



Programa de Pós-Graduação em Engenharia
de Recursos Naturais da Amazônia

Elza Brandão Santana

**RECOBRIMENTO DE SEMENTES DE LINHAÇA (*Linum usitatissimum* L.)
COM SUSPENSÃO BIOPOLIMÉRICA EM LEITO DE JORRO**

Defesa de Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia, ITEC, da Universidade Federal do Pará, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de Doutora em Engenharia de Recursos Naturais.

Orientadores: Lênio José Guerreiro de Faria

Cristiane Maria Leal Costa

BELÉM - PA

DEZEMBRO DE 2016

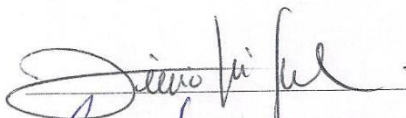
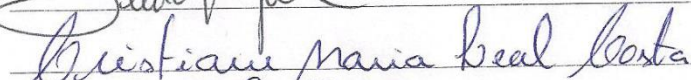
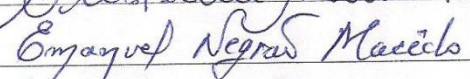
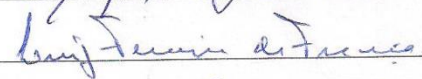
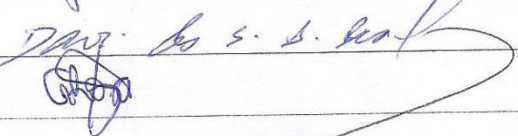
**ATA DA 58ª SESSÃO DE
APRESENTAÇÃO E DEFESA DE
TESE DE DOUTORADO DO
PROGRAMA DE PÓS-
GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
DE RECURSOS NATURAIS DA
AMAZÔNIA.**

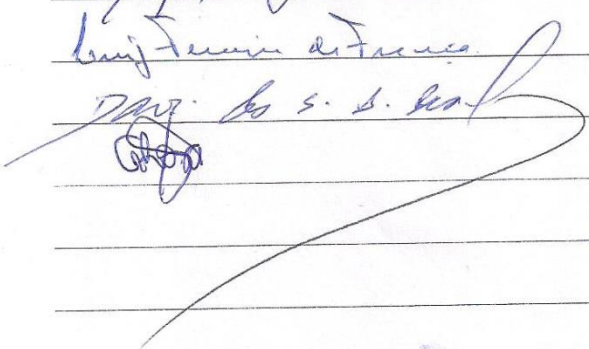
1 Ata da 58ª sessão de apresentação e defesa de tese de Doutorado do Programa de Pós-Graduação em
2 Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia para a concessão do Grau de Doutora em Engenharia de Recursos
3 Naturais na área de Uso e Transformação de Recursos Naturais, realizada às 08 horas do dia 14 de dezembro de
4 2016, no Auditório do CTIC/UFPA. A tese de doutorado intitulada **"RECOBRIMENTO DE SEMENTES DE LINHAÇA**
5 **(*Linum usitatissimum* L.) COM SUSPENSÃO BIOPOLIMÉRICA EM LEITO DE JORRO"** foi apresentada durante
6 minutos pela candidata **ELZA BRANDÃO SANTANA** diante da banca examinadora aprovada pelo
7 colegiado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia do Instituto de
8 Tecnologia da Universidade Federal do Pará, assim constituída: Prof. Dr. Lênio José Guerreiro de Faria
9 (PRODERNA/UFPA - ORIENTADOR); Prof.ª Dr.ª Cristiane Maria Leal Costa (FEQ/UFPA - COORIENTADORA);
10 Prof. Dr. Emanuel Negrão Macêdo (PRODERNA/UFPA- EXAMINADOR); Prof. Dr. Luiz Ferreira França
11 (PRODERNA/UFPA - EXAMINADOR); Prof. Dr. Davi do Socorro Barros Brasil (FEQ/UFPA - EXAMINADOR) e
12 Prof.ª Dr.ª Gabriela Silveira da Rosa (UNIPAMPA - EXAMINADORA). Em seguida, a candidata foi arguida
13 oralmente pelos membros da banca, tendo demonstrado suficiência de conhecimentos e
14 capacidade de sistematização no tema objeto da tese, favorecendo a banca examinadora apresentar
15 contribuições para tese e decidir pela da mesma,
16 e conceder o prazo de máximo de um mês (30 dias) para serem incorporadas as sugestões propostas pela banca.
17 Na forma regulamentar, foi lavrada a presente ata que é assinada pelos integrantes da banca examinadora e pela
18 candidata.

Belém, 14 de dezembro de 2016.

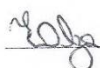
PRESIDENTE:

MEMBROS:



CANDIDATA:

 **Elza Brandão Santana**

**BELÉM, PA – BRASIL
DEZEMBRO DE 2016**

Dados Internacionais de Catalogação - na – Publicação (CIP) Sistema de
Bibliotecas da UFPA

Santana, Elza Brandão, 1976-

Recobrimento de sementes de linhaça (*linum usitatissimum* L.) com
suspensão biopolimérica em leite de jorro / Elza Brandão Santana .-2016.

Orientador: Lênio José Guerreiro de Faria

Coorientadora: Cristiane Maria Leal Costa

Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Pará, Instituto de
Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos
Naturais . Belém, 2016.

1. Dinâmica dos fluidos. 2. Sementes. 3. Germinação. 4. Mandioca.
5.Linhaça. I. Título.

CDD 23. ed. 532.05

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho ao Sagrado Coração
de Jesus e a Nossa Senhora do Perpétuo
Socorro.

AGRADECIMENTOS

A **DEUS**, pela sua bondade e misericórdia, ao permitir-me chegar até aqui e por ter posto em meu caminho as pessoas certas.

Aos meus orientadores: Professor Doutor **Lênio José Guerreiro de Faria** e a Professora Doutora **Cristiane Maria Leal Costa**, pela orientação e confiança na realização deste trabalho.

Aos Professores Doutores **Emanuel Negrão Macêdo**, por investir recursos financeiros na aquisição de equipamentos para a melhor execução deste trabalho, e **João Nazareno Nonato Quaresma** por não medir esforços para obtenção de bolsa de doutorado sem a qual não conseguiria manter-me no Programa.

A **CAPES** por ter concedido a bolsa.

À família GEPRON: **Maria da Conceição da Costa Valente, Lorena Gomes Corumbá, Carolina de Lourdes, Daniela Lira de Santana, Hellen Carvalho, Adriano Paixão da Silva, Carolina Coelho, William Satoshi, Elisangela de Lima Andrade, José Rêgo, Rosilene Costa, Raimunda Maia, Liane Maria Magalhães Dias, Rafael Nascimento** a amizade e apoio de vocês tornaram mais leves os dias mais turbulentos.

Enfim, a todas as pessoas que contribuíram direta ou indiretamente para a realização deste trabalho, meus sinceros agradecimentos.

Resumo da Tese apresentada ao PRODERNA/UFPA como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutor em Engenharia de Recursos Naturais.

RECOBRIMENTO DE SEMENTES DE LINHAÇA (*Linum usitatissimum* L.) COM SUSPENSÃO BIOPOLIMÉRICA EM LEITO DE JORRO

Elza Brandão Santana

Dezembro/2016

Orientadores: Lênio José Guerreiro de Faria

Cristiane Maria Leal Costa

Área de Concentração: Uso de Recursos Naturais

Estudou-se a aplicação de amido *in natura* oriundo de fécula de mandioca (*Manihot esculenta* Crantz) na obtenção de suspensão biopolimérica para recobrimento de sementes de linhaça (*Linum usitatissimum* L.), utilizando como equipamento de recobrimento um leito de jorro convencional. Foram analisadas as características físicas e químicas da fécula de mandioca e das sementes, assim como as características fisiológicas das sementes *in natura* e das recobertas. Realizados testes para obtenção da suspensão biopolimérica incluindo-se testes preliminares de recobrimento por imersão, para avaliar a aceitação da estrutura da semente pela matriz polimérica, embasando-se, paralelamente em dados físicos (ângulo de repouso). Para a execução do processo de recobrimento foram realizados testes para a definição da operação de recobrimento, que incluíram ajustes no sistema operacional, desde o estudo da fluidodinâmica, até o bombeamento da suspensão, para tornar possível definir as condições de operação do leito de jorro. Foram construídas curvas fluidodinâmicas com cargas e pressões de atomização distintas, obtendo os parâmetros fluidodinâmicos ΔPM , ΔP_{je} , ΔP_{mj} e U_{mj} . Dos resultados fluidodinâmicos se determinaram as condições operacionais, para uma carga de 1000 g de sementes, pressão de atomização de 5 psi, distância do bico atomizador de 14 cm acima do leito fixo de sementes e velocidade do ar no intervalo de 1,9 a 1,29 U_{mj} . Para análise do processo de recobrimento utilizou-se um planejamento experimental tipo PCCR considerando as variáveis de entrada, temperatura do ar (Tar) e vazão da suspensão (Qs), e as respostas eficiência (η), crescimento da partícula (δ), perda por aderência (P_{ad}), taxa de evaporação do processo ($\dot{E}_p$), germinação (G) e índice de velocidade de germinação (IVG). Para estimar o ponto ótimo desta operação foi aplicada a definição de função desejabilidade, no qual o ponto ótimo gerado para a desejabilidade global foi de 0,9630 com o leito de sementes operando a de 51°C e 12 mL/min, respectivamente. Os resultados obtidos mostram que o processo de recobrimento foi eficiente diante dos valores obtidos para as respostas e, também por manter as qualidades fisiológicas das sementes. Além, de abrir precedentes para aplicação em alimentos já que as sementes recobertas apresentaram atividade de água de 0,34, frente de uma atividade inicial de 0,62 para as sementes *in natura*.

Palavras-chave: Recobrimento, Leito de jorro, Suspensão biopolimérica, Fisiologia de sementes, Germinação.

Abstract of Thesis presented to PRODERNA / UFPA as partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Natural Resources Engineering (D.Eng.)

**COATING LINSEED SEEDS (*Linum usitatissimum* L.) WITH BIOPOLYMER
SUSPENSION IN SPOUTED BED**

Elza Brandão Santana

December/2016

Advisors: Lênio José Guerreiro de Faria

Cristiane Maria Leal Costa

Research Area: Use of Natural Resources

It was studied application of starch *in natura* come from manioc starch (*Manihot esculenta* Crantz) in obtaining a biopolymer suspension in the coating of linseed (*Linum usitatissimum* L.), using as coating equipment a conventional spouted bed. We analyzed the physical and chemical characteristics of cassava starch and seeds, as well as the physiological characteristics of the seeds *in natura* and covered. Tests were carried out to obtain the biopolymer suspension including preliminary immersion coating tests, to evaluate the acceptance of the seed structure by the polymer matrix, based on physical data (angle of repose). For the execution of the coating process, tests were performed to define the coating operation, which included adjustments in the operating system from the study of fluid dynamics to the pumping of the suspension to make it possible to define the conditions of operation of the spouted bed. Fluid dynamics curves were constructed with different charges and atomization pressures, obtaining the fluid dynamic parameters ΔP_M , ΔP_{je} , ΔP_{mj} and U_{mj} . From the fluid dynamics results, the operating conditions were determined for a load of 1000 g of seeds, spray pressure of 5 psi, distance of the spray nozzle of 14 cm above the fixed seed bed and air velocity in the range of 1,9 to 1,29 U_{mj} . To analyze the coating process used an experimental design type PCCR considering the input variables, air temperature (T_{ar}) and flow rate of the suspension (Q_s), and efficiency responses (η), growth of the particle (δ), loss grip (P_{ad}), process evaporation rate ($\dot{E}_p$), germination (G) and germination speed index (GSI). To estimate an optimal point of this operation was applied to define desirability function, wherein the generated optimum for the overall desirability was 0.9630 with the seed bed operating at 51 °C and 12 mL/min, respectively. The obtained results show that the coating process was efficient in relation to the values obtained for the responses and also to maintain the physiological qualities of the seeds. In addition, to open precedents for application in foods since the seeds covered had water activity of 0,34, in front of an initial activity of 0,62 for the seeds *in natura*.

Key words: Coating, Spouted bed, Biopolymer suspension, Seed physiology, Germination.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	XI
LISTA DE TABELAS	XIV
LISTA DE SÍMBOLOS.....	XVI
INTRODUÇÃO	1
1.1. OBJETIVO GERAL	3
1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	3
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1. ASPECTOS GERAIS E AGRONÔMICOS	4
2.1.1. <i>Linhaça</i>	4
2.1.2. <i>Fisiologia das sementes</i>	5
2.1.2.1. Considerações Gerais.....	5
2.1.2.2. Qualidades fisiológicas	5
2.1.3. <i>Atividade de água</i>	6
2.1.4. <i>Mandioca</i>	8
2.2. BIOPOLÍMEROS	11
2.2.1. <i>Origem dos biopolímeros</i>	11
2.2.2. <i>Classificação dos biopolímeros</i>	12
2.2.2.1. Quanto à polaridade.....	12
2.2.2.2. Quanto à matriz polimérica.....	12
2.2.3. <i>Mercado mundial</i>	15
2.2.4. <i>Trabalhos sobre obtenção de filmes</i>	16
2.2.5. <i>Trabalhos de revestimento de alimentos com filmes biodegradáveis</i>	17
2.3. RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS	20
2.3.1. <i>Princípios do Recobrimento de Partículas</i>	20
2.3.2. <i>Variáveis e Mecanismo de Recobrimento</i>	21
2.3.3. <i>Reologia</i>	25
2.4. MÉTODOS APLICADOS NO RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS	26
2.4.1. <i>Drageadeiras</i>	26
2.4.2. <i>Leitos móveis</i>	27
2.5. LEITO DE JORRO	30
2.5.1. <i>Considerações Gerais</i>	30
2.5.2. <i>Características fluidodinâmicas</i>	31
2.5.3. <i>Trabalhos de recobrimento em leitos móveis</i>	35
2.6. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL	38
2.6.1. <i>Planejamento fatorial</i>	39
2.6.2. <i>Planejamento fatorial composto central</i>	40
2.7. FUNÇÃO DESEJABILIDADE	40
MATERIAIS E MÉTODOS.....	42
3.1. DESCRIÇÃO DAS ATIVIDADES REALIZADAS NA PESQUISA.....	42
3.2. PARTÍCULA.....	43
3.2.1. <i>Caracterização física</i>	43
3.2.1.1. Diâmetro médio	43
3.2.1.2. Massa específica real, aparente e bulk	43
3.2.1.3. Esfericidade	44
3.2.1.4. Porosidade	45

3.2.1.5. Ângulo de Repouso.....	45
3.2.2. Caracterização de composição centesimal	46
3.2.2.1. Umidade	46
3.2.2.2. Proteína.....	46
3.2.2.3. Resíduo mineral fixo.....	46
3.2.2.4. Lipídios.....	46
3.2.3. Caracterização qualitativa.....	47
3.2.3.1. Pureza	47
3.2.3.2. Peso de mil sementes	47
3.2.3.3. Germinação.....	47
3.2.3.4. Índice velocidade de germinação	48
3.2.3.5. Análise de Superfície	48
3.3. AMIDO	49
3.3.1. Caracterização por Imagem.....	49
3.3.2. Análise por MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura) e EDS (Espectroscopia por Dispersão de Energia)	49
3.4. SUSPENSÃO DE RECOBRIMENTO.....	50
3.4.1. Determinação da suspensão polimérica e do biofilme	50
3.4.2. Caracterização da suspensão	51
3.4.2.1. Massa Específica	51
3.4.2.2. Concentração de sólidos	51
3.4.2.3. Ângulo de contato.....	51
3.4.2.4. Reologia.....	52
3.5. DESCRIÇÃO DO SISTEMA EXPERIMENTAL.....	52
3.5.1. Leito de jorro	52
3.5.2. Sistema de atomização	53
3.5.3. Montagem experimental.....	53
3.6. CALIBRAÇÃO DO SISTEMA EXPERIMENTAL.....	55
3.6.1. Leito de Jorro.....	55
3.6.2. Bomba Peristáltica	55
3.7. ANÁLISE EXPERIMENTAL DE FLUIDODINÂMICA.....	56
3.7.1. Estudo fluidodinâmico com cargas diferentes sem ar de atomização	56
3.7.2. Estudo fluidodinâmico com cargas diferentes com ar de atomização	57
3.8. DETERMINAÇÃO DAS CONDIÇÕES RECOBRIMENTO.....	57
3.9. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL	57
3.10. VARIÁVEIS DE RESPOSTA DO RECOBRIMENTO.....	59
3.10.1. Eficiência do processo	59
3.10.2. Crescimento das partículas.....	59
3.10.3. Perda por Aderência	59
3.10.4. Taxa de evaporação de água no processo	60
3.11. ATIVIDADE DE ÁGUA	60
RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	61
4.1. RESULTADOS DE CARACTERIZAÇÃO FÍSICA, COMPOSIÇÃO CENTESIMAL E QUALITATIVA DA PARTÍCULA.....	61
4.2. CARACTERIZAÇÃO DO AMIDO.....	64
4.2.1. Análise por MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura)	64
4.2.2. Análise por EDS (Espectroscopia por dispersão de Energia).....	65
4.3. RECOBRIMENTO POR IMERSÃO	66
4.4. CARACTERIZAÇÃO DA SUSPENSÃO	67
4.5. RESULTADO DA CALIBRAÇÃO DO SISTEMA EXPERIMENTAL	69

4.5.1. Leito de jorro	69
4.5.2. Bomba peristáltica	69
4.6. AVALIAÇÃO FLUIDODINÂMICA	71
4.6.1. Estudos das diferentes cargas de partículas sem pressão de atomização	71
4.6.2. Estudo das diferentes cargas de partículas com pressão de atomização	72
4.7. ANÁLISE DA MATRIZ DE EXPERIMENTOS	75
4.7.1. Análise estatística para as Respostas Físicas	77
4.7.1.1. Eficiência do processo	77
4.7.1.2. Análise estatística do Crescimento das partículas (δ)	80
4.7.1.3. Análise estatística da Perda por Aderência ao leito (P_{ad})	82
4.7.1.4. Análise estatística da Taxa de Evaporação no processo ($\dot{E}_p$)	85
4.7.2. Análise estatística para as Respostas Fisiológicas	87
4.7.2.1. Análise estatística da Germinação (G)	87
4.7.2.2. Análise estatística do Índice de Velocidade de Germinação (IVG)	90
4.7.3. Análise dos Resultados Estatísticos para as Respostas Físicas e Fisiológicas	91
4.7.4. Análise da Diferença Honestamente Significativa (Análise de Tukey)	93
4.7.4.1. Análise das médias comparativas significativas (Análise de Tukey) para a Germinação	94
4.7.4.2. Análise das médias significativas (Análise de Tukey) para Índice de Velocidade de Germinação ...	96
4.8. ANÁLISE DO RECOBRIMENTO ATRAVÉS DA IMAGEM DAS SEMENTES RECOBERTAS	98
4.9. FUNÇÃO DESEJABILIDADE	100
4.10. RESULTADO DA CORRIDA ÓTIMA	102
4.10.1. Análise da atividade de água	105
4.11. TRABALHOS GERADOS DA TESE	106
4.11.1. Patente	106
4.11.1.1. Processo de proteção de alimentos e/ou sementes com película polissacarídica em leitos dinamicamente ativos e Alimentos ou sementes protegidas por películas polissacarídicas	106
4.11.2. Artigos	106
4.11.2.1. Avaliação experimental do comportamento fluidodinâmico de sementes de linhaça em leito fluidizado e jorro - Experimental evaluation of the fluid dynamic behavior of linseed fluidized bed and spouted bed	106
4.11.2.1. Estudo do recobrimento a base de amido de mandioca em sementes de linhaça em leito de jorro	107
CONCLUSÕES E SUGESTÕES	108
5.1. CONCLUSÕES	108
5.2. SUGESTÕES	109
REFERÊNCIAS	110
APÊNDICE A	126
APÊNDICE B	127
APÊNDICE C	128
APÊNDICE D	129
APÊNDICE E	130
ANEXO A	132
ANEXO B	133

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1.	Linhaça Marrom (a) e Linhaça Dourada (b).....	4
Figura 2.2.	Esquema de estabilidade dos alimentos em função da atividade de água.....	7
Figura 2.3.	Mandioca (<i>Manihot esculenta</i> Crantz).....	8
Figura 2.4.	Distribuição da produção mundial de mandioca em 2012.....	9
Figura 2.5.	Principais estruturas do amido: (a) Amilose (b) Amilopectina.....	13
Figura 2.6.	Estimativa do mercado para o ano de 2015 no Brasil.....	15
Figura 2.7.	Mecanismo de aglomeração.....	23
Figura 2.8.	Dinâmica da formação de filmes.....	25
Figura 2.9.	Esquema de drageadeira convencional.....	26
Figura 2.10.	Esquema do sistema recobrimento em leito fluidizado	28
Figura 2.11.	Processo de granulação em um sistema de leito de jorro.....	28
Figura 2.12.	Esquema do processo <i>Würster</i>	29
Figura 2.13.	Regime para o trigo.....	31
Figura 2.14.	Diagrama de Geldart.....	32
Figura 2.15.	Esquema de um leito de jorro e suas regiões.....	32
Figura 2.16.	Diversas condições no desenvolvimento do regime de jorro.....	33
Figura 2.17.	Descrição do fenômeno de fluidização.....	33
Figura 2.18	Sistema representando uma função ligando os fatores às respostas.....	39
Figura 3.1.	Descrição das etapas desenvolvidas na pesquisa.....	42
Figura 3.2.	Definição do ângulo de contato entre uma gota líquida e uma superfície.....	51
Figura 3.3.	(a) Dimensões do leito e (b) Imagem do leito de jorro.....	52
Figura 3.4.	Componentes de atomização: a) Bomba Peristáltica, b) Bico de atomização.....	53
Figura 3.5.	Esquema do equipamento de recobrimento.....	54
Figura 3.6.	Fotografia do equipamento de recobrimento.....	54
Figura 4.1.	Classificação das sementes de linhaça segundo Geldart (1973).....	62
Figura 4.2.	(a) Superfície da semente de linhaça 21 vezes ampliada, (b) Corte transversal ampliada 100 vezes.....	63

Figura 4.3.	(a) Disposição das sementes nas cubetas de germinação, (b) Cubetas com sementes germinadas no 3º dia.....	64
Figura 4.4.	Grânulos de amido com aumento de 180 vezes a e b e, de 300 vezes para obtenção dos diâmetros (c e d).....	65
Figura 4.5.	Área utilizada para análise EDS.....	66
Figura 4.6.	Imagens dos testes preliminares: a) Biofilme e b) Semente de linhaça com corte transversal.....	66
Figura 4.7.	Histerese gerada pela suspensão de recobrimento.....	68
Figura 4.8.	Curva de fluxo e viscosidade para suspensão de recobrimento.....	68
Figura 4.9.	Curvas de calibração do sistema de recobrimento.....	70
Figura 4.10.	Curvas fluidodinâmicas com as três cargas de sementes.....	71
Figura 4.11.	Curvas fluidodinâmicas em três pressões de atomização.....	73
Figura 4.12.	Barras dos efeitos estimados e combinados para as respostas físicas.....	77
Figura 4.13.	Barras dos efeitos estimados e combinados para as respostas fisiológicas.....	77
Figura 4.14.	Distribuição normal dos resíduos para Eficiência do Processo.....	79
Figura 4.15.	Análise de Superfície para Eficiência do Processo (η).....	80
Figura 4.16.	Distribuição normal dos resíduos para o Crescimento das Partículas.....	81
Figura 4.17.	Análise de superfície para Crescimento das Partículas (δ).....	82
Figura 4.18.	Distribuição normal dos resíduos para Perda por aderência.....	84
Figura 4.19.	Análise de Superfície para Perda por Aderência (Pad).....	85
Figura 4.20.	Análise de Superfície para Taxa de evaporação do processo ($\dot{E}_p$)..	87
Figura 4.21.	Distribuição normal dos resíduos para Germinação.....	88
Figura 4.22.	Análise de Superfície para Germinação (G).....	89
Figura 4.23.	Comportamento Fisiológico da linhaça nas condições dos experimentos.....	94
Figura 4.24.	Germinação média das sementes recobertas e <i>in natura</i>	96
Figura 4.25.	Índice de velocidade de germinação média das sementes recobertas e <i>in natura</i>	97
Figura 4.26.	Imagem da superfície da semente <i>in natura</i>	98
Figura 4.27.	Imagem da superfície da semente recoberta.....	98

