulsions**. Genebra, GE, 2003.

CRC Press, Taylor & Francis Group, **Handbook of industrial drying**, third edition, Broken Sound Parkway, NW, 2007.

UNICAMP.BR. unicamp.br, 2020. **Aula 14 Agitacao**. Disponível em: <https://www.unicamp.br/fea/ortega/aulas/aula14_Agitacao.pdf. Acesso em: 11 Mar. 2020.>. Acesso em: 07/03/2020.

Viviane G. A. Pires e Márcia R. de Moura, **PREPARAÇÃO DE NOVOS FILMES POLIMÉRICOS CONTENDO NANOEMULSÕES DO ÓLEO DE MELALEUCA, COPAÍBA E LIMÃO PARA APLICAÇÃO COMO BIOMATERIAL**, Ilha Solteira – SP, Brasil, 2016.

Juan Yi-yu; Wei Yi-chia; Hung Su-ching (May 29, 2011). **"FOOD SCARE WIDENS:Tainted additives used for two decades: manufacturer"**. The Taipei Times.

SPRAY PROCESS. SPRAY PROCESS, 2020. **Secagem por atomização**. Disponível em: <https://www.sprayprocess.com.br/secagem-por-atomizacao>. Acesso em: 02/05/2020.

FIREEX. Fireex.eu. **Dust explosibility teste (hartmann).** Disponível em: <http://www.fireex.eu/laboratory_e04.htm>. acesso em 02/05/2020.

IPT. Ipt.br, 2020. **Segurança contra explosoes em processos industriais armazenamentos e transporte**. Disponível em: <https://www.ipt.br/solucoes/complementos/49/317-seguranca_contra_explosoes_em_processos_industriais_armazenamentos_e_transporte_.htm>. Acesso em: 27/06/2020.

HAMANN, Renan. Tecmundo. 2011. **Como cuspir foto usando maisena. [Iberê].** Disponível em: <https://www.tecmundo.com.br/ibere/15956-como-cuspir-fogo-**usando-maisena-ibere-**

.htm#:~:text=Com%20uma%20folha%20de%20papel,maior%20ser%C3%A1%20a%20chama%20obtida.>. Acesso em: 27/06/2020

EDUCALINGO, Educalingo, 2020. **Significado de "turbidez" no dicionário português.** Disponível em: <https://educalingo.com/pt/dic-pt/turbidez>. Acesso em: 15/07/2020.

BARRETO, Alessandra. FoodsafetyBrazil, 2017**. Segurança do corante dióxido de titânio está sendo questionada**. Disponível em: <https://foodsafetybrazil.org/o-caso-do-dioxido-de-titanio/#:~:text=No%20Brasil%20e%20no%20mundo,produtos%20l%C3%A1cteos%20e%20molhos%20brancos.>. Acesso em: 27/06/2020.

ResearchGate. ReaserchGate.net. **Lipids in Health and Disease**.Disponível em: <https://www.researchgate.net/figure/The-schematic-diagram-of-the-lab-scale-spray-dryer_fig1_329638037>. Acesso em 08/03/2020

Novasep. Novasep.com.cn. **Hazardous chemistry**, 2020. Disponível em: <http://www.novasep.com.cn/technologies/hazardous-chemistry.html>. Acesso em: 10/05/2020

21food, Food & Beverage Online, 2011. **Cloud Agents emulsion**. Disponível em: <https://www.21food.com/products/cloudy-agents-emulsions-650201.html>. Acesso em: 14/06/2020

VOLP, VOLP, 2010. **Informativo Técnico**. Disponível em: <volp.com.br/docs/infotec/bt2010_04/index.html>. Acesso em 26/07/2020

Chaguri, Lívia. **Agitação e mistura**. Lorena: UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO, 2019.

Carvalho, Moura.; Ezequias.C.S, Lucas.M.S, **Sistemas de agitação e mistura**, Garça: Centro Paula Souza, 2013

Chemkeys. Chemkeys.com, **Leis dos processos de absorção de radiação**, 1996. Disponível em: <http://chemkeys.com/en/>. Acesso em: 05/06/2020

Harris, Daniel C.; **Análise Química Quantitativa**;tradução Carlos Alberto Riehl...[et al.].5.ed. LTC Editora, Rio de Janeiro:1999. cp.19,20,21.

Jones, Loretta; Atkins, Peter Princípios de Química - **Questionando a Vida Moderna e o Meio Ambiente** - 3 ª Ed-Porto Alegre:Bookman, 2006.
PAVIA, D.L.; LAMPMAN, G.M.; KRIZ, G.S.; VYVYAN, J.R. **Introdução à espectroscopia**. Cengage Learning, 2016.

CENA, C.R.; MALMONGE, L.F.; MALMONGE, J.A. **Layer-by-layer thin films of polyaniline alternated with natural rubber and their potential application as a chemical sensor**. Journal of Polymer Research, v. 24, 2017.

Food Ingredients Brasil, Revista-fi.com, 2015. **AROMAS**. Disponível em: <https://revista-

fi.com.br/upload_arquivos/201606/20160604317800014648869 38.pdf>. Acesso em: 01/08/2020