Figura 4.28.	Imagem do corte transversal da semente <i>in natura</i> (amostra controle).....	99
Figura 4.29.	Imagem do corte transversal da semente recoberta.....	99
Figura 4.30.	Perfis para os valores preditos e a função desejabilidade.....	101
Figura 4.31.	(a) sementes recobertas na condição ótima e, (b) sementes <i>in natura</i>	102
Figura 4.32.	Imagens das Sementes de linhaça na condição da Função desejabilidade.....	103
Figura 4.33.	Germinação das sementes recobertas na condição ótima.....	104
Figura A.	Espectros da Análise de EDS para as Amostras de amido.....	126
Figura B.	Resíduos para os Modelos de Ajustes da Reologia da Suspensão..	127
Figura C.	Correlação entre os Valores Observados e os Valores Preditos.....	128
Figura D.	Resíduos para os Modelos de Ajustes da Reologia da Suspensão..	129
Figura E.	Aglomerados formados nas corridas experimentais.....	130
Figura AA.	Diagrama de seleção de Mangueira de atomização.....	132
Figura BB.	Limites unilaterais da distribuição F ao nível de 5% de probabilidade.....	133

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1.	Produtores Mundiais de Linhaça.....	5
Tabela 2.2.	Produção mundial (milhões de Toneladas).....	10
Tabela 2.3.	Conteúdo de Amilose e Amilopectina de amidos naturais.....	15
Tabela 2.4.	Comparativo das características associadas aos revestimentos comestíveis.....	21
Tabela 2.5	Objetivos da Otimização no Método Desejabilidade.....	41
Tabela 3.1.	Comportamento de escoabilidade de sólidos em relação ao ângulo de repouso.....	45
Tabela 3.2.	Proporções dos componentes da suspensão testadas.....	50
Tabela 3.3.	Valores originais e codificados para as variáveis do planejamento.....	58
Tabela 3.4.	Matriz de Planejamento.....	58
Tabela 4.1.	Resultados da caracterização das sementes de linhaça <i>in natura</i> .	61
Tabela 4.2.	Caracterização da suspensão.....	67
Tabela 4.3.	Dados dos ajustes do comportamento reológico da suspensão.....	68
Tabela 4.4.	Parâmetros fluidodinâmicos para as diferentes cargas.....	72
Tabela 4.5.	Parâmetros fluidodinâmicos para as diferentes cargas.....	73
Tabela 4.6.	Matriz de experimentos.....	75
Tabela 4.7.	Estimativa dos efeitos e coeficientes de regressão para η	78
Tabela 4.8.	Análise de variância (ANOVA) para a resposta η	79
Tabela 4.9.	Estimativa dos efeitos e coeficientes de regressão para δ	80
Tabela 4.10.	Análise de variância (ANOVA) para resposta δ	81
Tabela 4.11.	Estimativa dos efeitos e coeficientes de regressão para o Pad.....	83
Tabela 4.12.	Análise de variância (ANOVA) para a resposta Pad.....	83
Tabela 4.13	Estimativa dos efeitos e coeficientes de regressão para o $\dot{E}_p$	85
Tabela 4.14.	Análise de variância (ANOVA) para a resposta $\dot{E}_p$	86
Tabela 4.15.	Estimativa dos efeitos e coeficientes de regressão para o G.....	87
Tabela 4.16.	Análise de variância (ANOVA) para a resposta G.....	89
Tabela 4.17.	Estimativa dos efeitos para o IVG.....	90
Tabela 4.18.	Análise de variância (ANOVA) para a resposta IVG.....	91
Tabela 4.19.	Análise do tempo de residência das corridas experimentais.....	92
Tabela 4.20.	Comparação das médias significativas pra Germinação.....	94

Tabela 4.21.	Análise da variância dos valores da Germinação.....	95
Tabela 4.22.	Comparação das médias significativas pra Índice de velocidade de germinação.....	96
Tabela 4.23.	Análise da variância dos valores do Índice de velocidade de germinação.....	97
Tabela 4.24.	Parâmetros utilizados na otimização das respostas do processo de recobrimento em leito de jorro.....	100
Tabela 4.25.	Valores obtidos na otimização para as respostas do processo de recobrimento em leito de jorro.....	103
Tabela 4.26.	Valores de atividade de água da semente de linhaça.....	105

LISTA DE SÍMBOLOS

A - área do leito [L^2]
aw – atividade de água [-]
b - pressão barométrica local [$ML^{-1}T^{-2}$]
cexp – Corridas experimentais [-]
 C_{susp} - concentração da solução de recobrimento [-]
CV- Coeficiente de variação [-]
cv- potência em cavalo [$ML^{-1}T^{-2}$]
 d_1 , d_2 e d_3 - dimensões da esfera [L]
 D_{CC} - diâmetro circunscrito [L]
 D_{IC} - diâmetro inscrito [L]
 d_p - diâmetro da partícula [L]
 D_n - Diâmetro médio entre as malhas [L]
E - expansão do leito [-]
 $\dot{E}_p$ – Taxa de evaporação [MT^{-1}]
G - germinação [-]
 G_i - número total de plântulas germinadas [-]
 G_t - número total de plântulas da amostra [-]
H- altura do leito [L]
 H_{max} - altura máxima do leito de jorro [L]
 H_{min} - altura do leito de porosidade mínima [L]
 H_{mj} - altura do leito no mínimo jorro [L]
 H_{PO} - queda de pressão na placa de orifício [$ML^{-1}T^{-2}$]
IVG - índice de velocidade de germinação [T^{-1}]
k - número de fatores [-]
 m_{H_2O} - massa de água na suspensão[M]
 m_{leitof} - massa do leito no final do processo [M]
 m_{leitoi} - massa do leito no início do processo [M]
 m_p - massa da partícula [M]
 m_{si} - massa de sementes inicial [M]
 m_{sr} - massa de sementes recobertas [M]
 m_{susp} - massa de suspensão atomizada [M]
n – índice de comportamento reológico [-]
 P_1 - pressão estática a montante de placa de orifício [$ML^{-1}T^{-2}$]

P_2 - pressão estática a jusante de placa de orifício [$ML^{-1}T^{-2}$]

P_{atomiz} - Pressão de atomização [$ML^{-1}T^{-2}$]

P_{est} - queda de pressão na placa de orifício [$ML^{-1}T^{-2}$]

PL- Perda de carga no leito [$ML^{-1}T^{-2}$]

Q_m - vazão mássica [MT^{-1}]

Q_s - Vazão da suspensão [L^3T^{-1}]

rpm- Rotações por minuto [LT^{-1}]

T - temperatura [θ]

t - tempo [T]

Tar – temperatura do ar de entrada [θ]

t_r - Tempo de residência [T]

U_{max} - velocidade máxima [LT^{-1}]

U_{mj} - velocidade no mínimo jorro [LT^{-1}]

U_{ar} - velocidade do ar de entrada [LT^{-1}]

U_p – velocidade da partícula [LT^{-1}]

V_s - Volume que o sólido ocupa [L^3]

V_{t0} - Volume do leito vazio [L^3]

X_0 - teor de umidade inicial [-]

X_1, X_2 - variáveis codificadas [-]

ΔP_{je} - queda de pressão no jorro estável [$ML^{-1}T^{-2}$]

ΔP_{jorro} - queda de pressão no jorro [$ML^{-1}T^{-2}$]

ΔP_{max} - queda de pressão máxima [$ML^{-1}T^{-2}$]

ΔP_{mj} - queda de pressão no mínimo jorro [$ML^{-1}T^{-2}$]

ΔP_{PO} - queda de pressão na placa de orifício [$ML^{-1}T^{-2}$]

Δx - fração de massa retida [-]

Letras gregas

γ - taxa de deformação [T^{-1}]

γ_0 - fator de correção da taxa de deformação [T^{-1}]

δ - Crescimento da partícula [-]

ε_{lf} - porosidade do leito fixo [-]

ε_{mj} - porosidade do leito no mínimo jorro [-]

ε_p - porosidade da partícula [-]

η - Eficiência do processo

θ - ângulo [-]
 μ_p - viscosidade plástica [ML⁻¹T⁻¹]
 ρ_{ap} - massa específica aparente [ML⁻³]
 ρ_{bulk} - massa específica bulk [ML⁻³]
 ρ_g - massa específica do gás [ML⁻³]
 ρ_p - massa específica da partícula [ML⁻³]
 ρ_{real} - massa específica real [ML⁻³]
 τ – Tensão de cisalhamento [ML⁻¹T⁻²]
 τ_0 – Tensão inicial [ML⁻¹T⁻²]
 ϕ - esfericidade [-]

Abreviações

CONAB – Companhia Nacional de Abastecimento
 DERAL- Departamento de Economia Rural
 DR- Desvio relativo [%]
 EMBRAPA- Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
 FAO – Food and Agriculture Organization of the United Nations
 GL- Grau de Liberdade
 IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
 PCL – Policaprolactona
 PE- Polietileno
 PHB- Polihidroxibutirato
 PHH-HV- Polihidroxibutirato-co-valerato
 PID- Controle Proporcional Derivativo
 PLA – Políácido láctico
 PVA – Permeabilidade ao vapor de água
 PVC- Policloreto de vinila verde
 PVOH- Ácool Polivinílico
 QM- Quadrado Médio
 SEAB – Secretaria de Agricultura e Abastecimento
 SM- Soma dos Quadrados

INTRODUÇÃO

A linhaça (*Linum usitatissimum* L.) é o alimento de origem vegetal rico em ácidos graxos ω -3, apresentando também quantidades elevadas de fibras, proteínas e compostos fenólicos (THOMPSON e CUNNANE, 2003). Existem dois tipos de linhaça, a marrom e a dourada (COLPO *et al.*, 2006). A linhaça marrom é cultivada em regiões de clima úmido e quente, como o Brasil e a dourada é plantada em regiões frias, como o Canadá e o norte dos Estados Unidos (CAMPOS, 2010).

Os polímeros biodegradáveis são polímeros nos quais a degradação resulta da ação de microrganismos de ocorrência natural como bactérias, fungos e algas (ASTM D6400-04), podendo ser consumidos em semanas ou meses sob condições favoráveis de biodegradação (MOHANTY *et al.*, 2005). Assim, a utilização de polímeros biodegradáveis contribui para reduzir o acúmulo de resíduos, segundo KUMAR *et al.* (2010), causados por plásticos ou polímeros não biodegradáveis acumulados em aterros gerando problemas ambientais consideráveis, pelo fato de possuírem elevada resistência a degradação demorando anos para se decompor.

Os materiais mais utilizados para a elaboração de biofilmes são misturas de lipídeos, proteínas, carboidratos, plasticizante, surfactantes, aditivos e solventes (AHMAD *et al.*, 2012, ANDREUCETTI *et al.*, 2011), sendo necessário, pelo menos, um biopolímero que tenha a capacidade de formar uma matriz contínua, homogênea e coesa (FAKHOURI *et al.*, 2009).

Os biofilmes de polissacarídeos caracterizam-se por ser uma boa barreira ao CO₂ e O₂ e uma fraca barreira ao vapor de água (NELSON e COX, 2000, PARK e CHINNAN, 1995). Dentre os polissacarídeos tem-se o amido, que é o polissacarídeo de armazenamento mais importante das células vegetais, é uma fonte renovável, e encontra-se amplamente disponível como matéria-prima (PARRA *et al.*, 2004, RIBEIRO *et al.*, 2007). O amido contém dois tipos de polímeros de glicose, a amilose e a amilopectina (ARVANTOYANNIS *et al.*, 1996, AVÉROUS *et al.*, 2001). Os termos amido e fécula são relacionados às partes do vegetal do qual se extraiu o produto, ou seja, amido é o produto amiláceo extraído das partes aéreas comestíveis dos vegetais (sementes, etc.), e a fécula é o produto amiláceo extraído das partes subterrâneas comestíveis dos vegetais (tubérculos, raízes e rizomas) (CNNPA, 1978).

Dentre as matérias-primas produtora de amido está a mandioca que pertence à ordem *Malpighiales*, família *Euphorbiaceae*, gênero *Manihot* e espécie *Manihot*

esculenta Crantz. De origem americana, adaptou-se muito bem às condições edafoclimáticas e socioeconômicas da África e da Ásia e, atualmente, é a principal fonte alimentícia na África Subsaariana, sendo produzida nessa região, aproximadamente, 67% da mandioca do mundo. Tolerante desde altas precipitações, como a da Região Amazônica, até as deficiências hídricas do Semiárido. Por essas razões, a FAO considera que a mandioca poderá se transformar no principal cultivo do século 21 em modelos de agricultura sustentável (VALLE *et al.*, 2007).

O Brasil aparece entre os principais países produtores de mandioca, avançando, consideravelmente, nas pesquisas tanto agrícola como industrial (SEAB/DERAL, 2013). Segundo o Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE) houve um aumento de área plantada (em hectares), em torno de 2,1% de 2013 para 2014, e 3,3% de 2015 para 2016. No entanto, a área colhida (em hectares) subiu 2,8% de 2013 para 2014 e caiu 4,7% de 2014 para 2015. Para 2016, há uma previsão de um leve aumento de 2,3% na área colhida, segundo IBGE (CONAB, 2016).

A produção brasileira de mandioca, como regra geral, segue o modelo mundial, isto é, é produzida por pequenos produtores para economias locais, em que predomina o caráter de subsistência ou abastecimento regional. Na região Centro-Sul do Brasil, na divisa dos estados do Paraná, São Paulo e Mato Grosso do Sul, formou-se um complexo agroindustrial que produz e processa, anualmente, cerca de 6 milhões de toneladas de raízes para a produção de fécula e farinha de mandioca. A característica que difere a região do centro-sul para outras, é a forte industrialização, em particular a de fécula (LORENZI, 2012).

A fécula de mandioca vem sendo estudada para a obtenção de suspensões biopoliméricas para serem aplicadas pelo método da imersão em revestimentos em diversos vegetais como: morangos (ALVES *et al.*, 2011), berinjela (SOUZA *et al.*, 2009) e em maçã (FONTES *et al.*, 2008).

Muitos pesquisadores como CARVALHO FILHO *et al.* (2005), FONTES *et al.* (2008), AMARIZ *et al.* (2010) e VICENTINO *et al.* (2011) têm estudado o efeito do revestimento de produtos vegetais com biofilmes, visando controlar a transpiração e o metabolismo respiratório dos mesmos. Para isto, testes são realizados com amido, proteínas e outros (CEREDA *et al.*, 1992). O uso dessas tecnologias é de fundamental importância, pois contribui para reduzir perdas pós-colheita e permite a comercialização dos produtos para mercados mais distantes. Entretanto, os estudos estão voltados para frutos, leguminosas e laticínios.

As pesquisas para análise da viabilidade de aplicação de recobrimento para a formação de biofilmes em sementes ainda são escassas. Pode-se citar os trabalhos que utilizaram sementes de brócolos e salsa (TANADA-PALMU *et al.*, 2005) e sementes de cebola (BRANDELERO *et al.*, 2012), aplicadas pelo método da imersão, que devido a baixa volatilidade do solvente a temperatura ambiente torna o processo demorado.

A tecnologia do leito de jorro tem evoluído significativamente desde a sua descoberta por MATHUR e GISHLER (1955) ocupando um lugar relevante nas operações unitárias envolvendo contato entre um fluido e partículas sólidas. No qual, o processo de recobrimento de partículas neste leito tem-se mostrado excelente em estudos como os realizados por MARTINS e OLIVEIRA (2003) ao estudarem o revestimento entérico em cápsulas duras, ALMEIDA e ROCHA (2008) que estudaram o recobrimento de sementes de brócolos por suspensão polimérica em leito de jorro.

1.1. OBJETIVO GERAL

Neste contexto, acima apresentado, o objetivo geral deste trabalho foi a aplicação do processo de recobrimento com suspensão biopolimérica de sementes de linhaça em leito de jorro.

1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Propõem-se, ainda, como objetivos específicos:

- Definir a suspensão biopolimérica a ser utilizada, baseada em características macroscópicas desejadas para recobrir sementes (espessura e maleabilidade) para permitir a germinação;
- Realizar o estudo da fluidodinâmica em leito de jorro determinando os parâmetros correlacionados ao processo e analisar a influência do recobrimento nas características físicas do processo e, fisiológicas das sementes recobertas, aplicando um planejamento experimental;
- Estimar a condição ótima de recobrimento com base nos modelos estatísticos propostos e com o auxílio da técnica de otimização simultânea denominada Função Desejabilidade;
- Obter dados da atividade de água das sementes recobertas.

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. ASPECTOS GERAIS E AGRONÔMICOS

2.1.1. Linhaça

A linhaça é a semente do linho (*Linum usitatissimum* L.), membro da família Linaceae, cereal (monocotiledônea) do grupo das oleaginosas (sementes com altos teores de lipídios) que se caracteriza por ser chata, oval, com uma extremidade pontiaguda e apresentando cerca de 5 mm de comprimento, 2,5 mm de largura e 1,5 mm de espessura (CUI *et al.*, 1998). Existem duas variedades de linhaça para consumo humano, a linhaça marrom e a linhaça dourada. Sua cor é determinada pela quantidade de pigmentos no revestimento externo da semente (CUI *et al.*, 1998, COSKUNER e KARABABA, 2007) (Figura 2.1).



Figura 2.1 Linhaça Marrom (a) e Linhaça Dourada (b). **Fonte:** CAMPOS (2010)

A linhaça (*Linum usitatissimum* L.) Linhaça tem sido o foco de crescente interesse para os nutricionistas e pesquisadores médicos devido aos seus potenciais benefícios para a saúde associados à seus componentes biologicamente ativos como: Ácido alfa-linolênico (ALA), lignana Secoisolariciresinol Diglucosideo (SDG) e fibra dietética (TOURE e XUEMING 2010). Estudos epidemiológicos indicam que dietas ricas em os fitoestrógenos tendem a reduzir o risco de diversos cânceres, doenças cardíacas e osteoporose (KRAJCOVA *et al.* 2009, TOURE e XUEMING, 2010). Além, de demonstrar a capacidade do SDG em eliminar radicais livres, que causam danos aos tecidos, ácidos nucléicos, proteínas que podem causar câncer, doenças pulmonares,

doenças neurológicas, envelhecimento precoce e diabetes (PRASAD, 1997, TOURE e XUEMING, 2010, SINGH *et al.*, 2011a, b).

No Brasil a linhaça ainda é cultivada no Rio Grande do Sul, onde se concentra os maiores produtores do país (NOGUEIRA *et al.*, 2010). Segundo dados do IBGE, em 2010, a área plantada com linho eram de 16584 hectares, e o rendimento médio por hectare era de 974 quilogramas, mas a produção pode atingir até 1,5 toneladas/ ha (OLIVEIRA *et al.*, 2012).

Entre os países que detém as maiores produção mundial de linhaça (Tabela 2.1), estão o Canadá, China, Índia, Rússia e Estados Unidos (FAO, 2012).

Tabela 2.1. Produtores de Mundial de Linhaça

Países	Produção (t)
Canadá	489.000
Rússia	369.043
China	350.000
Índia	152.000
Estados Unidos	146.360

Fonte: FAO (2012)

2.1.2. Fisiologia das sementes

2.1.2.1. Considerações Gerais

As sementes são formadas basicamente pelo: tegumento ou casca e pela amêndoa. O tegumento é formado pela testa e a tegma ou tégmen e, a amêndoa é formada pelo embrião e o albume ou endosperma ou até mesmo o perisperma. Do ponto de vista funcional, elas são constituídas por: casca (cobertura protetora), tecido de reserva (endospermático) e tecido meristemático (eixo embrionário), que resultam dos componentes do óvulo, e que durante o seu desenvolvimento pós-fecundação sofrem modificações (CARVALHO e NAKAGAWA, 1980).

2.1.2.2. Qualidades fisiológicas

A avaliação da qualidade fisiológica de sementes para fins de semeadura e comercialização tem sido fundamentalmente baseada em testes de germinação e vigor. Lotes com alta homogeneidade são bem avaliados através do teste de germinação,

entretanto, se o grau de heterogeneidade for elevado os testes de vigor irão avaliar melhor o desempenho destes lotes em nível de campo (SPINA e CARVALHO, 1986).

O desenvolvimento das sementes é caracterizado por uma série de alterações físicas, morfológicas, fisiológicas e bioquímicas, que ocorrem a partir da fecundação do óvulo e continuam até se atingir a maturidade fisiológica (BERGER *et al.*, 2008, HEHENBERGER *et al.*, 2012).

Considera-se como atributo fisiológico aquele que envolve o metabolismo da semente para expressar seu potencial. A germinação é um atributo de qualidade fisiológica e, em tecnologia de sementes, é definida como a emergência e o desenvolvimento das estruturas essenciais do embrião, manifestando sua capacidade para dar origem a uma plântula normal, sob condições ambientais favoráveis (PESKE e BARROS, 2003).

O vigor é outro atributo indicador da qualidade fisiológica das sementes, entendido como o resultado da conjugação de todos aqueles atributos da semente que permitem a obtenção de um adequado estande sob as condições de campo, favoráveis e desfavoráveis (PESKE e BARROS, 2003).

2.1.3. Atividade de água

A atividade de água é definida como a razão entre a pressão de vapor de água do produto (p) e a pressão de vapor da água pura sob uma mesma temperatura (p_0) e é numericamente igual a relação $UR/100$, onde UR é a umidade relativa de equilíbrio (FENNEMA, 2000, MATHLOUTHI, 2001), sendo expressa da seguinte forma:

$$a_w = \frac{p}{p_0} = \frac{UR}{100} \quad (2.1)$$

Para DITCHFIELD (2000) o termo atividade de água (a_w) foi criado para designar a água presente nos alimentos que estaria disponível para o crescimento microbiano ou para a ocasião de reações que pudessem deteriorar o mesmo, sendo que os produtos vegetais possuem a água como um dos principais componentes em sua composição, que exerce influência direta na conservação dos alimentos. Segundo WELTI e VERGARA (1997), a inclusão do conceito de atividade de água tem sido

amplamente utilizada na preservação de alimentos, servindo para melhorar os processos e elaborar novos produtos.

Segundo RESENDE *et al.* (2006), os produtos agrícolas interagem com o ambiente, cedendo ou absorvendo água, tendendo a uma relação de equilíbrio entre o seu teor de água e a umidade do ambiente. O teor de água de equilíbrio é obtido, a partir do momento em que a pressão parcial de vapor de água no produto iguala-se a do ar que o envolve.

A relação entre o teor de água de equilíbrio e a umidade relativa de equilíbrio, também designada por atividade da água, constitui fator essencial nos projetos e estudos de sistemas de secagem, manuseio, armazenagem, embalagem e transporte e na modelagem da longevidade das sementes (ARAÚJO *et al.*, 2001).

Na indústria alimentícia a diminuição da atividade de água está relacionada à melhoria da qualidade e estabilidade dos produtos, principalmente com relação ao controle de microrganismos. O conhecimento dos níveis de atividade de água serve como parâmetro de controle, para avaliar em que condições, determinado produto, pode ser armazenado de forma a aumentar sua vida útil, visto que cada produto apresenta um valor ótimo para este parâmetro onde as reações de deterioração são minimizadas (GARCIA, 2004).

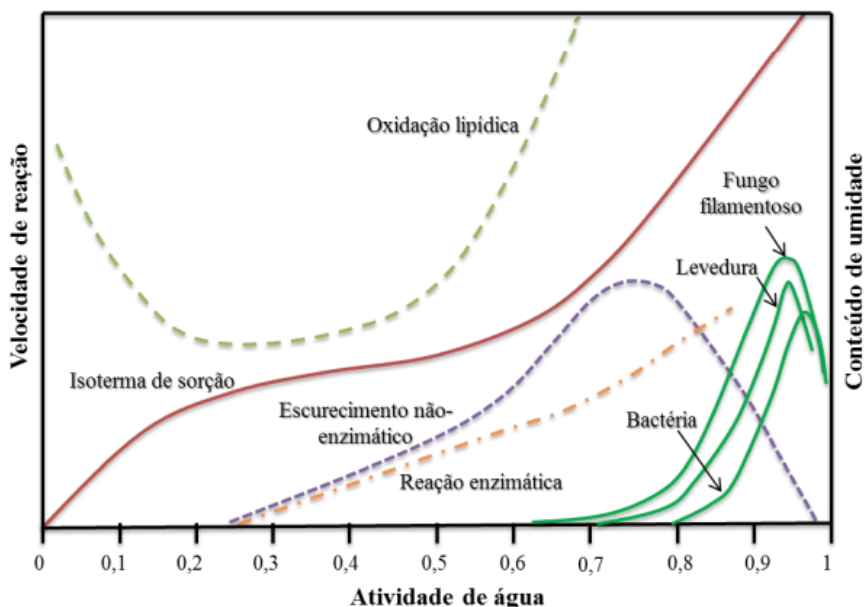


Figura 2.2. Esquema de estabilidade dos alimentos em função da atividade de água.

Fonte: BARBOSA-CÁNOVAS *et al.*(2007).

Segundo FELLOWS (2006) os valores da atividade de água podem variar em uma escala de 0 (produto totalmente seco) a 1 (água pura). Para valores de entre 0,9 e 0,7 é inibido o crescimento da maioria das bactérias fungos e leveduras. A atividade enzimática nos alimentos é reduzida em abaixo de 0,6 e praticamente cessa em valores abaixo de 0,3. A maior estabilidade dos alimentos se dá na faixa entre 0,2 e 0,4. A Figura 2.2 mostra a curva típica da relação entre as taxas das reações de deterioração dos alimentos.

2.1.4. Mandioca

A mandioca pertence a classe das Dicotiledôneas, da subclasse *Archiclamydeae*, da ordem *Euphorbiales*, da família *Euphorbiaceae*, da tribo *Manihoteae*, ao gênero *Manihot* e à espécie *Manihot esculenta* Crantz (FARIAS *et al.*, 2006).

No gênero *Manihot*, já foram identificadas cerca de 98 espécies. A *Manihot esculenta* Crantz (Figura 2.3) é a única espécie deste gênero cultivada comercialmente para a produção de raízes comestíveis e apresenta as seguintes sinonímias: *M. utilissima*, *M. edulis* e *M. aipi*. É conhecida na América Latina como mandioca e yuca; no Continente Norte-Americano e países da Europa, como cassava, manioc, manioca e tapioca; e nos países da Ásia e da África, como suahili, mhogo e omowgo (FARIAS *et al.*, 2006).

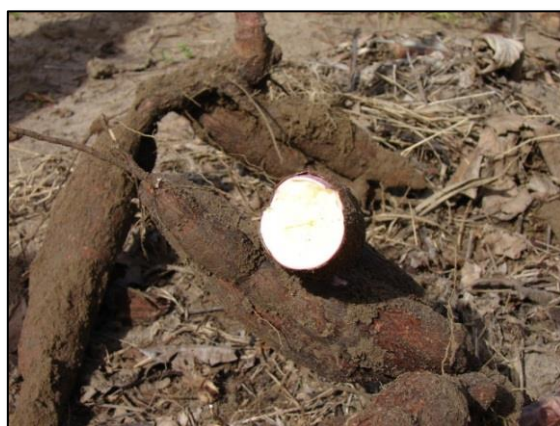


Figura 2.3. Mandioca (*Manihot esculenta* Crantz). Fonte: EMBRAPA

A mandioca (*Manihot esculenta* Crantz) é uma espécie de grande importância econômica, embora seu consumo de certo modo concentre-se no Nordeste, Norte e no Centro Oeste do Brasil, mas, ela está presente em todo o território nacional. As espécies

podem ser divididas em dois grupos: espécies mansas e bravas. Esse vegetal apresenta-se como uma ótima alternativa para alimentação animal, devido à sua disponibilidade justamente no período seco do ano, em que os pastos diminuem em quantidade e qualidade, de junho a outubro (NARDON, 2007).

Apesar de a mandioca ser de origem americana, adaptou-se muito bem às condições edafoclimáticas e socioeconômicas da África e da Ásia e, atualmente, é a principal fonte alimentícia na África Subsaariana, sendo produzida nessa região, aproximadamente, 67% da mandioca do mundo (Figura 2.4) (VALLE e LORENZI, 2014).

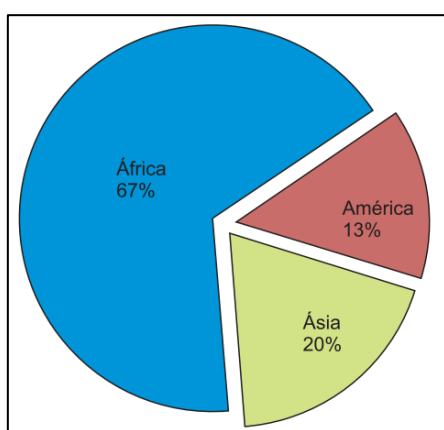


Figura 2.4. Distribuição da produção mundial de mandioca em 2012. Fonte: FAO (2013)

O Brasil, mesmo com a menor produção dos últimos anos, com apenas 21 milhões de toneladas no ano de 2013 (Tabela 2.2), ainda representa 75% da América do Sul. Apresentou um aumento de 14% para a safra de 2014/15, devendo colher 24 milhões, porém longe do patamar alcançado no ano de 1970 que foi de 30 milhões de toneladas de raiz (SEAB/DERAL, 2016).

Na região Norte, destaca-se o estado do Pará que há vários anos assumiu a liderança da produção brasileira de mandioca, bem como representa o maior consumo “per capita” de farinha, estimado em 35 kg / ano (SEAB/DERAL, 2016).

Dentre os principais produtos agrícolas, sem dúvida, a mandioca se constitui na principal cadeia produtiva daquele Estado, em função da amplitude que alcança nos setores agrícola, industrial e no comércio. Na capital Belém, funcionam várias feiras e em todas elas predominam os produtos derivados de mandioca, sendo a farinha uma das mercadorias mais procuradas pelos consumidores. A grande maioria desses produtos comercializados em feiras livres é proveniente da agricultura familiar, produzidas em

pequenas quantidades e vendidas diretamente ao consumidor final. (SEAB/DERAL, 2016).

Tabela 2.2. Produção mundial (milhões de Toneladas)

Países	1970	2010	2011	2012	2013
ÁFRICA	40,5	134,4	141,2	146,4	157,7
Nigéria	10,2	42,5	46,2	51,0	53,0
Congo	10,3	15,0	15,0	12,0	12,5
Gana	1,5	13,5	14,2	14,5	16,0
Outros	18,5	63,4	65,8	68,9	76,2
ÁSIA	23,1	75,0	80,5	89,0	88,3
Tailândia	3,2	22,0	21,9	29,8	30,2
Indonésia	10,7	24,0	24,1	24,2	23,9
Outros	9,2	29,0	34,5	35,0	34,2
AMÉRICA DO SUL	35,5	31,9	31,8	28,9	28,8
Brasil	30,0	25,0	25,4	23,0	21,5
Outros	5,5	6,9	6,4	5,9	7,3
Total	99,1	241,3	253,5	264,3	274,8

Fonte: SEAB/DERAL (2016)

A produção brasileira de fécula de mandioca registrou crescimento de 17% em 2015, para cerca de 750 mil toneladas, a maior dos últimos 25 anos. O levantamento é do Centro de Estudos Avançados em Economia Aplicada (Cepea), da Esalq/USP, em parceria com a Associação Brasileira dos Produtores de Amido de Mandioca (ABAM, 2016).

Informações de exportação e importação de mandioca, segundo o Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior (MDIC) dados referentes a fécula e a raiz da mandioca mostram que o volume de exportações da fécula em janeiro e fevereiro de 2016 foi maior do que o volume em janeiro e fevereiro de 2015, tanto em US\$ quanto em kg. Mesmo considerando os meses mais recentes, em fevereiro/2016 se exportou mais do que em janeiro/2016, assim como mais que dezembro de 2015 (CONAB, 2016).

Já o volume de importações de fevereiro de 2016 foi menor que: de dezembro de 2015 e de janeiro de 2015, mostrando a manutenção da elevação do saldo da balança comercial (CONAB, 2016).

2.2. BIOPOLÍMEROS

2.2.1. Origem dos biopolímeros

Na década de 1970, as pesquisas se voltaram para a introdução de amido em matrizes poliméricas sintéticas, na proporção de 5 a 20%, levando à obtenção de plásticos considerados biofragmentáveis, mas não totalmente biodegradáveis (GRIFFIN, 1977, GUILBERT e GONTARD, 1995). A partir da década de 1990, aumentou o interesse no desenvolvimento de materiais termoplásticos compostos essencialmente por amido (SOUZA e ANDRADE, 2000, MALI e GROSSMANN, 2003, MALI *et al.*, 2002, 2004, 2005, 2006, GODBILLOT *et al.*, 2006, ALVES *et al.*, 2007, SHIMAZU *et al.*, 2007) envolvendo a adição de plastificantes para melhorar as propriedades mecânicas.

Os filmes biodegradáveis podem ser definidos como camadas finas de um material biodegradável, que podem ser aplicados como barreira entre o alimento e o ambiente circundante e, dependendo da matéria-prima utilizada, podem ser consumidos como parte do produto alimentar (GUILBERT *et al.*, 1996, KROCHTA e MULDER-JOHNSTON, 1997, SKURTYIS *et al.*, 2009). Os filmes oferecem um potencial para prolongar a vida de prateleira e melhorar a qualidade dos alimentos através do controle da transferência de umidade, oxigênio, dióxido de carbono, sabor e aroma entre os componentes do alimento e atmosfera que os envolve (BALDWIN *et al.*, 2012).

A aplicação de coberturas em sementes visa depositar camadas de materiais sólidos e líquidos para aumentar o tamanho e modificar a forma das sementes, ou ainda, agregar micronutrientes, fungicidas, entre outros materiais, permitindo produzir sementes tratadas (MENDONÇA *et al.*, 2007).

Os polímeros sintéticos como polivinilpirrolidona (PVP) e poliacetato de vinila (PVA), ou cola branca, são os polímeros mais estudados na aplicação de sementes. No entanto o estudo de novos polímeros, bem como de materiais de preenchimento se faz necessário para melhorar aspectos germinativos e o estande de plantas germinadas a partir de sementes peletizadas (MENDONÇA *et al.*, 2007). O álcool polivinílico (PVOH) é um polímero obtido por hidrólise do PVA e vem sendo estudado para peliculização de sementes de soja, já polímeros naturais como os de alginato (ALG) e de amido termoplástico (ATP) são pouco estudados, embora sejam polímeros hidrofílicos provenientes de recursos renováveis, alta disponibilidade e baixo custo.

2.2.2. Classificação dos biopolímeros

2.2.2.1. Quanto à polaridade

Podem-se classificar os materiais empregados nos revestimentos em: hidrofóbicos e hidrofílicos (ASSIS *et al.*, 2008, ZARITZKY, 2011).

- Hidrofílicos: materiais com estruturas nas quais há a predominância de grupos amino ou hidroxila e carboxila (OH, COO⁻, NH₃) caracterizados por ligações covalentes polares. Em função das características desses grupos, a cadeia carbônica apresenta sítios parcialmente carregados positivamente e outros carregados negativamente. Essa característica da estrutura química favorece o acúmulo e o rearranjo de moléculas polares, e principalmente da água, em torno desses sítios. Alguns exemplos destes materiais são os polissacarídeos, como a celulose, a quitina, a goma xantana, a goma guar, a pectina, o amido e os polissacarídeos polieletrólitos, como a carboximetil celulose, a quitosana, o alginato, etc. Os materiais hidrofílicos normalmente apresentam boa solubilidade em meio aquoso, favorecendo uma melhor dispersão do soluto e uma formação mais homogênea do filme. Dependendo da estrutura química, podem formar géis ou até mesmo requerer alterações químicas para uma completa solubilização.

- Hidrofóbicos: materiais caracterizados por moléculas nas quais predominam estruturas cujas ligações tendem a ser eletricamente neutras, ou seja, não configuram regiões polares definidas. Incluem grupos alquilas (CH₃, CH₂-CH₃, etc) e aromáticos. Na presença de água esses materiais tendem a se aglomerarem e excluir as moléculas polares de sua redondeza. Nesta categoria, encontram-se as proteínas hidrofóbicas (predominância de substituintes apolares), óleos e ácidos graxos, em que predominam substituintes de cadeia alifática, parafinas, álcoois de cadeia longa, etc. Para esta classe de materiais, os solventes adequados devem ser mais apolares, como o álcool, a acetona e o hexano.

2.2.2.2. Quanto à matriz polimérica

Os biopolímeros, como polissacarídeos e proteínas, obtidos a partir de subprodutos de origem agrícola têm sido propostos para formulação de materiais biodegradáveis por serem passíveis de biodegradação (exceto quando modificações químicas severas são aplicadas), oriundos de fontes renováveis e não tóxicos para o solo e para o ambiente (FRANCHETTI e MARCONATO, 2006, GUILBERT e GONTARD, 2005).

A composição e as propriedades funcionais dos filmes biodegradáveis variam de acordo com o biopolímero utilizado como matéria-prima. Proteínas e polissacarídeos resultam em filmes com boas propriedades mecânicas e organolépticas e são barreiras efetivas à compostos de aroma e gases de baixa massa molar como oxigênio e dióxido de carbono, embora sejam sensíveis à umidade devido à natureza hidrofílica desses componentes (DEBEAUFORT *et al.*, 2000, YANG e PAULSON, 2000).

Os polissacarídeos representam de longe os biopolímeros mais abundantes da terra, com celulose, quitina e amido. O amido (Figura 2.5) é certamente um dos materiais mais versáteis para uso potencial em polímeros. Ele pode ser convertido em produtos químicos como etanol, acetona e ácidos orgânicos, usados na produção de polímeros sintéticos, ou produzir biopolímeros através de processos fermentativos ou ainda ser hidrolisado e empregado como monômero ou oligômero. Finalmente, ele pode ser enxertado com uma variedade de reagentes para produzir novos materiais poliméricos, usados como tais ou como cargas para outros polímeros (BELGACEM e GANDINI, 2008).

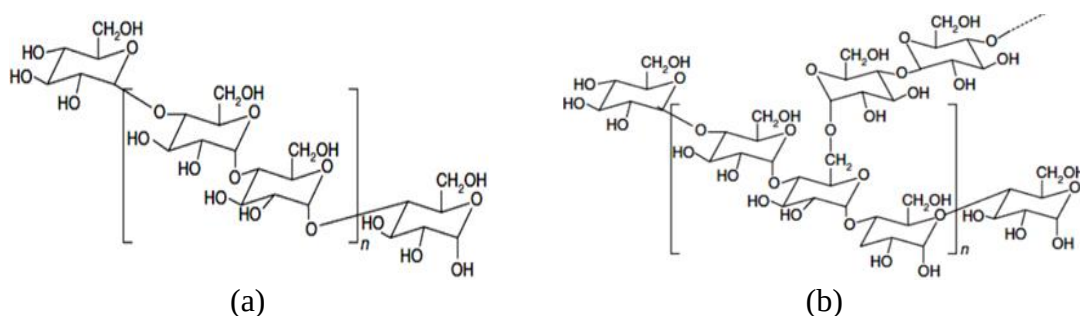


Figura 2.5. Principais estruturas do amido: (a) Amilose (b) Amilopectina. **Fonte:** CORRADINI *et al.*, 2005.

A aplicação do amido na produção de filmes se baseia nas propriedades químicas, físicas e funcionais da amilose para formar géis e na sua capacidade para formar filmes. As moléculas de amilose em solução, devido à sua linearidade, tendem a se orientar paralelamente, aproximando-se o suficiente para que se formem ligações de hidrogênio entre hidroxilas de polímeros adjacentes. Como resultado, a afinidade do polímero por água é reduzida, favorecendo a formação de pastas opacas e filmes resistentes (WURZBURG, 1986).

Os filmes de amido são geralmente quebradiços e para melhorar as propriedades mecânicas dos mesmos é comum a adição de um agente plastificante, que reduz as forças intermoleculares e aumentam a mobilidade das cadeias dos polímeros,

melhorando a flexibilidade dos filmes. No entanto, com essa adição, pode ocorrer um aumento da permeabilidade ao vapor de água (ANDREUCCETTI *et al.*, 2009, IRISSIN-MANGATA *et al.*, 2001, MALI *et al.*, 2010). Na verdade, as características higroscópicas dos filmes de amido adicionados de glicerol contribuem para aumentar ainda mais o caráter hidrofílico do filme (GARCÍA *et al.*, 2009).

Os plastificantes mais indicados para serem empregados em filmes de amido são os polióis, como o glicerol e o sorbitol, que vão proporcionar a estes materiais uma melhoria nas suas propriedades mecânicas. Outros tipos de aditivos geralmente utilizados são os agentes antimicrobianos, vitaminas, antioxidantes, aromatizantes e pigmentos (MALI *et al.*, 2010).

Os filmes compostos de polissacarídeos (celulose e seus derivados, amido e derivados, gomas etc.) ou proteínas (gelatina, zeína, glúten etc.) têm adequadas propriedades mecânicas e ópticas globais, mas são altamente sensíveis à umidade e apresentam alto coeficiente de permeabilidade ao vapor d'água. Em virtude disso, existe uma crescente busca por materiais de reforço, de caráter mais hidrofóbico, como fibras e nano partículas, a fim de melhorar as propriedades mecânicas e de barreira dos filmes biopoliméricos à base de amido e/ou proteína (MONTAÑO-LEYVA *et al.*, 2013, REDDY e YANG, 2005, SATYANARAYANA *et al.*, 2009).

Já a pectina é um polissacarídeo natural encontrado na maioria das frutas e hortaliças. Entretanto, a mistura de pectina e amido pode gerar filmes resistentes e facilitar a formação da película. Dessa forma, o adicional teor de pectina em filmes à base de resíduos de frutas e hortaliças pode modificar e proporcionar propriedades funcionais desejáveis nos filmes, sem alterar a permeabilidade do mesmo (BALDWIN *et al.*, 2012, SOTHORNVIT e PITAK, 2007).

Os filmes compostos de lipídios (ceras, lipídios ou derivados) ou poliésteres (poli-D-β-hidroxibutirato, ácido polilático) apresentam boas propriedades de barreira de vapor de água, mas são geralmente opacos e relativamente inflexíveis. Além disso, filmes lipídicos podem ser também frágeis e instáveis (suscetíveis à oxidação).

A combinação dos biopolímeros, formando filmes denominados multicompostos ou multicomponentes, tem como vantagem agregar os pontos positivos de cada um dos constituintes utilizados (GALLO *et al.*, 2000).

2.2.3. Mercado mundial

As principais fontes comerciais de amido são o milho, a batata, o arroz, o trigo e a mandioca (ELLIS *et al.*, 1998), porém, perante a outras fontes promissoras para a obtenção de amido, como os tubérculos de inhame (*Dioscorea alata*) e os grãos de aveia (*Avena sativa*) (Tabela 2.3) apresentam um teor médio de amilose mais elevado (ALVES *et al.*, 1999, WANG e WHITE, 1994) .

Tabela 2.3. Conteúdo de Amilose e Amilopectina de amidos naturais

Fonte vegetal	Amilose (%)
Milho	25
Batata	23
Arroz	15 – 25
Trigo	20
Mandioca	16 – 20
Inhame	30
Aveia	16 - 30

O mercado atual de biopolímeros e polímeros biodegradáveis no Brasil são representados pelos seguintes fornecedores: Cargill (PLA); Biomater (amido); PHB Industrial (PHB, PHB-HV); Basf (Ecoflex®, blenda deEcoflex®/Amido – Ecobras® e blenda de Ecoflex®/PLA – Ecovio®); Corn Products (amido e Ecobras®); e, Perstorp (PCL). No tocante aos polímeros verdes, o Brasil é líder mundial na produção de cana-de-açúcar, possuindo o menor custo de produção dessa matéria prima, favorecendo o país na produção de polímeros verdes à base de etanol.

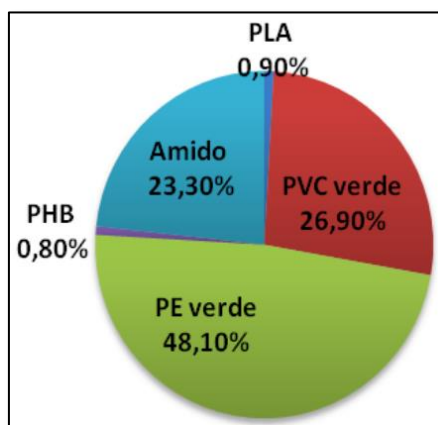


Figura 2.6. Estimativa do mercado para o ano de 2015 no Brasil. **Fonte:** LANCELOT (2010)

A Figura 2.6 ilustra uma estimativa para o ano de 2015 do mercado dos biopolímeros, polímeros biodegradáveis e polímeros verdes no Brasil.

2.2.4. Trabalhos sobre obtenção de filmes

ROCHA *et al.* (2014) – Filmes Compostos Biodegradáveis a Base de Amido de Mandioca e Proteína de Soja

Neste estudo, filmes de amido de mandioca produzidos por *casting* foram avaliados quanto a adição de extrato proteico de soja (EPS), glicerol e pH do meio. O aumento da concentração de EPS levou ao escurecimento dos filmes, ao aumento da solubilidade e aumentou o pH. O maior teor de plastificante e o menor pH elevaram a permeabilidade ao vapor de água (PVA). A menor PVA ($0,057 \text{ g mm h}^{-1}\text{m}^{-2}\text{kPa}^{-1}$) foi obtida com máximo teor de EPS (47%) e 13% de glicerol em pH 12. A força de perfuração variou de 0,08 a 2,78 N, sendo os maiores valores com adição de EPS e glicerol em nível intermediário (30%) em pH neutro. A maior deformação na perfuração (31,9%) ocorreu no teor de EPS mais baixo (13%) e de glicerol mais alto (47%). Considerando-se os fatores desejáveis: baixa PVA, baixa solubilidade e boa resistência mecânica, os filmes produzidos com 15,2% de EPS, 29,2% de glicerol em pH 6,1 foram os que mais bem atenderam a estas características.

BRITO *et al.* (2011) – Biopolímeros, Polímeros Biodegradáveis e Polímeros Verdes

Este trabalho de revisão tem o objetivo de divulgar polímeros com menor impacto ambiental, abordando temas como: biopolímeros, polímeros biodegradáveis, polímeros verdes, o mercados destes polímeros no Brasil, sustentabilidade, biodegradação, compostagem e oxo-biodegradação. Deste modo espera-se contribuir com a divulgação do uso destes materiais em pesquisas científicas e aplicações tecnológicas de maneira a colaborar para um desenvolvimento sustentável.

MALI *et al.* (2004) – Barreira, mecânica e propriedades ópticas de plastificado filmes de amido de inhame

Filmes amido de inhame foram obtidos por fundição. Efeito de diferentes espessuras de 0,07 a 0,11 mm, concentrações de glicerol de 1,30 a 2,00 %, e amido de 3,30 a 4,00%. As propriedades das barreiras mecânicas e óticas dos filmes foram

analisadas. Filmes obtidos foram homogêneos, transparente e sem partículas insolúveis. O vapor de água e permeabilidade O₂ aumentou com a concentração de glicerol. Opacidade de filmes de amido de inhame dependia de espessura do filme, maior a espessura, mais opaca a amostra. Películas com 4,00% de amido, 1,30% de glicerol gerou uma película de espessura, em torno, de 0,11 mm o qual mostrou uma maior resistência à perfuração. A resistência a deformação foi proporcional ao aumento de glicerol.

TANADA-PALMU e GROSSO (2003) – Desenvolvimento e caracterização de filmes de glúten de farinhas fortes e fracas de trigo brasileiros

O atual trabalho estudou a produção e análise de características de biofilmes à base glúten de quatro tipos de farinhas de trigo brasileiras (2 “semi-forte” e 2 “fracas”), analisadas quanto a suas propriedades mecânicas e de barreira, que foram comparadas com filmes com glúten vital (comercial). Permeabilidade ao vapor d’água e oxigênio, resistência à tração, porcentagem de alongação na ruptura, solubilidade em água e morfologia de superfície foram medidas. Filmes de glúten das farinhas “semi-fortes” mostraram similar permeabilidade ao oxigênio do que os filmes das farinhas “fracas” e glúten vital. O filme de glúten vital apresentou maior alongação na ruptura e permeabilidade ao oxigênio do que os filmes das farinhas brasileira e ainda mais baixa solubilidade que as farinhas fracas. Apesar, do glúten vital ter uma grande resistência mecânica, desejável para produtos de panificação, para o propósito do desenvolvimento de filmes comestíveis as farinhas de trigo “semi-duras” brasileiras podem ser usadas ao invés do glúten vital, já que elas mostraram propriedades de barreira mecânicas similares.

2.2.5. Trabalhos de revestimento de alimentos com filmes biodegradáveis

BRANDELERO *et al.* (2012) – Sementes de cebola incrustadas com polímeros biodegradáveis

Neste trabalho objetivou-se caracterizar o vigor e a plantabilidade de sementes de cebola incrustadas com polímeros de amido termoplástico (ATP), álcool polivinílico (PVOH) e alginato (ALG). Foram realizados testes de germinação em laboratório por 15 dias, Testes em bandejas foram conduzidos para avaliar a emergência de plântulas,

acúmulo de fitomassa e comprimento da parte aérea e radicular, sendo analisados após 40 dias de semeadura. Sementes sem revestimento serviram de controle (testemunhas). Os resultados indicaram que as sementes revestidas apresentaram valores de germinação maiores que 80%. Os revestimentos ATP e ALG reduziram a emergência em 60% e o PVOH em 40%, sendo que os mesmos aumentaram em 2 (duas) vezes o IVE. O teste de plantabilidade afetou a germinação apenas das sementes revestimento com PVOH, sendo que a passagem pela semeadora aumentou em quase 3 vezes o IVG das sementes com ALG. Os valores de massa e comprimento foram menores nas sementes revestidas. Considerando os resultados de germinação pode-se concluir que os polímeros analisados foram viáveis para a incrustação de sementes de cebola, sendo o ALG o que apresentou melhor resultado para semeadura direta.

VICENTINO *et al.* (2011) – Filmes de amidos de mandioca modificados para recobrimento e conservação de uvas

O objetivo deste trabalho foi realizar a produção de filmes a partir de amido de mandioca, gelatina e sorbitol para cobertura em uvas ‘Benitaka’ (*Vitis vinifera* L.), bem como avaliar suas propriedades e verificar a eficácia desse filme como barreira contra a perda de massa nas uvas, objetivando aumentar sua vida de prateleira. A aplicação das coberturas foi realizada com a uva, pois é um fruto frágil com elevado teor de água em sua composição (81%) e grande superfície de transpiração em relação a sua massa. O filme composto pelo amido acetilado apresentou melhores propriedades de barreira, mostrando-se eficiente para cobertura em uvas ‘Benitaka’, por aumentar a vida de prateleira das uvas em 12 dias. Além disso, promoveu uma diminuição da perda de sólidos solúveis não alterando a acidez titulável, indicando assim que não ocorreu um amadurecimento dos frutos, mas sim diminuiu a perda de água, prolongando o seu tempo de armazenamento.

AMARIZ *et al.* (2010) – Recobrimentos à base de carboximetilcelulose e dextrina em mangas ‘Tommy Atkins’ armazenada sob refrigeração

Este trabalho teve por objetivo avaliar a eficiência de recobrimentos à base de carboximetilcelulose (CMC) e dextrina em manga ‘Tommy Atkins’ armazenada durante zero, dez e 20 dias sob refrigeração ($12,4 \pm 3,1^{\circ}\text{C}$ e $72 \pm 12\%$ UR) e, posteriormente, submetida às condições de ambiente ($20,3 \pm 3,0^{\circ}\text{C}$ e $40 \pm 7\%$ UR) por três, seis, oito e

nove dias. Os recobrimentos CMC 1,0% + dextrina 0,2%, CMC 0,8% + dextrina 0,5% e CMC 0,5% + dextrina 1,0% foram comparados ao controle. O delineamento experimental foi inteiramente casualizado, em fatorial 4x7 (recobrimento x tempo de armazenamento), com quatro repetições compostas por três frutos. A aplicação de CMC 1,0% + dextrina 0,2% ou CMC 0,8% + dextrina 0,5% retardou o acúmulo de sólidos solúveis, a redução da acidez titulável e a evolução da cor da casca, com incremento no brilho superficial dos frutos, o que garantiu melhor aparência. Os efeitos indicam atraso da maturação, sendo mais evidentes no tratamento CMC 0,8% + dextrina 0,5%.

BOTREL *et al.* (2010) – Revestimento ativo de amido na conservação pós-colheita de pera *Williams* minimamente processada

Este trabalho objetivou avaliar a ação de revestimento de amido adicionado de lactato de cálcio e L-cisteína na inibição do escurecimento enzimático, na redução do crescimento de psicrotrófilos e enterobactérias e na manutenção da textura. As peras fatiadas foram cobertas com revestimentos comestíveis à base de amido incorporados com cisteína e lactato de cálcio, exceto o controle – sem revestimento (C). Os tratamentos foram: apenas revestimento (T1); 2,0% lactato de cálcio e 1,0% L-cisteína (T2) e 2,0% lactato de cálcio e 1,5% L-cisteína (T3). As amostragens foram feitas nos tempos zero, dois, quatro e seis dias. As amostras foram mantidas sob refrigeração (7°C $\pm$ 2°C). As peras submetidas aos tratamentos T2 e T3 apresentaram-se significativamente mais firmes ($P < 0,05$) que as dos tratamentos C e T1. A ação da cisteína sobre a inibição do escurecimento enzimático foi observada nos tratamentos T2 e T3, que não apresentaram diferença significativa ($p \geq 0,05$) entre si para os valores de ΔE , no entanto esses valores foram significativamente menores em relação ao controle. No tempo 6, a redução decimal na contagem de psicrotrófilos chegou a 3,03 e 2,43 para T3 e T2, em comparação com o controle. A contagem de enterobactéria s apresentou comportamento semelhante, sendo o valor da redução de 3,16 e 3,05 para T2 e T3 em relação ao controle. Verificou-se que a vida de prateleira de pera minimamente processada pode ser mantida por mais tempo com o uso desse revestimento.

2.3. RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS

2.3.1. Princípios do Recobrimento de Partículas

O recobrimento é um fenômeno que ocorre na aplicação de um processo de secagem de uma suspensão ao entrar em contato com a superfície de um particulado, por imersão ou aspersão, sob um gradiente de temperatura. Sendo que, para que ocorra um eficiente recobrimento, é mister que esse processo ocorra rapidamente para que sua reprodutibilidade seja eficiente e gere produtos de boa qualidade (JIANG e LI, 2001, BALDWIN *et al.*, 1999).

Este processo é uma operação utilizada no processamento de uma grande variedade de produtos e apresenta uma grande importância comercial. Exemplos de aplicação incluem o recobrimento de comprimidos na indústria farmacêutica, o recobrimento de produtos alimentícios e, na agroindústria, o recobrimento de sementes, fertilizantes e pesticidas (FREIRE e OLIVEIRA, 1992).

Segundo TARANTO (1996), o propósito do recobrimento é a modificação de características de superfície através da aplicação de um material sobre a partícula, geralmente um selante como material protetor. Dentre as finalidades do recobrimento pode-se citar:

- Proteger o produto da ação de agentes ambientais, em particular contra a umidade, luminosidade e calor excessivo;
- Facilitar a manipulação de produtos, em especial na indústria farmacêutica, onde o recobrimento reduz a um mínimo a possibilidade de contaminação do produto;
- Melhorar a aparência estética das partículas, com o propósito de padronizar um determinado lote, quando as mesmas apresentam geometria irregular, diferença perceptível de tamanho, superfície disforme, etc.;
- Mascaram sabores e odores desagradáveis;
- Aumentar a resistência mecânica do produto;
- Reduzir a taxa de dissolução de substâncias químicas.

O recobrimento com filmes comestíveis é realizado com a aplicação da suspensão de forma manual ou por meio de imersão e expondo o produto a secagem, onde geralmente as suspensões desses tipos de filmes são a base de carboidratos de alto peso molecular. Sendo que, os estudos realizados estão voltados para o recobrimento de frutas, voltados para analisar a influência da permeabilidade a gases e ao vapor d'água, manutenção da cor e aromas, assim como na vida de prateleira (JIANG e LI, 2001,

BALDWIN *et al.*, 1999, BALDWIN *et al.*, 1996). Alguns trabalhos com aplicação de filmes oriundos de diversas fontes e suas características avaliadas nos respectivos trabalhos estão expostos na Tabela 2.4.

Tabela 2.4. Comparativo das características associadas aos revestimentos comestíveis

Revestimentos a base de	Tipos	Características	Referências
Polissacarídeos	Fécula de Mandioca Alginato Quitosana	Boa resistência às trocas gasosas Boa resistência a danos mecânicos Manutenção da integridade da parede celular Retenção de Vitamina C Barreira à incorporação de solutos Propriedades fungicidas e fungiestáticas	Pereira <i>et al.</i> (2006); Castricini <i>et al.</i> (2010); Souza (2005); Vila <i>et al.</i> (2007); Brandalero <i>et al.</i> (2005); Oliu <i>et al.</i> (2008); Grau <i>et al.</i> (2007); Dotto <i>et al.</i> (2008); Camili <i>et al.</i> (2007);
Lipídios	Óleo de Girassol Cera de Carnaúba	Redução na perda de massa Aumento do tempo de armazenamento	Vieira <i>et al.</i> (2009); Ribeiro <i>et al.</i> (2009); Blum <i>et al.</i> (2008); Silva <i>et al.</i> (2009).
Proteínas	Gelatina Proteínas do soro de leite	Manutenção sensorial e propriedades físico-químicas Redução do escurecimento enzimático	Fakouri e Grosso (2003); Zocche (2010); Gago (2006).

Fonte: LUVIELMO e LAMAS (2013)

2.3.2. Variáveis e Mecanismo de Recobrimento

Alguns agentes são importantes no processo de recobrimento de partículas, como os componentes da suspensão e suas respectivas funções, como:

- Agente ligante – material que é adicionado aos produtos de recobrimento de forma a se aumentar a adesão entre as partículas e a suspensão de revestimento;
- Agente de recobrimento - produto utilizado para recobrir, proporcionando a formação de um filme uniforme sobre a partícula, como por exemplo: hidroximetilcelulose, Eudragit®, carboximetilcelulose, Acquacoat®;
- Opacificante – composto que é adicionado aos materiais de recobrimento de forma a aumentar a opacidade do recobrimento, melhorando a coloração da superfície recoberta;
- Núcleo ou substrato – material no qual se aplica o recobrimento.

Segundo DEWETTINCH e HUYGHEBAERT (1999) as variáveis de processo influenciam diretamente na qualidade do produto obtido, dentre as quais estão:

- Temperatura do ar de entrada/Velocidade do ar de entrada/umidade do ar de fluidização – estas variáveis influenciam diretamente na velocidade de evaporação do agente de recobrimento e influenciam significativamente a formação da película que reveste a partícula.
- Vazão da suspensão aspergida – A vazão da suspensão aspergida é definida diante dos fatores: velocidade de evaporação, capacidade de adesão da suspensão à partícula e o tempo de residência das partículas na zona de atomização do leito.
- Pressão de atomização – A pressão de atomização determina o tamanho das gotículas aspergidas, sendo que o tamanho das gotículas também é dependente das propriedades físicas da suspensão (viscosidade e tensão superficial).

O principal papel da aglomeração é o aumento do número de partículas. Na indústria alimentícia, por exemplo, a principal finalidade da aglomeração é transformar sólidos em partículas aglomeradas porosas para torná-los instantâneo, que é a propriedade de fácil reconstituição em água ou noutro líquido. O processo ocorre devido à colisão e adesão entre as partículas individuais ou a formação de camadas sucessivas sobre um núcleo. Outros mecanismos comuns são a cristalização e formação por ponte (MUJUMDAR *et al.*, 2014).

A maioria dos processos de aglomeração utilizam partículas em suspensão. O mecanismo de granulação acontece em várias etapas, como descrito por IVESON *et al.* (2001) e mostrada na Figura 2.7. A etapa se inicia, com a nucleação, que consiste na suspensão entrando em contato com o leito de partículas, onde o contato das gotas com partículas produz núcleos. A situação mais favorável para a nucleação é quando cada gota forma um nucleose. A dinâmica de formação de núcleo é um pouco complexa e depende de vários fatores tais como o diâmetro e o número de gotículas de ligação, taxa da vazão da suspensão, o tempo para cada gota para atingir a superfície da partícula, e a pulverização (atomização) de gotas apropriado para evitar grumos.

Se as etapas de molhabilidade e de nucleação forem realizadas com cuidado, as características de densidade e tamanho de grânulo serão controladas mediante a consolidação e a coalescência. Uma vez que o grânulo de consolidação depende diretamente da deformação de grânulo causado pelo impacto e de atrito entre partículas, esta etapa de consolidação é função das forças de colisão e as propriedades mecânicas das partículas.

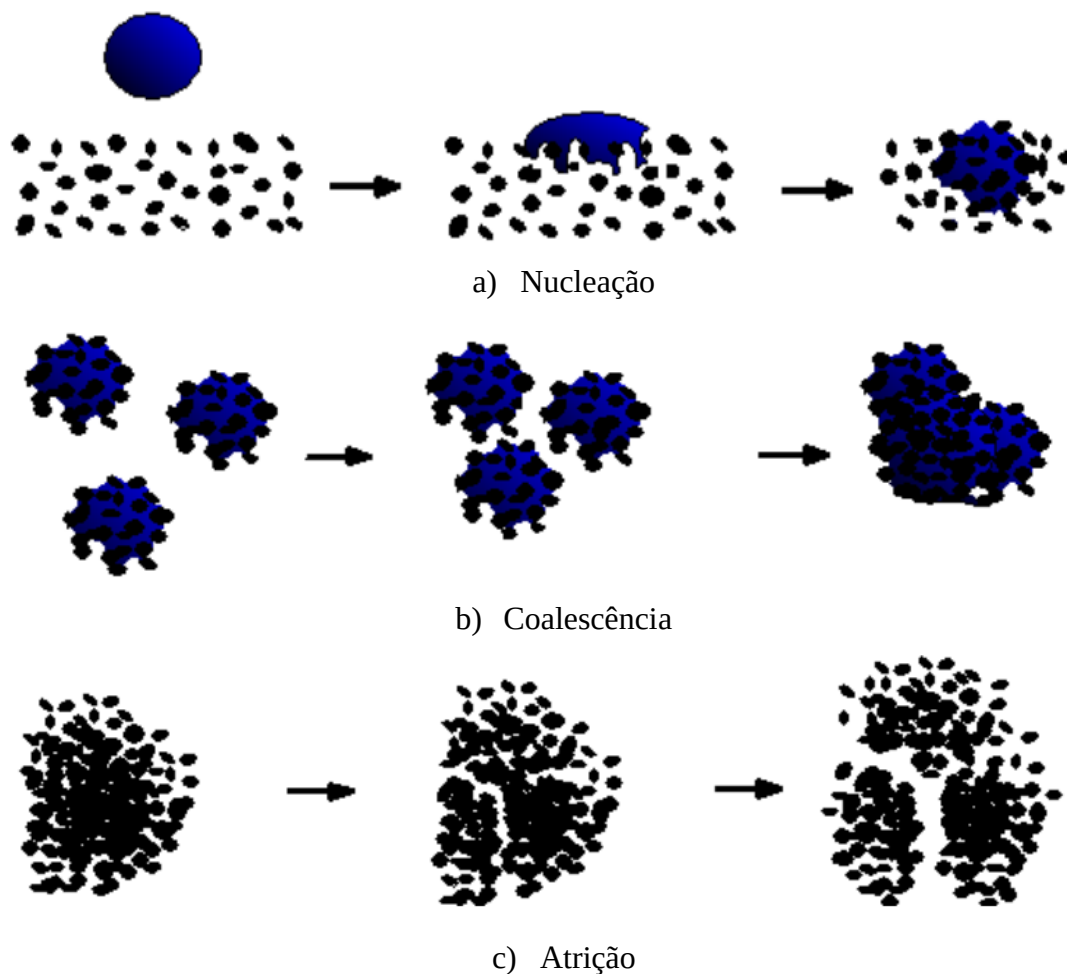


Figura 2.7. Mecanismo de aglomeração. Adaptado de IVESON *et al.* (2001)

Como mencionado anteriormente, a repetição contínua as etapas de molhabilidade, de colisão e secagem acontece simultaneamente dentro do granulador resultando no crescimento das partículas. No entanto, quando a capacidade de secagem do granulador não for suficiente, a umidade aumenta drasticamente no interior do leito de partículas, levando, eventualmente, o processo de granulação a parar.

Por outro lado, o cuidado deve ser tomado quando a capacidade de secagem é muito alto, uma vez que o solvente pode evaporar antes da etapa de molhabilidade da partícula, reduzindo a eficiência aglomeração. Isto indica que o equilíbrio entre as etapas de secagem e de molhagem é necessário a fim de alcançar um processo de aglomeração controlado.

Portanto, a definição de parâmetros operacionais, tais como taxa de fluxo da suspensão, temperatura de secagem do gás e vazão, e umidade dentro do leito, é essencial uma vez que estes parâmetros produzem efeito direto sobre a qualidade do produto final.

Em leitos fluidizados, o atrito entre as partículas pode ser muito grave, de acordo com a dinâmica dos fluidos e características das partículas. Este fenômeno é indesejável na aglomeração, uma vez que o crescimento da partícula ficaria comprometido. Além disso, a aglomeração em leito fluidizado é normalmente levada a cabo utilizando uma solução de ligante ou de uma aspersão de água simples para molhar as partículas. Em ambos os casos, a qualidade do produto final está estreitamente dependente dos parâmetros de operação (incluindo as variáveis de dinâmica de fluidos), bem como as características dos sólidos e da suspensão.

Por exemplo, a termodinâmica do umedecimento das partículas é da maior importância. O ângulo de contato entre partículas e suspensão define se a molhabilidade é energeticamente favorável. A molhabilidade de um sólido por um líquido pode ser quantificada pelo ângulo de contato, em nível macroscópico, obtido a partir do equilíbrio entre as tensões superficiais do sistema sólido-líquido-gás (DECKER *et al.*, 1999, SOBCZAR e ASTHANA, 2000).

PONT *et al.* (2001) estudaram o efeito do ângulo de contato em partículas hidrófobas, parcialmente hidrofóbicas e não-hidrofóbicas e descobriram que este parâmetro interfacial entre sólido e a suspensão apresenta maior influência mediante granulação do que a viscosidade da suspensão.

O revestimento de filme tem sido desenvolvido como uma alternativa para melhorar o desempenho de revestimento com suspensões de revestimento à base de açúcar. Basicamente, consiste na deposição de um filme polimérico fino e homogêneo em superfícies de partículas (FREIRE e SILVEIRA, 2009). As principais vantagens de adicionar um revestimento para partículas são: uma pequena variação de peso, tamanho e forma do produto final; um curto espaço de tempo de processamento e uma eficiência elevada para o revestimento, e uma boa resistência ao revestimento.

Revestimento por filme (película) está longe de ser um processo simples, por envolver várias etapas com dinâmicas próprias. O processo começa com a formação de gotículas de material de revestimento, como mostrado na Figura 2.8. O tamanho das gotículas é muito importante, uma vez que uma gota muito grande pode causar o aparecimento de aglomerados ou protuberâncias e, uma gota muito pequena pode secar antes de atingir a superfície das partículas. A seguir, a difusão do material de revestimento sobre as partículas e o seu contato com as partículas dependem da molhabilidade da superfície sólido pelo líquido. Além disso, a viscosidade do revestimento em suspensão ou reologia desempenha um papel importante sobre a

película, tanto na aspersão quanto nas características de atomização, que influência no tamanho das gotículas e o ângulo de pulverização.

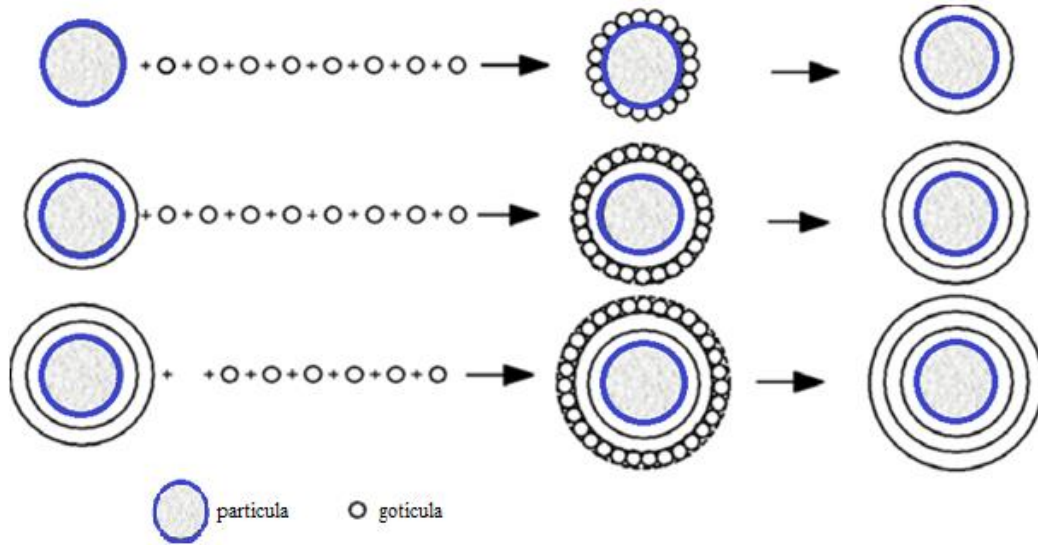


Figura 2.8. Dinâmica da formação de filmes. **Adaptado:** MUJUMDAR *et al.* (2014)

2.3.3. Reologia

O comportamento reológico dos fluidos é descrito na literatura através de modelos empíricos que correlacionam a tensão de cisalhamento com a taxa de deformação. A reologia da suspensão é um aspecto muito importante no processo de sua atomização sobre as partículas. Segundo FILKOVA e CEDIK (1984), a qualidade de um sistema de dispersão gás-líquido é afetada pelas seguintes propriedades físicas do líquido: densidade, tensão superficial e viscosidade (reologia), sendo o efeito viscoso predominante. As curva de fluxo podem ser ajustados aos modelos matemáticos contidos em BIRD *et al.* (1987) de Bingham, Casson, Ostwal de Waele, Herschel-Bulkley e Robert Stiff, descritos pelas Equações (2.2) a (2.6), respectivamente.

$$\tau = \tau_0 + k\gamma \quad (2.2)$$

$$\sqrt{\tau} = \sqrt{\tau_0} + \sqrt{\mu_p \gamma} \quad (2.3)$$

$$\tau = k\gamma^n \quad (2.4)$$

$$\tau = \tau_0 + k\gamma^n \quad (2.5)$$

$$\tau = k(\gamma_0 + \gamma)^n \quad (2.6)$$

Os modelos apresentam parâmetros reológicos como: τ_0 que é a tensão limite mínima necessária para o fluido escoar, γ é a taxa de deformação, γ_0 é o fator de correção da taxa de deformação, μ_p é a viscosidade plástica, k o índice de consistência e n o índice de comportamento. Se $n < 1$ o fluido é pseudoplástico e se $n > 1$ o fluido é dilatante. Suspensões e soluções poliméricas, muito comuns na indústria de processamento de alimentos e química, são exemplos de fluidos pseudoplásticos e dilatantes.

2.4. MÉTODOS APLICADOS NO RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS

2.4.1. Drageadeiras

A drageadeira convencional consiste em uma técnica tradicional de aplicação no recobrimento de partículas. As partículas são colocadas dentro de uma panela que gira em torno de um eixo levemente inclinado (Figura 2.9).

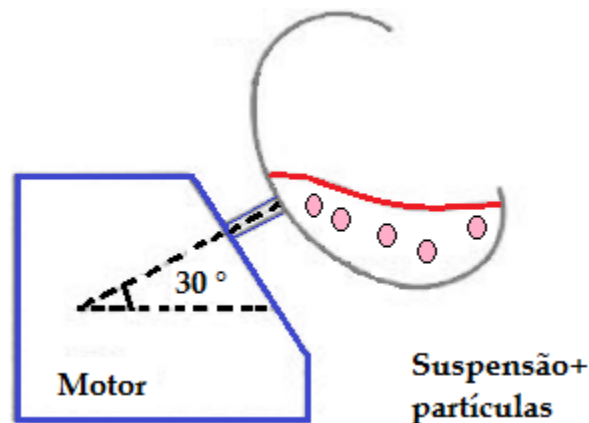


Figura 2.9. Esquema de drageadeira convencional. Adaptado: SENAI (2010).

A alimentação de sólidos e do agente de recobrimento é feita por uma abertura existente na face da drageadeira. A suspensão é atomizada sobre as partículas e a secagem é realizada pela passagem de ar quente. Deixa-se passar um tempo suficiente para que ocorra a mistura das partículas e a dispersão do líquido (FREIRE e OLIVEIRA, 1992). Este método de recobrimento é o mais utilizado no revestimento de drágeas e comprimidos, mas vêm sendo substituídas pelos leitos tipo *Würster* quando se trata da operação de recobrimento de grânulos.

2.4.2. Leitos móveis

O processo de recobrimento se torna complexo em leitos móveis devido à ação de forças de coesão resultante de pontes líquidas entre as partículas acarretando problemas de aglomeração de partículas e uma baixa eficiência no contato gás-sólido. Sendo que as forças coesivas sobre a fluidodinâmica de partículas podem afetar o fluxo de gás no leito no leito, levando a aglomeração descontrolada de partículas e a um contato gás-sólido ruim (PASSOS e MUJUMDAR, 2000). Estudando a influência das propriedades vazão da solução de recobrimento, influenciando o aumento na espessura da camada e na forma da partícula.

A característica da partícula a ser recoberta também pode influenciar na qualidade do recobrimento, destacando-se:

- propriedades físicas: características como forma, tamanho, coesividade, estática, e outros, influenciam a fluidodinâmica do leito, afetando a distribuição e secagem do recobrimento.

- molhabilidade: o sucesso da operação de recobrimento depende da molhabilidade da gota de suspensão sobre a superfície da partícula, sendo diretamente dependente das características da superfície do sólido e da tensão superficial do líquido, através do ângulo de contato.

O recobrimento em leito fluidizado (Figura 2.10) é um processo dinâmico e complexo, que consiste essencialmente na aspersão de uma suspensão de recobrimento, sobre o leito de sólidos movimentado por uma corrente gasosa ascendente. Esta suspensão, num processo simultâneo de umidificação e secagem, envolve a superfície das partículas formando uma camada uniforme sobre as mesmas (COSTA, 2010).

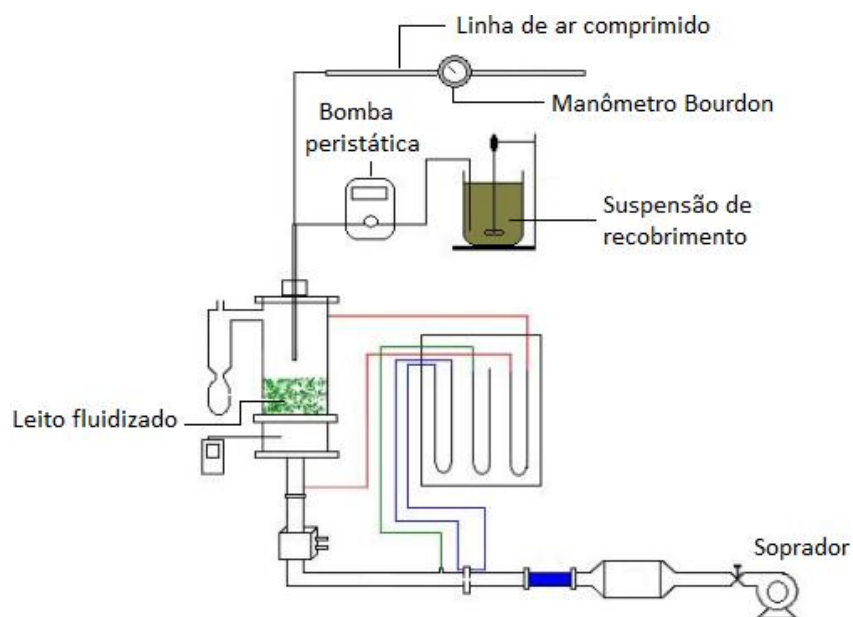


Figura 2.10. Esquema do sistema recobrimento em leito fluidizado. **Fonte:** COSTA (2010)

A utilização de um leito de jorro para a produção de grãos de tamanhos milimétricos, partindo-se de suspensões, foi primeiramente proposta por BERQUIN (1961) que, seis anos mais tarde registrou uma patente sobre o assunto na França (BERQUIN, 1966). Neste processo, uma fase líquida é injetada na base do leito de partículas do material a ser granulado, juntamente com o gás de entrada aquecido.

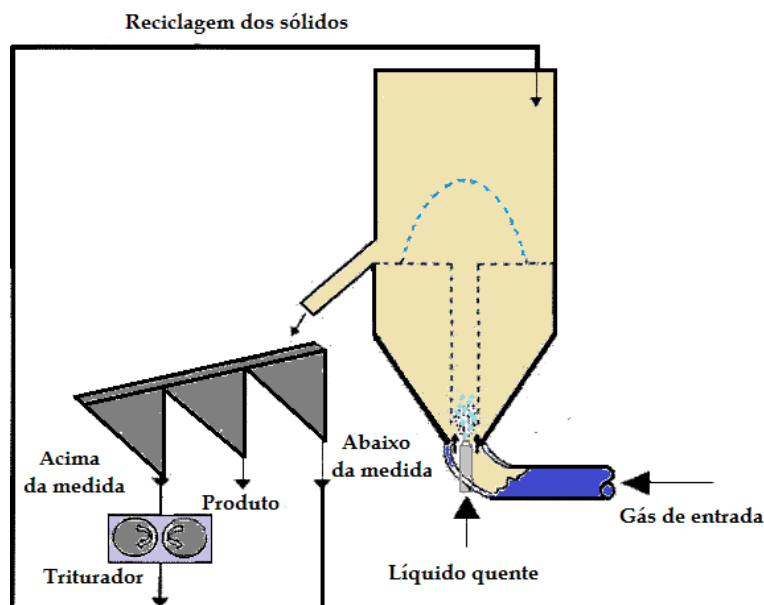


Figura 2.11. Processo de granulação em um sistema de leito de jorro. **Fonte:** BERQUIN (1966)

A Figura 2.11 apresenta o esquema do sistema de granulação, incluindo um arranjo para reciclo do material abaixo e acima do especificado. No qual, uma fina camada do líquido é depositada sobre as partículas em seu movimento cíclico à medida que passam através do líquido atomizado. A camada líquida é seca pela ação do gás quente enquanto as partículas movimentam-se para cima na região de jorro e para baixo na região anular. Assim sendo, uma nova partícula se forma através de um mecanismo de crescimento camada por camada devido ao movimento cíclico das partículas. Cada camada pode ser seca antes da deposição da próxima camada.

WÜRSTER (1953) aplicou o princípio de formação do jorro e empregou no processo de recobrimentos de comprimidos. No qual um tubo interno foi acoplado nos limites das fases diluída e densa para evitar a colisão das partículas entre essas duas fases. Que gerou um movimento cíclico das partículas é então estabelecido e o recobrimento é realizado através de um bico de pulverização acoplado na base da fase diluída, propiciando excelentes condições de secagem, este processo foi conhecido como processo *Würster* (Figura 2.12).

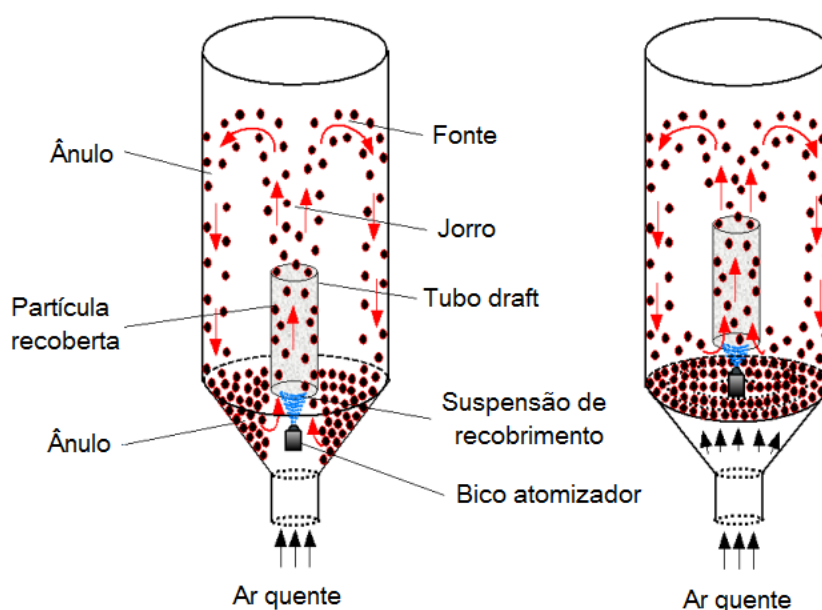


Figura 2.12. Esquema do processo *Würster*. **Adaptado:** MUJUMDAR *et al.* (2014)

MANN (1983) realizou recobrimento de partículas utilizando um leito de jorro com tubo interno e bico atomizador localizado na região central do fundo do leito, operando em batelada. A análise do desempenho do recobrimento foi baseada na descrição da história das partículas dentro do leito, assumindo que o sistema está em

estado estacionário, ou seja, a circulação e o fluxo das partículas mantêm-se constante e as propriedades das partículas não mudam durante a operação de recobrimento.

Segundo MANN (1983), os parâmetros que mais afetam o processo de recobrimento podem ser divididos em três categorias:

1ª - Parâmetros das partículas e da solução de recobrimento: O tamanho e forma e as propriedades da solução de recobrimento têm pouca influência no processo de recobrimento. Mas eles impõem restrições às condições operacionais, tais como: temperatura do ar de secagem e controle do fluxo de ar do jorro para evitar atrito excessivo entre as partículas.

2ª - Parâmetros do equipamento: nesta categoria destacam-se, principalmente, os parâmetros de projetos, que são: as dimensões e a configuração do leito de jorro; tipo e tamanho do bico atomizador e a capacidade de carga das partículas por batelada. Estes são definidos de acordo com o objetivo que se quer alcançar. Estes parâmetros não podem ser ajustados durante a corrida, mas podem ser modificados dentro de certo limite de uma corrida para outra.

3ª - Parâmetros operacionais: Neste caso, os parâmetros podem ser ajustados durante o processo, como a taxa de vazão de ar de jorro, taxa da vazão da solução de recobrimento e o tempo do processo.

2.5. LEITO DE JORRO

2.5.1. Considerações Gerais

O leito de jorro foi um sistema desenvolvido a partir do leito fluidizado por GISHLER e MATHUR (1954), ao testar a secagem de trigo. O primeiro leito de jorro comercial foi instalado em 1962 no Canadá, para secagem de ervilhas e lentilhas, e desde então, unidades de leito de jorro são instaladas em vários países para uma variedade de outras aplicações, incluindo cristalização evaporativa, granulação, mistura de sólidos, resfriamento e recobrimento de partículas (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

Em particular, o recobrimento de partículas em leitos fluidizados e de leito de jorro apresenta muitas vantagens sobre outros métodos, entre as quais se pode destacar uma maior homogeneidade do produto final devido ao grau elevado de mistura dos sólidos no interior do leito em questão e elevadas taxas de transferências de massa e calor no mesmo (DEWETTINCK e HUYGHEBAERT, 1999, LOPES, 2007).

2.5.2. Características fluidodinâmicas

O jorro é um fenômeno observável, que depende de várias combinações como velocidade do gás, características das partículas sólidas e configurações geométricas do vaso. Fixando-se alguns dados como tipo da partícula e seu diâmetro (d_p), dimensões do vaso como diâmetro da entrada de ar (D_i) e diâmetro do leito cilíndrico (D_c), tipo do fluido injetado (ar), é possível traçar um gráfico com dados experimentais de altura do leito versus velocidade superficial do gás, obtendo-se informações importantes sobre o regime, conforme representado na Figura 2.13, ilustrado em MATHUR e EPSTEIN (1974).

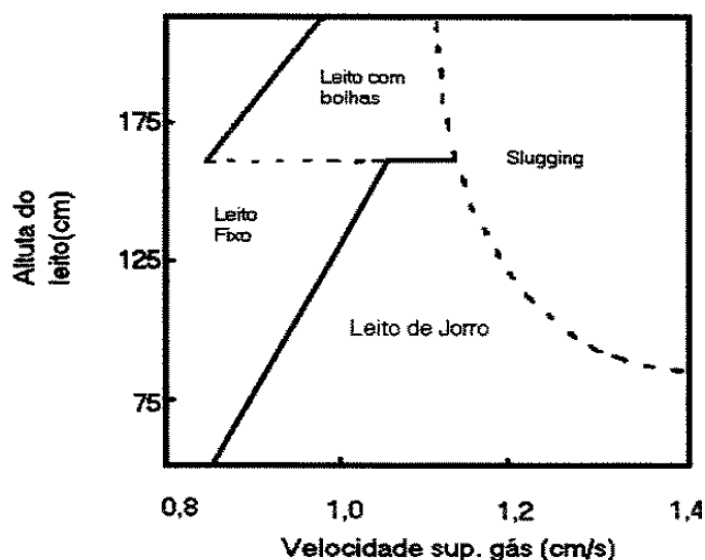


Figura 2.13. Regime para o trigo. Fonte: MATHUR e EPSTEIN (1974)

GELDART (1973) sugeriu a classificação de partículas sólidas em quatro grupos diferentes, caracterizados pela diferença de massa específica entre as partículas e o gás e pelo tamanho médio das partículas. A partir das observações experimentais desenvolvidas apresentou um diagrama (Figura 2.14), no qual se classifica como partícula do tipo jorro as pertencentes ao grupo D.

O leito de jorro (Figura 2.15) é composto por três regiões distintas, o jorro, o ânulo e a fonte, essas regiões são consequências de movimentos cíclicos dos sólidos que compõem o leito (MATHUR e EPSTEIN, 1974). O leito de jorro possui três geometrias clássicas: leito de jorro cônico, cilíndrico e cone-cilíndrico, que tem mostrado ser bastante eficiente como sistema de contato gás sólido, porém apresentam problemas de

ampliação de escala, ou seja, tem-se obtido um jorro estável apenas para uma faixa pequena de dimensão do equipamento.

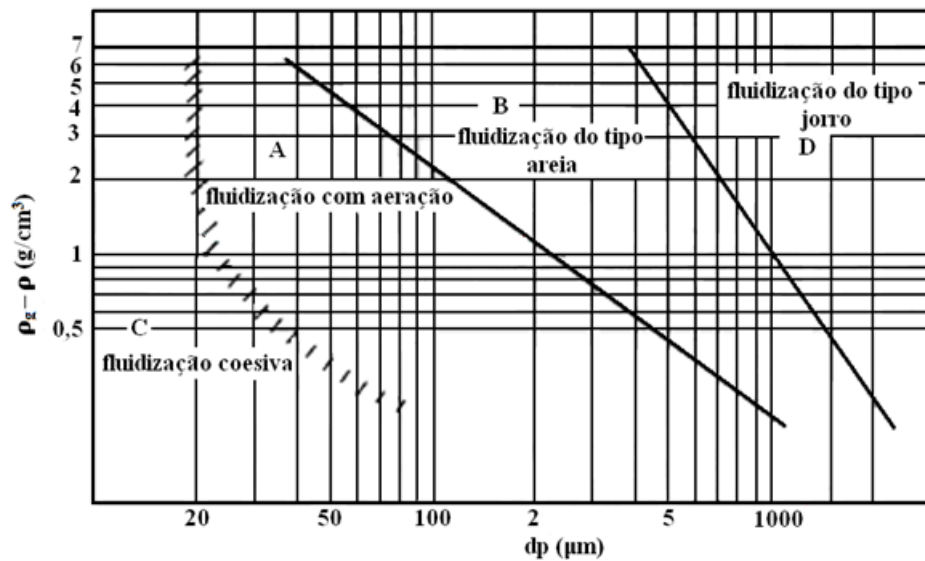


Figura 2.14. Diagrama de Geldart. **Fonte:** GELDART (1986)

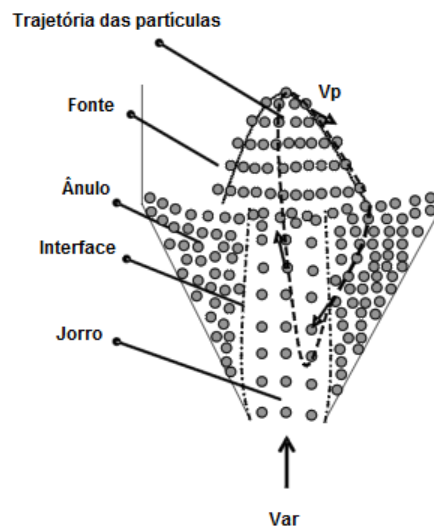


Figura 2.15. Esquema de um leito de jorro e suas regiões. **Fonte:** BACELOS e FREIRE (2009)

Algumas modificações são realizadas com intuito de minimizar esse problema, como o realizado por MUJUMDAR (1984), que propôs a geometria retangular com base inclinada, denominada de leito de jorro bidimensional. Segundo KUDRA *et al.* (1989), essa geometria é uma das mais promissoras modificações dos leitos convencionais, pois permite uma melhor circulação das partículas, evitando a formação de zonas mortas.

Pode-se descrever o mecanismo de transição do leito fixo até a instalação do comportamento do leito de jorro e identificar os parâmetros específicos analisando a Figura 2.16 que descreve algumas condições comportamentais observadas durante a fluidização em leito de jorro, concomitantemente, com o diagrama de curva fluidodinâmica em leito de jorro, Figura 2.17 (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

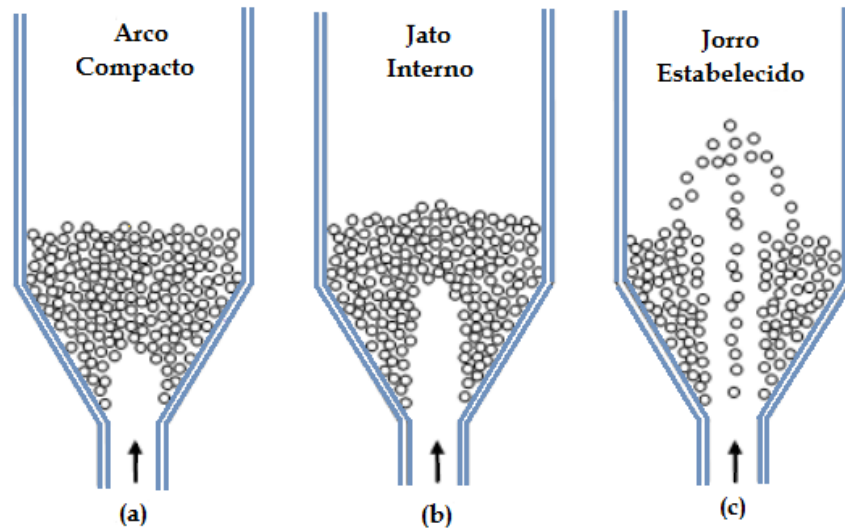


Figura 2.16. Diversas condições no desenvolvimento do regime de jorro. **Fonte:** BÉTTEGA (2009)

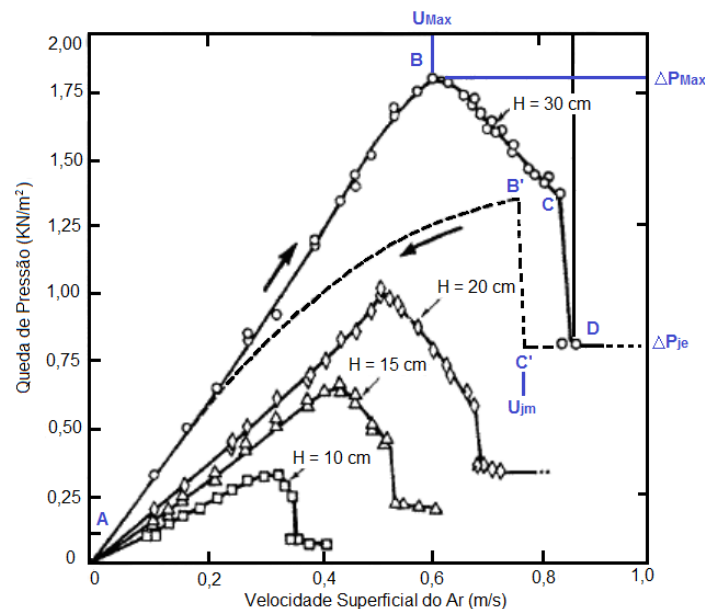


Figura 2.17. Descrição do fenômeno de fluidização. **Fonte:** BARBOSA (1994)

Segmento AB- A vazão do gás no início da fluidização não é suficiente para perturbar o leito de partículas, apenas percola sobre o leito de partículas, sem perturbá-las,

ocasionando um aumento da queda de pressão praticamente linear com o incremento da velocidade do gás (Figura 2.16);

Condição a – O aumento da velocidade do gás alcança um nível que começa a abrir caminhos entre as partículas localizadas na vizinhança de entrada do leito, formando uma pequena cavidade vazia pouco acima desta entrada, comprimindo as partículas em torno desta cavidade contra o restante do leito, formando um arco compacto que oferece uma resistência maior para o fluido escoar e faz com que a queda de pressão do leito continue a aumentar (Figura 2.15a).

Condição b - Ponto B – O aumento da vazão é aumentada até que força evolua para um jato interno, visualizado pela condição b. A compactação do arco de sólidos acima do jorro interno aumenta a tal ponto que a queda de pressão através do leito atinge o valor máximo ($\Delta P_{\max}$) no ponto B (Figura 2.16).

Segmento BC – A vazão do gás alcança a condição limite que o jato interno começa a romper a coesão interpartículas do leito, diminuindo a queda de pressão (Figura 2.16).

Ponto C – Em torno do ponto C, ocorre uma expansão significativa do leito proporcionada pelo deslocamento de sólidos da região central que causa uma diminuição da queda de pressão.

Ponto C – O jorro incipiente ocorre a um pequeno incremento da velocidade do gás, entretanto, podem ocorrer oscilações acentuadas de pressão devido ao surgimento ocasional do jorro no topo leito.

Condição c - Segmento CD – Com apenas um pequeno acréscimo na vazão de gás além do ponto C, o jorro interno rompe a superfície do leito. A concentração de sólidos na região acima do jorro interno decresce abruptamente, causando uma considerável redução na queda de pressão para o ponto D, no qual se dá início o regime de jorro contínuo (Figura 2.15c).

Ponto D – A partir deste ponto o aumento da velocidade de gás causa elevação da fonte sem variações significativas da queda de pressão (ΔP_{jorro}). A quantidade adicional de fluido simplesmente atravessa a região de jorro, uma vez que esse representa o trajeto que oferece menor resistência ao escoamento.

Segmento DC' - Ponto C' – Ao diminuir a velocidade do gás, observa-se que a altura da fonte tende a diminuir até o ponto de velocidade de jorro mínimo (U_{mj}) representado na Figura 2.16 pelo ponto C'.

Segmento C'B' – A diminuição da velocidade do gás além do ponto C' leva ao colapso do jorro, o que causa um aumento repentino na queda de pressão para o ponto B'.

Segmento B'A – A baixa velocidade do gás a partir do ponto B' não é suficiente para manter o jorro de partículas retornando o leito a condição inicial, apresentando inicialmente o arco compacto até a completa compactação do leito.

Basicamente, o regime do leito de jorro depende diretamente da vazão do gás, do tamanho, forma e massa específica das partículas e da altura do leito. É possível estabelecer um valor máximo para essa altura, que é função dos parâmetros geométricos do leito, de modo a garantir jorro estável.

2.5.3. Trabalhos de recobrimento em leitos móveis

ROCHA *et al.* (2014) – Taxa de evaporação em função do processo de recobrimento de grânulos de quebra pedra

Objetivou-se, neste trabalho, avaliar o efeito das variáveis do processo de recobrimento de grânulos de quebra pedra (*Phyllanthus niruri* L.) com suspensão polimérica em secador de leito de jorro convencional sobre a taxa de evaporação. Os grânulos foram obtidos a partir do processo de granulação por via úmida do extrato seco de quebra pedra e, como ligante, o PVP-K30. A suspensão polimérica à base de Eudragit® foi atomizada sobre o leito de partículas. Foi realizado um delineamento composto central rotacional (DCCR) simétrico e de segunda ordem constituído de um fatorial 2^3 , com 8 ensaios, 3 pontos centrais e 6 pontos axiais, totalizando 17 experimentos. Os resultados mostraram que a vazão de suspensão influencia positivamente a taxa de evaporação. As variáveis pressão e temperatura não apresentaram influência significativa na taxa de evaporação. Foram encontrados modelos estatisticamente significativos e preditivos para taxa de evaporação. Em se tratando das interações entre as variáveis do processo observa-se que vazão/temperatura, pressão/vazão e pressão/temperatura exercem efeito significativo sobre a taxa de evaporação.

ROCHA *et al.* (2011) – Avaliação do recobrimento de grânulos de quebra-pedra (*Phyllanthus niruri* L.) em leito de jorro - cinética de liberação de flavonóides

O objetivo deste trabalho foi o estudo do processo de dissolução *in vitro* de grânulos recobertos de quebra-pedra (*Phyllanthus niruri* L.) revestidos com suspensão polimérica de Eudragit L-30D-55®, em leito de jorro. O princípio ativo avaliado foi o

teor de flavonóides totais. Os grânulos foram obtidos a partir do processo de granulação por via úmida do extrato seco de quebra pedra, utilizando como ligante o Polivinilpirrolidona (PVP-K30). Para o recobrimento utilizou-se um sistema de revestimento em leito de jorro convencional e a suspensão polimérica de Eudragit L-30D-55® foi atomizada sobre o leito de partículas, através do bico atomizador de duplo-fluido, localizado na parte superior da coluna. O experimento foi realizado grânulos formados por partículas com distribuição granulométrica variando de 1,7 a 3,35 mm. O teste de dissolução foi realizado como descrito na Farmacopéia Americana (USP, 2005), (método da pá, rotação de 100 rpm, temperatura de $37^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$) para avaliação de formas farmacêuticas de liberação gastro-resistentes. Os resultados mostraram que o revestimento em leito de jorro formou uma camada uniforme na superfície dos grânulos e é uma alternativa viável para modificar o perfil de liberação de formas farmacêuticas granulares. O percentual de flavonóides liberados ocorreu após 120 minutos no meio alcalino e tende a reduzir com o aumento de massa dos grânulos.

COSTA (2010) – Caracterização e análise experimental do recobrimento de sementes de jambu (*spilanthes oleracea*) em leito fluidizado

O objetivo do trabalho foi efetuar a caracterização física e contribuir com o desenvolvimento do processo de recobrimento de sementes de jambu em leito fluidizado. Planejamento experimental e análise estatística dos resultados foram empregados para quantificar a influência da vazão da suspensão de recobrimento (W_s) e da vazão do ar de entrada (W_{ar}), sobre a eficiência de recobrimento (η), crescimento relativo das partículas (ϕ), perdas por elutriação (P_E) e germinação (G). A estimativa do ponto ótimo de operação foi determinada em função das variáveis de entrada aplicando o conceito de desejabilidade global. Observou-se que as variáveis W_s e W_{ar} , dentro da faixa estudada, influenciaram nas respostas consideradas. Dentre as condições estabelecidas neste trabalho, o valor ótimo da Função Desejabilidade é quando W_s é deslocada para o nível médio (6,4 mL/min) e W_{ar} para o mínimo (0,89 kg/s), obtendo assim 45,1% para η ; 26,7% para ϕ ; 82,4% para G e 46,5% para P_E . Foram também determinadas as propriedades físicas e termodinâmicas das sementes de jambu *in natura*, submetidas ao processo de adsorção e dessorção de umidade nas temperaturas de 20, 30 e 40 °C. Os dados experimentais foram avaliados usando seis diferentes modelos matemáticos.

GUERREIRO e MENEGALLI (2009) – Aglomeração de polpa de acerola e proteína isolada de soja em pó em leito fluidizado cônico e pulsado

O objetivo deste trabalho foi estudar as mudanças nas propriedades físicas de polpa de acerola e de proteína isolada de soja em pó após o processo de aglomeração em leito fluidizado cônico, e verificar os efeitos do uso de diferentes frequências de pulsação do ar fluidizante durante o processo de aglomeração. A pulsação do ar foi realizada por meio da rotação de uma válvula esfera, instalada abaixo da placa distribuidora de ar. As condições ótimas de processo e os perfis de aumento de tamanho de partículas foram obtidos por meio de planejamentos experimentais e de ensaios de cinéticas de aglomeração. As variáveis de processo estudadas foram o tempo de processo, velocidade e temperatura do ar fluidizante, vazão de líquido ligante, pressão de atomização, altura do bico aspersor e massa de amostra. O produto aglomerado foi caracterizado pelos testes de diâmetro médio e distribuição de tamanho de partículas, tempo de instantaneização, solubilidade, morfologia e conteúdo de umidade. Durante a aglomeração, as partículas da matéria prima coalescem, formando grânulos grossos.

DONINA (2004) – Análise das influências das características do sólido e da suspensão no processo de recobrimento em leito de jorro

O objetivo deste trabalho é analisar o desempenho do processo de recobrimento em leito de jorro verificando as influências das características do sólido (tamanho, forma, densidade, porosidade, e ângulo de contato) e da suspensão (densidade, reologia, tensão superficial e molhabilidade). Para este estudo foram utilizados diferentes tipos de partículas (esferas de vidro, placebos, poliestireno, etc.) e diferentes formulações de suspensões poliméricas aquosas que ofereçam a variação das características, do sólido e da suspensão, que influenciam o processo. O recobrimento foi realizado em leito de jorro, em condições operacionais pré-fixadas, para cada conjunto partícula-suspensão, mantendo estabilidade fluidodinâmica do leito para as diferentes partículas. Para quantificar a influência das características do sólido e da suspensão no processo de recobrimento foram avaliadas a taxa de crescimento, a eficiência e a qualidade do recobrimento (superfície, distribuição do filme, porosidade).

COSTA (2003) – Peletização de sementes de brócolos em leito de jorro cônico

O objetivo principal do trabalho foi aumentar o tamanho e modificar o formato das sementes, para facilitar a semeadura manual ou mecanizada. Utilizou-se para tanto, uma suspensão aquosa de argila, resultando em sementes peletizadas com tamanho e formato comerciais, apresentando vigor e poder germinativo preservado. A esfericidade das partículas aumentou com o tempo de granulação em todos os ensaios experimentais. O aumento médio foi de aproximadamente 10,3%. Os experimentos foram realizados segundo técnicas de planejamento de experimentos, efetuando-se a análise dos resultados mediante a Metodologia de Superfície de Resposta. A quantificação dos efeitos da vazão de suspensão, entre 4 e 8 mL/min, temperatura do ar de entrada, entre 40 e 60°C, concentração de sólidos na suspensão, entre 17 e 22%, foi útil para o desenvolvimento de modelos estatísticos. Com os modelos empíricos obtidos e com o auxílio da Função Desejabilidade Global, foi feita uma otimização numérica para estimar as melhores condições de operação do processo nos intervalos das variáveis independentes.

2.6. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Segundo NEVES e SCHVARTZMAN (2002), o planejamento experimental é uma ferramenta poderosa para estudar o efeito conjunto de vários fatores sobre uma variável de resposta de interesse. Uma das técnicas mais conhecidas é o planejamento fatorial, no qual estão envolvidos k fatores (ou variáveis) cada um deles presente em diferentes níveis. O caso mais simples é aquele em que cada fator k está presente em apenas 2 níveis. Na realização de um experimento com k fatores em dois níveis, são feitas $2 \times 2 \times \dots \times 2$ (k vezes) = 2^k observações da variável de resposta e, portanto, este planejamento é denominado experimento fatorial 2^k .

O sistema atua como uma função desconhecida que opera sobre as variáveis de entrada, os fatores, e produz como saída às respostas observadas. Esquematicamente um número de fatores k atuando sobre o sistema em estudo, produzindo as respostas $R_1, R_2, \dots, R_j$ (Figura 2.18). O objetivo do planejamento experimental é descobrir essa função, ou obter uma aproximação satisfatória para ela. Com conhecimento desta função poderá determinar as melhores condições de operação do sistema (BARROS NETO *et al.*, 1995).

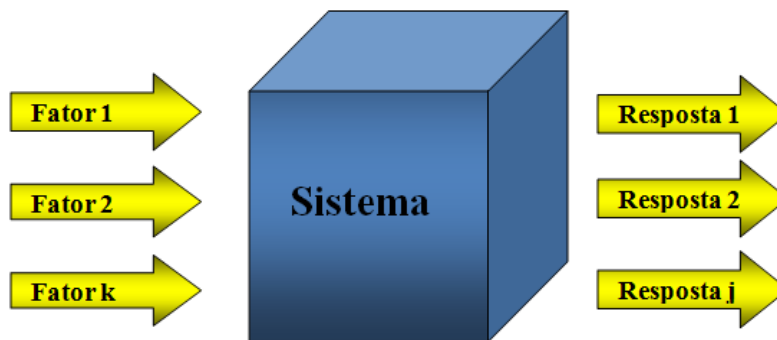


Figura 2.18. Sistema representando uma função ligando os fatores às respostas. **Fonte:** BARROS NETO *et al.* (1995)

2.6.1. Planejamento fatorial

O planejamento fatorial tem sido muito aplicado em pesquisas básicas e tecnologias e é classificado como um método do tipo simultâneo, onde as variáveis de interesse que realmente apresentam influências significativas na resposta são avaliadas ao mesmo tempo.

Para realizar um planejamento fatorial, escolhem-se a serem estudadas e efetuam-se experimentos em diferentes níveis desses fatores. De um modo geral, o planejamento fatorial pode ser representado por n^k , onde “k” é o número de fatores, “n” é o número de níveis escolhidos. Isso apenas acontece com n igual para todos os fatores (VIEIRA, 1999).

Segundo VIEIRA (1999), os planejamentos do tipo 2^k são os mais comuns. Um dos aspectos favoráveis deste tipo de planejamento é a realização de poucos experimentos. Torna-se óbvio que com um número reduzido de níveis não é possível explorara de maneira completa uma grande região das variáveis. Entretanto, pode-se observar tendências importantes para a realização de investigações posteriores.

MONTGOMERY (2001) relata algumas vantagens na utilização do experimento fatorial, são essas:

- Apresentam mais eficiência se comparado com experimentos que usam apenas um fator;
- Apontam efeitos principais e interações entre os fatores;
- Conseguem estimar o efeito de um fator em diferentes níveis de outros fatores, aumentando os limites de validade da análise dos experimentos.

2.6.2. Planejamento fatorial composto central

Os planejamentos compostos foram apresentados como uma evolução dos planejamentos 3^3 . O planejamento composto central (PCC) foi introduzido por BOX e WILSON (1951), é considerado como um dos planejamentos mais populares para o ajuste de modelos de superfície de resposta. A classe de planejamento rotacionável mais usado para ajustar modelos que compreendam efeitos de primeira ordem (linear), de interação e de segunda ordem (quadrático) é o planejamento composto central, considerado como ótimo (MATEUS e CONAGIN, 2001).

Segundo NETO *et al.* (2003) o planejamento composto central é dividido em três partes: 1ª - A fatorial (ou cúbica), contendo um total de n_{fat} pontos coordenadas como $(x_1, ..., x_k)$, para todos os $i=1, ..., k$;

2ª - A axial (ou estrela), formada por $n_{ax} = 2k$ pontos com todas as coordenadas nulas exceto uma, que é igual a um certo valor α (ou $-\alpha$);

3ª - Um total de n_{centr} ensaios realizados no ponto central, onde, é claro, $x_1 = ... x_k = 0$.

Para realizar o planejamento composto central é necessário estabelecer diretrizes em cada parte do planejamento, sendo necessário decidir quantos e quais os pontos cúbicos, calcular o valor estabelecido por α e por fim quantas repetições no ponto central utilizar (NETO *et al.*, 2003).

2.7. FUNÇÃO DESEJABILIDADE

HARREL *et al.* (2004) define a otimização como um processo de teste de diferentes combinações de valores para variáveis que podem ser controladas, com o intuito de alcançar uma combinação de valores que leve ao resultado desejado para a saída de um modelo de simulação. Segundo ZHANG *et al.* (2009), existem diversas ferramentas de otimização, mas aqui se destaca uma das mais utilizadas na indústria, o método desejabilidade.

O *Statistica* usa abordagem usada por DERRINGER e SUICH (1980), que propuseram o uso de funções *desirability*. A abordagem geral consiste em converter primeiro cada resposta Y_1 em função individual *desirability* d_k que varia em uma faixa de $0 \leq d_k \leq 1$. Se a resposta for aquela que se quer, $d_k = 1$ e se a resposta estiver fora da região aceitável, $d_k = 0$. Assim, as variáveis independentes são escolhidas de modo a maximizar a *desirability* global: (equação 2.7)

$$D = (d_1(Y_1) \times d_2(Y_2) \times \dots \times d_k(Y_k))^{1/k} \quad (2.7)$$

O ponto de ótimo geral do sistema é o ponto de ótimo alcançado pela maximização da média geométrica, dada pela Equação (2.7), calculada a partir das Funções Desejabilidade individuais. O algoritmo de DERRINGER e SUICH (1980) está sujeito ao tipo de otimização que se deseja para a resposta (maximização, normalização ou minimização), dos valores desejados (limites de especificação) e das respectivas importâncias de cada resposta (PAIVA, 2008). A Tabela 2.5 apresenta as características principais dos diferentes tipos de otimização possíveis com o método desejabilidade.

Tabela 2.5. Objetivos da Otimização no Método Desejabilidade

Objetivo	Características
Minimizar	O valor da Função Desejabilidade cresce enquanto que o valor da resposta original se aproxima de um valor alvo mínimo. Abaixo do alvo, d=1; acima do limite superior, d=0.
Normalizar	Quando a resposta se movimenta na direção do alvo, o valor da Função Desejabilidade cresce. Acima ou abaixo dos limites, d=0; no alvo d=1
Maximizar	O valor da Função Desejabilidade cresce quando o valor da resposta aumenta. Abaixo do limite inferior, d=0; acima do alvo, d=1.

Fonte: Paiva (2006)

MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. DESCRIÇÃO DAS ATIVIDADES REALIZADAS NA PESQUISA

As etapas da pesquisa desenvolvida estão sumarizadas na Figura 3.1, divididas em três etapas. Sendo que na 1ª etapa se realizaram as análises da caracterização das sementes de linhaça e do amido utilizado, os testes de obtenção do biofilme, determinação da suspensão de recobrimento, além do ajuste do sistema experimental. Na 2ª etapa ocorreu a execução do planejamento experimental, para que assim fossem analisadas as variáveis e suas influências que geraram os parâmetros analisados na Função Desejabilidade. Na 3ª etapa foi realizada a corrida ótima e a avaliação das sementes quanto a atividade de água.

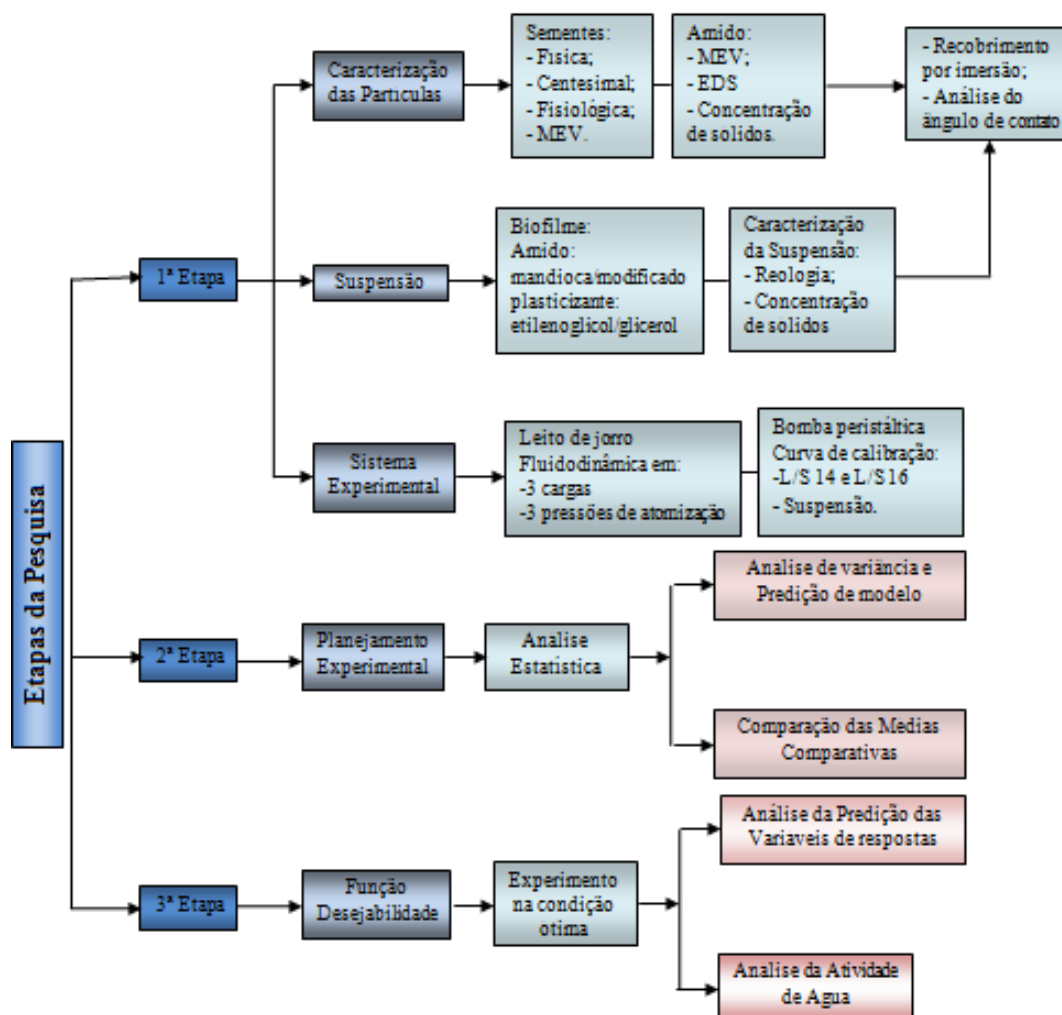


Figura 3.1. Descrição das etapas desenvolvidas na pesquisa

3.2. PARTÍCULA

3.2.1. Caracterização física

As sementes de linhaça (*Linum usitatissimum* L.), da variedade “Linseed” da cor marrom, foram adquiridas de pequenos produtores rurais de Giruá do Rio Grande do Sul no período de colheita de novembro de 2015. Elas foram expostas a uma pré-secagem, sob ventilação, para redução de umidade e direcionadas ao laboratório de secagem e recobrimento de partículas (LSRP) da FEQ/UFPA.

3.2.1.1. Diâmetro médio

O ensaio do diâmetro médio da semente de linhaça foi realizado no Laboratório de caracterização de partículas (LPC) determinado através de análise granulométrica (MCCABE *et al.*, 1993), com a utilização de peneiras do tipo *Tyler/Mesh* com a seguinte série de peneiras: 8, 9, 10 e 12 e de um agitador da marca Produtest, 220V-5A, onde as sementes permaneceram sob agitação por um período de 15 min. Os dados obtidos foram analisados com o auxílio da equação de *Sauter*, mostrada na Equação 3.1:

$$d_p = \frac{1}{\sum \Delta x / D_n} \quad (3.1)$$

3.2.1.2. Massa específica real, aparente e *bulk*

A determinação da massa específica real, aparente e a *bulk* das sementes de linhaça foi realizada em triplicata no Laboratório de Engenharia de Produtos Naturais (LEPRON) da FEQ/UFPA, as massas específicas: real e aparente através do método de picnometria de comparação, recomendado por WEBB e ORR (1997), já a massa específica *bulk* foi obtida utilizando-se balões volumétricos. A massa específica real exclui tanto os poros das partículas quanto os espaços interpartículas, ou seja, é a razão entre a massa e o volume real do produto (SINGH e HELDMAN, 2009).

A massa específica aparente, definida pela razão entre a massa de sólidos e o volume total das partículas, que inclui os poros, mas exclui os espaços interpartículas (MOHSENIN, 1970).

A massa específica *bulk*, é definida através da razão entre a massa de partículas e o volume que elas ocupam. A massa específica *bulk* depende da geometria, do tamanho

e das propriedades superficiais da partícula, uma vez que leva em consideração o volume de vazios (LEWIS, 1993), mas sempre será menor que a massa específica real da partícula, uma vez que considera o volume de vazio interpartículas.

Há duas definições para a massa específica *bulk*:

- A massa específica *bulk* solta: medida colocando os sólidos em leito de volume conhecido sem nenhuma vibração.
- A massa específica *bulk* empacotada: medida após vibração ou empacotamento dos sólidos do leito.

A massa específica *bulk* de um material depende tanto da massa específica do sólido quanto da geometria através da equação (3.2):

$$\rho_{bulk} = \frac{\text{massa das partículas}}{\text{Volume ocupado pelas partículas e o espaço vazio entre elas}} \quad (3.2)$$

3.2.1.3. Esfericidade

A Equação 3.3 foi utilizada para estimar a esfericidade, conforme descrito por PEÇANHA e MASSARANI (1986). A determinação foi realizada com o auxílio de um microscópio ótico marca DMI com aumento de 40 vezes, com retículo de 1 cm, subdividido em 10 mm, para a tomada do diâmetro circunscrito (D_{CC}) e inscrito (D_{IC}), e de um paquímetro para a tomada da espessura (e) da linhaça.

$$\phi = \frac{D_{IC}}{D_{CC}} \quad (3.3)$$

Para efeito de comparação foi também determinada a esfericidade através do método de MOHSENIN (1970), considerando-se a linhaça um elipsóide triaxial (Esquema 3.1). Este método assume que o volume de sementes é equivalente ao volume de um elipsóide triaxial e que o diâmetro da esfera circunscrita é igual ao maior eixo do elipsóide. A esfericidade é calculada através da média geométrica dos três eixos mutuamente perpendiculares do sólido pelo maior eixo (Equação 3.4).

$$\phi = \frac{\sqrt[3]{d_1 d_2 d_3}}{d_3} \quad (3.4)$$

3.2.1.4. Porosidade

A porosidade do leito fixo foi determinada a partir da relação entre a massa específica aparente e a massa específica *bulk*, Equação (3.5).

$$\varepsilon_{lf} = 1 - \frac{\rho_{bulk}}{\rho_{ap}} \quad (3.5)$$

A porosidade da partícula, definida pela razão entre o volume dos poros da partícula e o volume total da partícula, foi determinada a partir da relação entre as massas específicas aparente e real, de acordo com a Equação (3.6).

$$\varepsilon_p = 1 - \frac{\rho_{ap}}{\rho_{real}} \quad (3.6)$$

3.2.1.5. Ângulo de Repouso

O ângulo de repouso dinâmico é referente ao movimento superficial das partículas. Os testes foram realizados no Laboratório de caracterização de partículas (LCP), estimado pelo método do tambor rotativo, que permitiu classificar e caracterizar as partículas quanto a sua escoabilidade, de acordo com a Tabela 3.1, (WOUTERS e GELDART, 1996, JONG *et al.*, 1999). Foram executadas 10 medidas experimentais para a estimativa do valor médio do referido ângulo.

Tabela 3.1. Comportamento de escoabilidade de sólidos em relação ao ângulo de repouso

Ângulo de Repouso (°)	Escoabilidade
> 60	Sem fluidez
> 60	Coesivo
60 – 45	Fluidez regular
45 – 30	Boa fluidez
30 – 10	Excelente fluidez
<10	Aerado

3.2.2. Caracterização de composição centesimal

As análises descritas a seguir foram realizadas em triplicata no Laboratório de de análises físico químicas(labFQ), conduzidas com a finalidade de caracterizar as sementes quanto a sua composição centesimal por meio de métodos padronizados, seguindo a norma do Instituto Adolfo Lutz (1985):

3.2.2.1. Umidade

Para a determinação do conteúdo de umidade da linhaça *in natura* foi utilizado o método padrão descrito na norma analítica 4.5.1, cujo procedimento foi conduzido em triplicata e as massas de sementes pesadas em balança analítica da marca GEHAKA, modelo AG 200 com precisão de 0,0001 g. As massas foram postas em estufa com circulação de ar forçada, da marca FABRE a 105°C por 24 h, para a determinação da massa de sólido seco.

3.2.2.2. Proteína

A quantidade de proteína da linhaça *in natura* foi determinada através do método padrão descrita na norma analítica 4.12, utilizando um sistema digestor modelo TE 10013, marca Tecnal (Brasil) e um destilador de nitrogênio MA-036, marca Marconi (Brasil).

3.2.2.3. Resíduo mineral fixo

Na determinação do resíduo mineral fixo das sementes de linhaça foi conduzido a partir da incineração, a 550°C, em mufla elétrica de marca Quimis, modelo 318.24 de controle automático, conforme descrito na Norma Analítica 4.6.

3.2.2.4. Lipídios

Nos ensaios para a determinação do teor de lipídios utilizou-se aparelho de *Soxhlet* com o auxílio de uma bateria de aquecimento CT-340 da marca Logen e utilizando como solvente éter de petróleo, que foi rotaevaporado para a quantificação do teor de lipídio, segundo a Norma Analítica 4.6.

3.2.3. Caracterização qualitativa

As análises qualitativas foram realizadas no Laboratório de produtos naturais (Lepron) em ambiente controlado a temperatura de 25 °C por meio de métodos padronizados descritos por BRASIL (2009):

3.2.3.1. Pureza

Para a determinação da pureza das sementes de linhaça utilizou-se o método contido em BRASIL (2009), sendo que esta análise foi realizada com o número de repetições igual a 10, onde o processo resumia-se a pesagem de cerca de 1 g de sementes em balança analítica da marca GEHAKA, modelo AG 200 com precisão de 0,0001g, separando as sementes normais das impurezas/sementes quebradas e pesando novamente.

3.2.3.2. Peso de mil sementes

Conforme a metodologia descrita em BRASIL (2009), o peso de mil sementes foi determinado usando oito repetições de 100 sementes, proveniente da porção de sementes classificadas como normais do teste de pureza.

A partir da separação e descarte das sementes danificadas, pesaram-se grupos de 100 sementes sadias para estimar os desvios-padrão e assim quantificar a variabilidade da semente.

3.2.3.3. Germinação

Germinação de sementes em teste de laboratório é a emergência e desenvolvimento das estruturas essenciais do embrião, demonstrando sua aptidão para produzir uma planta normal sob condições favoráveis de campo (BRASIL, 2009).

Uma amostra do trabalho contendo 400 sementes foi retirada ao acaso e distribuída igualmente em quatro placas de germinação (gerbox). As placas “gerbox” continham papel de germinação, embebidas em 2 g de água destilada, esterilizado previamente em solução a 0,025% de cloro ativo em água.

As sementes foram postas uniformemente a uma distância de aproximadamente 1 cm, para minimizar a competição e contaminação entre elas. As placas foram tampadas e colocadas à temperatura ambiente por sete dias.

Para a determinação do percentual de sementes germinadas a contagem das plântulas foi feita diariamente, sendo consideradas todas aquelas que apresentaram desenvolvimento normal ou mesmo pequenos defeitos em suas estruturas, desde que mostrassem um desenvolvimento satisfatório, com todas as estruturas essenciais presentes. A duração do teste de germinação para espécie *Linum usitatissimum* é realizada a temperatura entre 20 a 30°C na contagem de sete dias e pode ser usado substrato de papel ou areia (BRASIL, 2009).

Para a determinação da porcentagem de germinação utilizou-se a Equação (3.7) citada por LABOURIAU e AGUDO (1987), descrita a seguir:

$$G = \frac{G_1 + G_2 + \dots + G_i}{G_t} \cdot 100 \quad (3.7)$$

em que G_i corresponde ao número total de plântulas germinadas até o dia da contagem; G_t é o número total de plântulas da amostra.

3.2.3.4. Índice velocidade de germinação

Teste baseado no princípio de que lotes de sementes que possuem maior velocidade de germinação são mais vigorosos. No qual, são realizadas contagens diárias das sementes germinadas até o sétimo dia após a semeadura. Segundo, MAGUIRE (1962), por meio deste teste determina-se o vigor avaliando a velocidade da germinação das sementes, quantificando-se o IVG pela Equação (3.8):

$$IVG = \frac{G_1}{t_1} + \frac{G_2}{t_2} + \dots + \frac{G_i}{t_i} \quad (3.8)$$

O IVG é o índice de velocidade de germinação; G é o número de plântulas germinadas ocorridas a cada dia; t é o tempo em dias.

Quanto maior o IVG determinado conforme MAGUIRE (1962), maior será a velocidade de germinação das sementes.

3.2.3.5. Análise de Superfície

As sementes de linhaças *in natura* e recobertas conforme a matriz de experimentos foi analisada quanto à uniformidade pelo método descrito por BECHER e

SCHLÜNDER (1998). As sementes recobertas por imersão foram capturadas imagens por microscópio óptico da marca *Stereoscan da Cole Parmer®*.

Para as análises em MEV foram utilizados dois microscópios, o primeiro foi um LEO 1450 VP, equipado com detectores de elétrons secundários para alto e baixo vácuo, detector de elétrons retroespalhados, que geram imagens gravadas em formato TIF OU IPEG pertencente ao Laboratório de Microscopia do Museu Goeldi, para análises das sementes *in natura*, que foram expostas a desidratação por ponto crítico de CO₂ no equipamento do tipo Emithec modelo K-850 em seguida foram metalizadas em metalizadores Emithec K-550 (*sputter* através do plasma de Ar utilizando Au, Pt, Pd ou pela combinação desses elementos) e K-250 (vaporização de filamentos de carbono).

O segundo microscópio eletrônico de varredura (MEV) foi o do tipo Leo Zeiss, modelo 1430 (Inglaterra), localizado no Laboratório de Microscopia Óptica do PPGEQ/UFGA, utilizado para a análise das sementes recobertas do ponto ótimo, sendo que as sementes recobertas do ponto ótimo não apresentaram a necessidade de metalização.

3.3. AMIDO

3.3.1. Caracterização por Imagem

O amido de mandioca foi obtido, segundo informação de fabricação de forma artesanal, conforme os métodos da região. Para a caracterização da amostra de amido quanto a sua morfologia e composição da superfície foi realizada por captura de imagens.

3.3.2. Análise por MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura) e EDS (Espectroscopia por Dispersão de Energia)

O equipamento utilizado foi um microscópio eletrônico de varredura (MEV), Leo Zeiss, modelo 1430 (Inglaterra) acoplado a um equipamento de EDS, localizado no Laboratório de Microscopia Óptica do PPGEQ/UFGA.

3.4. SUSPENSÃO DE RECOBRIMENTO

3.4.1. Determinação da suspensão polimérica e do biofilme

Foram realizados testes para a determinação dos agentes constituintes da suspensão biopolimérica. As formulações das suspensões utilizadas nos ensaios de recobrimento foram reproduzidas com base no trabalho de PETRIKOSKI (2013) que estudou as diferentes proporções entre fécula de mandioca e do plasticizante sorbitol.

Para a determinação da suspensão a ser aplicada na peliculização foram testadas duas suspensões. Para a suspensão 1 foi utilizado amido modificado (comercial) e, para suspensão 2 de fécula de mandioca *in natura*. Com os plasticizantes, glicerol e etilenoglicol nas proporções sumarizadas na Tabela 3.2. As misturas foram colocadas sob aquecimento em banho maria a temperatura de 70 a 80°C por 15 a 25 min e agitação constante até a gelatinização.

Tabela 3.2. Proporções dos componentes da suspensão testadas

Proporções (%)	
Amido	Plasticizante
8 / 6 /4	1,2 / 2 /4

A partir da obtenção da suspensão biopolimérica foram realizados testes para obtenção de biofilme, nos quais se utilizou placa de petri com 10 cm de diâmetro. Acrescentava-se 10 mL da suspensão e colocava-se em estufa 35°C por 24 h, após esse período a amostra ficava em dessecador por mais 2 dias para a completa evaporação da água.

Os biofilmes eram obtidos e em seguida armazenados para posterior avaliação macroscópica (visuais) e seleção do mais adequado para o recobrimento das sementes de linhaça. Como o objetivo foi de recobrir um material agrícola, então a manutenção de suas características fisiológicas foi levada em consideração durante a avaliação. Dessa forma foi dada a prioridade para biofilme com uma maleabilidade razoável e pouco espessa, já que o objetivo foi de inserir uma proteção a semente sem comprometer a troca de gases, mantendo a sua qualidade fisiológica íntegra.

A formulação da suspensão escolhida para o trabalho de recobrimento em leito de jorro utilizou 4% de amido e 1,2% de glicerol em água.

3.4.2. Caracterização da suspensão

3.4.2.1. Massa Específica

A massa específica da suspensão foi realizada no Laboratório de caracterização de partículas (LCP) determinada em triplicata por picnometria, utilizando-se picnômetros, previamente calibrados, de 10 mL, com base na relação entre a massa de suspensão e o volume do picnômetro.

3.4.2.2. Concentração de sólidos

A concentração de sólidos de cada suspensão foi realizada no Laboratório de caracterização de partículas (LCP), diante de 10 mL da suspensão colocadas em placas de petri, e colocadas em estufa a 105°C para a evaporação do solvente, até peso constante. Para cada suspensão foram repetidas três medições e o valor médio encontrado foi o valor da concentração de sólidos, conforme metodologia aplicada por BRAGA (2012).

3.4.2.3. Ângulo de contato

O ângulo de contato é o ângulo da gota líquida formado entre a superfície sólida da partícula e a linha tangente onde cai, visualizado na Figura 3.2, esse parâmetro depende da energia de superfície inerente a cada partícula e da tensão superficial do líquido. Considera-se que os líquidos que molham a superfície do sólido possuem $\theta < 90^\circ$, enquanto os que não molham têm valores de $\theta > 90^\circ$. Desta forma, os limites para o ângulo de contato são: $\theta = 0^\circ$ e $\theta = 180^\circ$ definidos como molhamento completo, onde o espalhamento se dá de forma espontânea, e o não molhamento completo, onde as gotas se aglutinam em contato com a superfície do sólido.

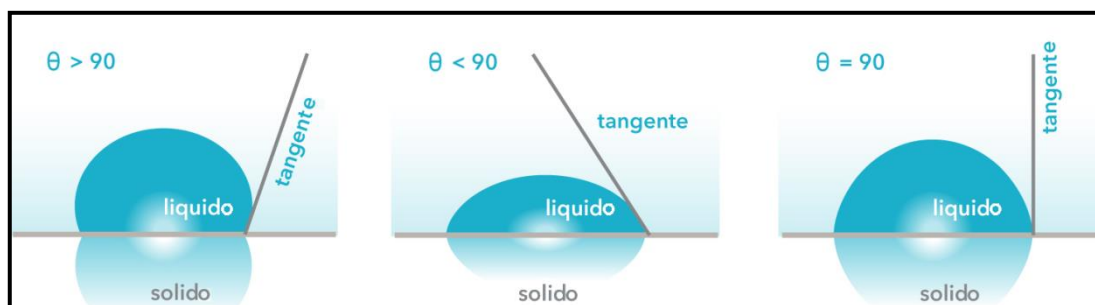


Figura 3.2. Definição do ângulo de contato entre uma gota líquida e uma superfície.

Fonte: <http://med.se-todo.com/doc/1151/index.html?page=33> plana e horizontal.

A determinação deste parâmetro foi realizada na Faculdade de Engenharia Química da UNICAMP-SP pelo método óptico, através de um goniômetro manual da *Tantec Contact Angle Meter-USA*, com precisão de $\pm 2^\circ$. A metodologia consiste na medida do ângulo de uma microgota da suspensão sobre o sólido com superfície plana obtida a partir de amostras de sementes prensadas, projetada sobre um anteparo graduado.

3.4.2.4. Reologia

O equipamento utilizado para as análises reológicas foi viscosímetro marca *Haake – Visco Tester VT550*, sensor SV 1, acoplado a um computador com o *software RheoWin* do Laboratório de reologia - LabReo (FEQ/ITEC). O volume de suspensão utilizado em cada ensaio experimental foi em torno de 12 mL conforme citação de COSTA (2008). Com os dados experimentais, foram obtidos gráficos da tensão de cisalhamento *versus* taxa de deformação.

3.5. DESCRIÇÃO DO SISTEMA EXPERIMENTAL

3.5.1. Leito de jorro

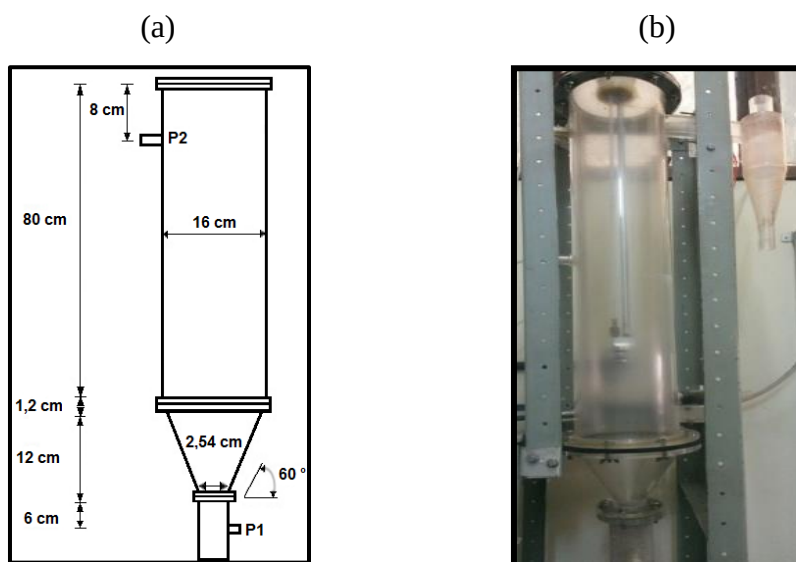


Figura 3.3. (a) Dimensões do leito e (b) Imagem do leito de jorro. Fonte: CORUMBÁ (2015).

O leito de jorro (Figura 3.3) utilizado na condução dos ensaios de fluidodinâmica/recobrimento consiste em um leito tipo cone-cilindro construído em resina acrílica, com cone com um ângulo de 60° , 12 cm de altura, diâmetro de entrada

do ar igual a 2,54 cm e diâmetro superior de 16 cm. Já o corpo cilíndrico apresenta 16 cm de diâmetro interno e 80 cm de altura.

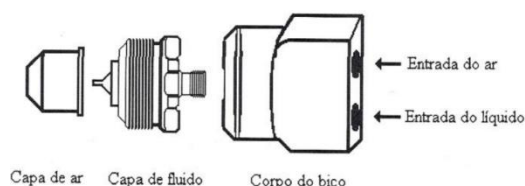
3.5.2. Sistema de atomização

O sistema de atomização consiste de uma bomba peristáltica (Figura 3.4a), Masterflex® modelo l/s 7518-10, que transportava a suspensão de recobrimento através de mangueiras Masterflex até ao bico atomizador de dupla entrada, onde a suspensão era atomizada ao se misturar com o ar injetado por um compressor até o leito de partículas através de uma tubulação de aço galvanizado de uma polegada de diâmetro.

O conjunto de atomização utilizado era composto de uma capa de ar (1,70 mm), uma capa de fluido (0,71 mm) e corpo do bico atomizador. Neste conjunto o ar e a suspensão foram misturados internamente para produzirem um jato atomizado. O bico foi instalado a uma altura de 14 cm acima do leito fixo de partículas.



(a)



(b)

Figura 3.4. Componentes de atomização: a) Bomba Peristáltica, b) Bico de atomização. Fonte: COSTA (2010).

3.5.3. Montagem experimental

A montagem experimental do leito de jorro convencional para análise fluidodinâmica e de recobrimento, pode ser visualizada no Figura 3.5. O processo em leito de jorro inicia-se com o controle de rotação do soprador de 7 cv (2), utilizando-se um inversor de frequência (1), que direciona o ar através de uma tubulação de ferro galvanizado de 2" de diâmetro. Ao longo da linha estão dispostos os acessórios: um trocador de calor (3), um visor em acrílico (4), a placa de orifício (5) por meio da qual

obteve-se a vazão do ar em função da queda de pressão, adotando a metodologia descrita por OWER e PANKHUST (1977) (Equação 3.14), aquecedores de ar (6), um termômetro digital (7) com controle de temperatura PID (16), manômetros digitais (15), o leito cone-cilindro (8), um ciclone (9), um quadro com manômetros diferenciais em U (10), bico atomizador (11), acoplado ao sistema de atomização: linha de ar comprimido (12) e bomba peristáltica (13).

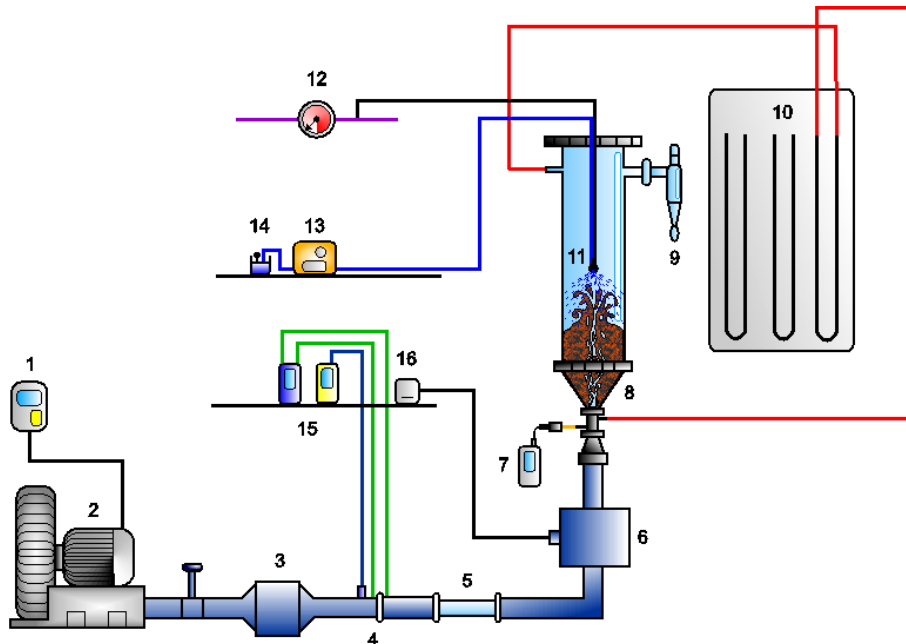


Figura 3.5. Esquema do equipamento de recobrimento. Fonte: Autor.



Figura 3.6. Fotografia do equipamento de recobrimento

A Figura 3.6 ilustra o sistema experimental em leito jorro instalado no Laboratório de Secagem e Recobrimento de Partículas da FEQ/UFPA, utilizado nos ensaios experimentais de fluidização e recobrimento com sementes de linhaça.

A vazão do ar utilizada para realizar a análise fluidodinâmica em função da queda de pressão é embasada na metodologia descrita por OWER e PANKHURST (1977) (Equação 3.9):

$$Q_m = 2,7099 \left[\frac{\Delta P_{PO}}{273 + T} \right]^{1/2} - 0,8546 \left[\frac{\Delta P_{PO}^{3/2}}{(P_{est} + b)(273 + T)^{1/2}} \right] \quad (3.9)$$

em que, Q_m – Vazão mássica (kg/min); T – temperatura do ar na entrada ($^{\circ}\text{C}$); b – pressão barométrica local (Pa); P_{est} – pressão estática a montante de placa de orifício (Pa); ΔP_{PO} – queda de pressão na placa de orifício (Pa).

3.6. CALIBRAÇÃO DO SISTEMA EXPERIMENTAL

3.6.1. Leito de Jorro

Foi realizado um ensaio experimental de fluidodinâmica no leito sem partículas para se determinar qual é a perda de carga obtida com o leito vazio. A queda de pressão no leito de jorro corresponde à pressão da placa distribuidora (leito sem sólidos) mais a do movimento das partículas (leito com sólidos). Assim, realizou-se um experimento para determinar uma curva da queda de pressão do leito sem partículas em função da vazão do ar. Este dado é importante para a determinação da real perda de carga do leito com partículas durante o experimento. A curva fluidodinâmica com leito vazio foi obtida com a tomada da deflexão em manômetros de tubo em U, acoplados ao leito, contendo água como fluido manométrico. Esta fluidodinâmica gerou uma equação que relaciona a vazão do ar e a deflexão manométrica gerada pelo leito vazio. Essa equação foi utilizada para análise fluidodinâmica durante o trabalho experimental.

3.6.2. Bomba Peristáltica

Para a determinação da faixa de vazão da suspensão a ser trabalhada foi construída a curva de calibração da bomba peristáltica, utilizando duas mangueiras de silicone marca Masterflex, modelo L/S 14 e 16, com diâmetro interno de 1,6 mm e 3,1

mm, respectivamente. Primeiramente foi utilizando como padrão um fluido newtoniano, no caso a água a 25°C e, em seguida utilizou-se a suspensão de recobrimento. O comportamento do escoamento da suspensão foi realizado já com uma expectativa real da vazão a se alcançar com as respectivas mangueiras, devido as características da viscosidade da suspensão ser maior que a da água, porém o comportamento para esta condição está previsto pelo Guia para seleção de mangueira, que prevê a máxima vazão que cada fluido diante da viscosidade e do tipo de mangueira (Anexo A).

3.7. ANÁLISE EXPERIMENTAL DE FLUIDODINÂMICA

Foram estimados, a partir das curvas características, os parâmetros fluidodinâmicos das partículas em do leito de jorro, como: queda de pressão máxima ($\Delta P_{\max}$), queda de pressão no jorro estável (ΔP_{je}), queda de pressão no jorro mínimo (ΔP_{mj}) e velocidade de jorro mínimo (U_{mj}), porosidade (ε) (Equação 3.10) e expansão do leito (E) (Equação 3.11) para os estudos fluidodinâmicos realizados neste trabalho.

$$\varepsilon = \frac{V_{t0} - V_s}{V_{t0}} = 1 - \frac{m_p}{\rho_p A H} \quad (3.10)$$

$$E = \frac{H - H_{mj}}{H_{mj}} \cdot 100 \quad (3.11)$$

em que, H é a altura do leito de partículas na condição estática e, H_{mj} é a altura do leito na condição de mínimo jorro.

3.7.1. Estudo fluidodinâmico com cargas diferentes sem ar de atomização

As análises fluidodinâmicas com cargas de 1000, 1200 e 1400 g, de sementes de linhaça, as quais correspondem às alturas de 2,9; 4,2 e 7,5 cm, respectivamente, na temperatura ambiente (28°C) foram realizadas sem ar de atomização.

Os gráficos com os comportamentos fluidodinâmicos foram obtidos com o aumento e diminuição gradativo da vazão sendo tomados a cada momento a queda de pressão referentes à perda de carga na placa de orifício (ΔH_{PO}), perda de carga total (ΔH_{Total}) e a perda de carga no leito (ΔH_{Leito}) tomada nos pontos a base do cone, com diâmetro interno de 2,54 cm, e no topo do leito, para a determinação da carga a ser utilizada no planejamento dos experimentos.

3.7.2. Estudo fluidodinâmico com cargas diferentes com ar de atomização

A influência do ar de atomização foi verificada a partir do procedimento descrito no item 3.5.1. Com o ar de atomização a pressões fixas de: 5, 10 e 15 psi. Assim, durante a realização das fluidodinâmicas, elas foram analisadas quanto a sua estabilidade diante das pressões de atomização, que foram comparadas com as curvas obtidas sem a presença do ar de atomização, conforme procedimentos adotados por MATHUR e EPSTEIN (1974) e DONIDA (2004).

3.8. DETERMINAÇÃO DAS CONDIÇÕES RECOBRIMENTO

Os testes de recobrimento visaram definir as melhores condições de execução do processo, determinando parâmetros como: a carga de trabalho, altura do bico atomizador, o volume a ser aspergido, assim como, prever comportamentos atípicos que possam ocorrer durante o recobrimento, como: sinais de estagnação do leito e a formação de aglomerados. Esses testes foram realizados variando-se a vazão de suspensão (Q_s) e a carga do leito, mantendo-se fixa a distância do bico atomizador em relação pressão de atomização (P_{at}) e temperatura do ar na entrada do leito (T_{ar}). Os ensaios foram realizados conforme as etapas descritas a seguir:

- abasteceu-se o leito com uma carga de partículas, pré-definidas dos testes fluidodinâmicos;
- ajustou-se a vazão do ar de entrada até a velocidade de fluidização de trabalho e a temperatura do ar, previamente, determinadas;
- iniciou-se a inserção da suspensão, observando-se também o andamento do recobrimento diante da temperatura do ar.

Observado o colapso do leito, a vazão de suspensão era interrompida imediatamente, e religada após retorno do jorro, acrescentando um leve aumento na vazão da suspensão para acelerar retomada do movimento fluidodinâmico e, retomar a inserção da suspensão no leito de partículas.

3.9. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

O planejamento experimental proposto foi conduzido visando analisar as influências das variáveis operacionais: temperatura do ar de entrada (T_{ar}) e vazão da suspensão (Q_s) sobre as variáveis de respostas: eficiência do processo (η), crescimento

da partícula (δ), perda por adesão (P_{ad}), taxa de evaporação ($\dot{E}p$), percentagem de germinação (G) e índice de velocidade de germinação (IVG).

O parâmetro k é referente ao número de fatores. No trabalho foi realizado o planeamento composto central rotacional (PCCR) em 5 níveis experimentais: $-\alpha$, -1 , 0 , 1 , $+\alpha$, no qual o zero (0) corresponde ao ponto central.

Na Tabela 3.3 estão apresentados os valores codificados e os originais para as variáveis do planeamento experimental do recobrimento de sementes de linhaça.

Tabela 3.3. Valores originais e codificados para as variáveis do planeamento.

Variáveis Operacionais (notação)	Variáveis codificadas	Unidades	Níveis				
			-1,41	-1	0	+1	+1,41
Temperatura do ar (T_{ar})	X_1	$^{\circ}C$	43	45	50	55	57
Vazão da suspensão (Q_s)	X_2	mL/min	7	10	18	25	29

As 10 corridas experimentais foram realizadas de forma randomizadas com o objetivo de minimizar o erro. Para a análise dos resultados foi utilizado o aplicativo *Statistica*® 7.0. A matriz original do planeamento com as indicações dos valores das variáveis de resposta avaliadas (η , δ , P_{ad} , $\dot{E}p$, G e IVG) estão sumarizadas na Tabela 3.4.

Tabela 3.4. Matriz de Planeamento

$C_{exp.}$	X_1	X_2	Física				Fisiológica	
			η (%)	δ (%)	P_{ad} (%)	$\dot{E}p$ (g.min ⁻¹)	G (%)	IVG (t ⁻¹)
01	-1	-1	η_1	δ_1	P_{ad1}	$\dot{E}p_1$	G_1	IVG_1
02	1	-1	η_2	δ_2	P_{ad2}	$\dot{E}p_2$	G_2	IVG_2
03	-1	1	η_3	δ_3	P_{ad3}	$\dot{E}p_3$	G_3	IVG_3
04	1	1	η_4	δ_4	P_{ad4}	$\dot{E}p_4$	G_4	IVG_4
05	-1,41	0	η_5	δ_5	P_{ad5}	$\dot{E}p_5$	G_5	IVG_5
06	1,41	0	η_6	δ_6	P_{ad6}	$\dot{E}p_6$	G_6	IVG_6
07	0	-1,41	η_7	δ_7	P_{ad7}	$\dot{E}p_7$	G_7	IVG_7
08	0	1,41	η_8	δ_8	P_{ad8}	$\dot{E}p_8$	G_8	IVG_8
09	0	0	η_9	δ_9	P_{ad9}	$\dot{E}p_9$	G_9	IVG_9
10	0	0	η_{10}	δ_{10}	P_{ad10}	$\dot{E}p_{10}$	G_{10}	IVG_{10}

3.10. VARIÁVEIS DE RESPOSTA DO RECOBRIMENTO

3.10.1. Eficiência do processo

KUCHARSKI e KMIÉC (1988) definiram a eficiência do processo de recobrimento (η) como a razão entre a massa de sólidos aderida às partículas e a massa de sólidos adicionada ao leito, representada pela Equação (3.12). Esta definição foi utilizada, também, por outros pesquisadores ao longo do tempo, como ROCHA (1992), OLIVEIRA (2002), DONIDA (2004), ALMEIDA e ROCHA (2008) e ROSA (2010).

$$\eta = \frac{m_{sr} - m_{si}}{m_{susp} C_{susp}} \times 100 \quad (3.12)$$

em que, m_{si} é a massa de sementes inicial (g); m_{sr} é a massa de sementes recobertas (g); m_{susp} é a massa de suspensão atomizada (g); C_{susp} é a concentração da solução de recobrimento (g/g).

3.10.2. Crescimento das partículas

O crescimento das partículas (δ), definido como a razão entre a massa do filme formado durante o processo de recobrimento será determinado através da Equação (3.13), onde m_{sr} é a massa de sementes recobertas e a massa inicial das partículas é indicada por m_{si} .

$$\delta = \frac{m_{sr} - m_{si}}{m_{si}} \times 100 \quad (3.13)$$

3.10.3. Perda por Aderência

Na perda por aderência (P_{ad}) foi quantificada as perdas de material da suspensão que ficou aderido às paredes do leito e ao bico atomizador. Essas perdas foram registradas durante o planejamento experimental como respostas de interesse. A perda por aderência foi estimada através da diferença de massa do leito antes (m_{leitoi}) e após ($m_{leito f}$) cada corrida experimental, obtido pela pesagem do leito em balança de precisão da marca Gehaka - modelo BG 8000 com precisão de 0,1g. A diferença de massa assim obtida, é dividida pelo produto da massa e concentração da suspensão polimérica, de acordo com a Equação (3.14).

$$P_{ad} = \frac{m_{leito f} - m_{leito i}}{m_{susp} \cdot C_{susp}} \quad (3.14)$$

3.10.4. Taxa de evaporação de água no processo

A taxa de evaporação de água ou de umidade ($\dot{E}_p$) durante o processo de recobrimento das partículas foi determinada pela Equação (3.15) que relaciona as massas de água na entrada e saída e o tempo de processamento.

$$\dot{E}_p = \frac{\text{massa na entrada} - \text{massa na saída}}{\text{Tempo}} \quad (3.15)$$

sendo que:

$$\text{massa na entrada} = m_{si} \cdot X_0 + m_{H_2O} \quad (3.16)$$

$$\text{massa na saída} = m_{sr} \cdot X_f \quad (3.17)$$

em que, X_0 é umidade inicial das sementes e, m_{H_2O} é a massa de água da suspensão.

3.11. ATIVIDADE DE ÁGUA

A atividade de água (*activity water*) é denominada como uma medida qualitativa que permite avaliar a disponibilidade de água livre susceptível a diversas reações é também um fator intrínseco de cada produto, segundo SCOTT (1957).

Para esta análise foi utilizado o equipamento AQUALAB Série 4TE da Decagon Devices (Inc., Pullman, Washington, USA), da Faculdade de Engenharia de Alimentos. A determinação da atividade de água foi realizada em triplicata, das amostras *in natura* e as recobertas do ponto ótimo, em massas, em torno de 1 g, pesados em fracos de polietilenos e inseridas no AQUALAB para a realização das leituras na temperatura de 25 °C, que era encerrada com a estabilização da transferência de calor e de massa, alertada por um aviso sonoro do equipamento.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. RESULTADOS DE CARACTERIZAÇÃO FÍSICA, COMPOSIÇÃO CENTESIMAL E QUALITATIVA DA PARTÍCULA

Os resultados da caracterização física, centesimal e qualitativa para semente de linhaça *in natura* estão apresentados na Tabela 4.1, a qual apresentaram baixos valores para o erro padrão da média e para o coeficiente de variação, confirmando a homogeneidade da amostra através da linearidade dos ensaios experimentais.

Tabela 4.1. Resultados da caracterização das sementes de linhaça *in natura*

Análise	Propriedade (Unidade)	Valor médio $\pm$ erro padrão da média	CV (%)
Física	Diâmetro médio da semente (μm)	$1738,7 \pm 0,0005$	0,49
	Massa específica real (g/cm^3)	$1,2841 \pm 0,0557$	8,66
	Massa específica aparente (g/cm^3)	$1,1138 \pm 0,0458$	8,22
	Massa específica bulk (g/cm^3)	$0,6401 \pm 0,0080$	0,02
	Esfericidade (adim.)	$0,50 \pm 0,0001$ *	10,02*
		$0,54 \pm 0,0098$ **	9,92 **
	Ângulo de repouso ($^\circ$)	$34,75 \pm 0,2550$	2,20
Composição Centesimal	Umidade (%bu)	$7,56 \pm 0,05$	0,92
	Proteína (%)	$21,43 \pm 0,24$	1,58
	Resíduo Mineral Fixo (%)	$3,74 \pm 0,00005$	0,002
	Lipídios (%)	$28,89 \pm 0,16$	1,96
	Carboidratos*** (%)	$38,38 \pm 0,92$	2,27***
Qualitativa	Pureza (%)	$0,85021 \pm 0,0066$	2,48
	Peso de mil sementes (g)	$0,5245 \pm 0,0113$	2,31
	Germinação (%)	$98,00 \pm 1,1547$	2,04
	IVG (t^1)	$29,1325 \pm 1,1609$	6,90

* (método de PEÇANHA e MASSARANI, 1986), ** (método de MOHSENIN, 1970),

*** Obtidos por diferença.

O valor da massa específica *bulk* foi de 0,6401 g/cm³ que ficou dentro do intervalo encontrado por COŞKUNER e KARABABA (2007) que apresentou uma faixa de 0,7266 - 0,5556 g/cm³ e para a massa específica real obtiveram uma faixa de 1,0000 a 1,1110 g/cm³, que está próximo do valor obtido.

Relacionando o diâmetro médio de *Sauter* (1,7387µm) e a massa específica real (1,2841 g/cm³) para a classificação das partículas propostas por GELDART (1973), o tipo de partícula que se caracteriza as sementes é do grupo D (Figura 4.1), indicando que as partículas de linhaça são mais adequadas ao leito de jorro.

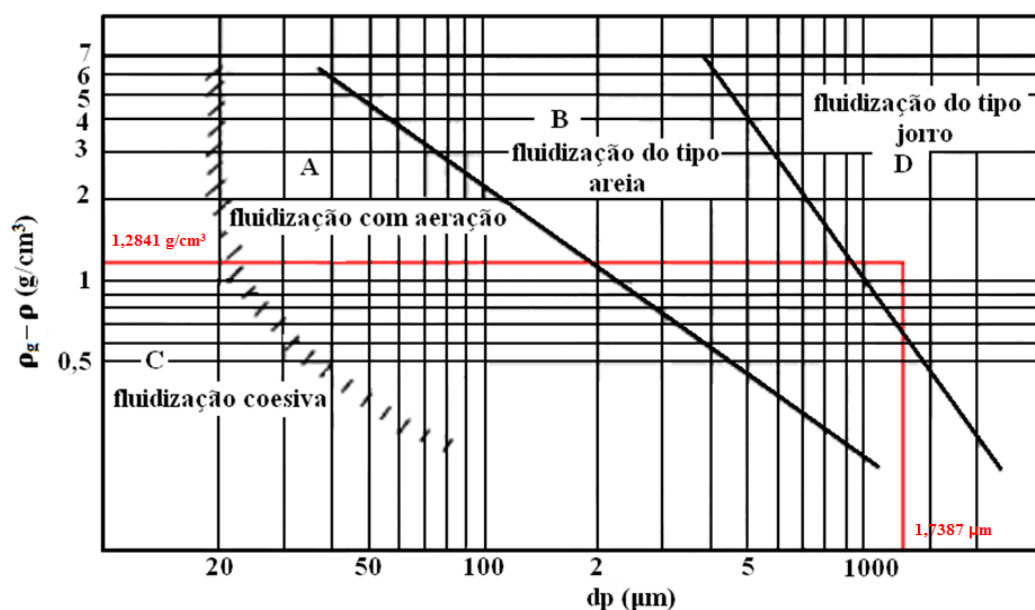


Figura 4.1. Classificação das sementes de linhaça segundo GELDART (1973)

Quanto ao ângulo de repouso as partículas tendem a apresentar boa fluidez por se apresentar dentro da faixa de 45 a 30°, de acordo com a classificação de JONG *et al.* (1999) (Tabela 3.1), favorecendo tanto a condição para a escoabilidade quanto a dinâmica, propiciando a fluidodinâmica no leito de jorro.

Em relação a composição centesimal SILVA *et al.* (2009) e OLIVEIRA *et al.* (2007) também encontraram valores próximos aos obtidos neste trabalho, onde em suas pesquisas mostraram cerca de e 30 a 40% de lipídio, 20 a 25% de proteína, 20 a 28% de fibra dietética total, 4 a 8% de umidade em base seca e 3 a 4% de cinzas.

Ainda sobre a caracterização física realizou-se a análise de superfície (Figura 4.2), que mostrou a uniformidade da semente, indicando que a semente apresenta um formato elipsóide triaxial. A presença de fissuras foi notada apenas com a ampliação de 100 vezes no microscópio de varredura eletrônica. A homogeneidade da semente de

linhaça pode ser observada na imagem (b), que apresenta o corte transversal onde é possível identificar o tegumento e o endosperma.

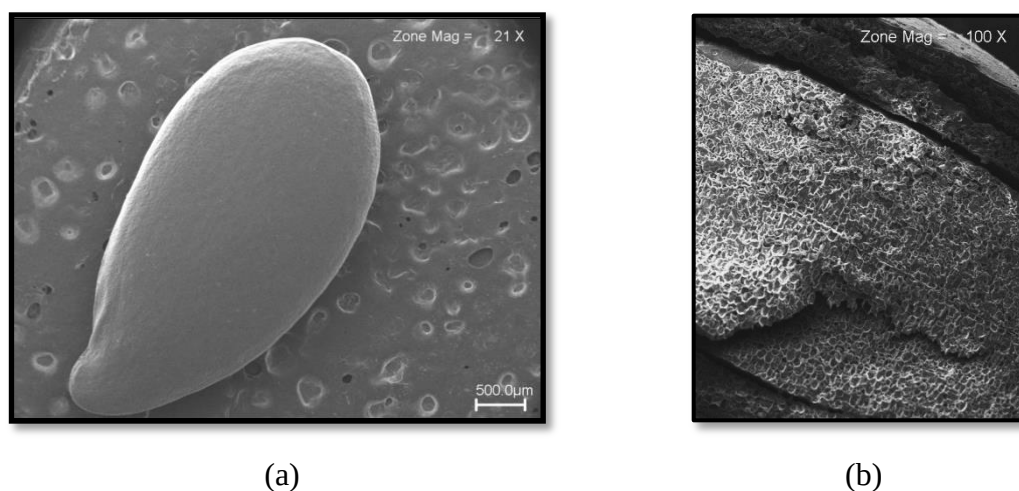


Figura 4.2. (a) Superfície da semente de linhaça 21 vezes ampliada, (b) Corte transversal ampliada 100 vezes

Assim, com base nos valores médios obtidos para cada uma das propriedades físicas (Tabela 4.1), observaram-se valores baixos correspondentes ao erro, da média e para o coeficiente de variação, abaixo de 10%, considerados satisfatório na condução de pesquisas agropecuárias segundo GOMES (1987). Ainda, apresentou valores dentro da amplitude de tolerância máxima de 0,6 a 2,8% para as diferenças entre duas sub amostras de trabalho (repetições) prescritas na RAS (Regras para análise de Sementes) para a composição centesimal e análise fisiológica (GENTIL e FERREIRA, 2002).

Na averiguação fisiológica das sementes *in natura* (Figura 4.3) observou-se a excelente qualidade das sementes que apresentaram germinação em torno de 98% e o índice de velocidade de germinação em torno de $29,13 \text{ t}^{-1}$. Essas são indicações que as sementes estão em boa qualidade fisiológica, bem superior a apresentada por HARRINGTON (1972), que estudou a linhaça em ambiente seco (umidade 8%), obtendo 58% de germinação, acima do recomendado por FLOSS (1983) no qual indica que deve apresentar um poder germinativo de 80%.

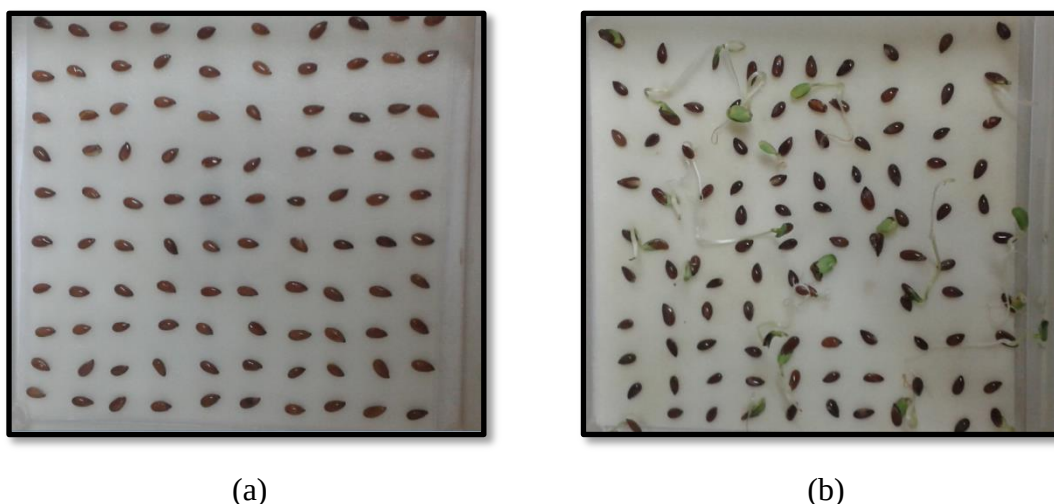


Figura 4.3. (a) Disposição das sementes nas cubetas de germinação, (b) Cubetas com sementes germinadas no 3º dia.

4.2. CARACTERIZAÇÃO DO AMIDO

4.2.1. Análise por MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura)

A análise por microscopia eletrônica de varredura (Figura 4.4) mostrou que os grânulos de amido apresentam superfície lisa e de vários formatos, que variam desde as formas irregulares, côncavas, mas que em sua maioria prevaleceu as formas arredondadas. Esse mesmo comportamento foi observado por COUTINHO (2007) que classificou os grânulos de mandioca quanto a forma como arredondadas e truncadas.

Na análise dos diâmetros dos grânulos de amido de fécula de mandioca, ocorreu variabilidade na faixa de dados obtidos, variando desde 9,61 até 16,6 μm . Esta faixa de variabilidade ficou próxima aos valores encontrados por COUTINHO (2007) que apresentou para o amido de mandioca com diâmetros variando de 7,08 a 25,46 μm . Também, ficaram de acordo aos apresentados por TIAN *et al.* (1991), MOORTHY *et al.* (1996), SWINKELS (1985) e DEFLOOR *et al.* (1998), que apresentaram o amido variando de 4 a 43 μm .

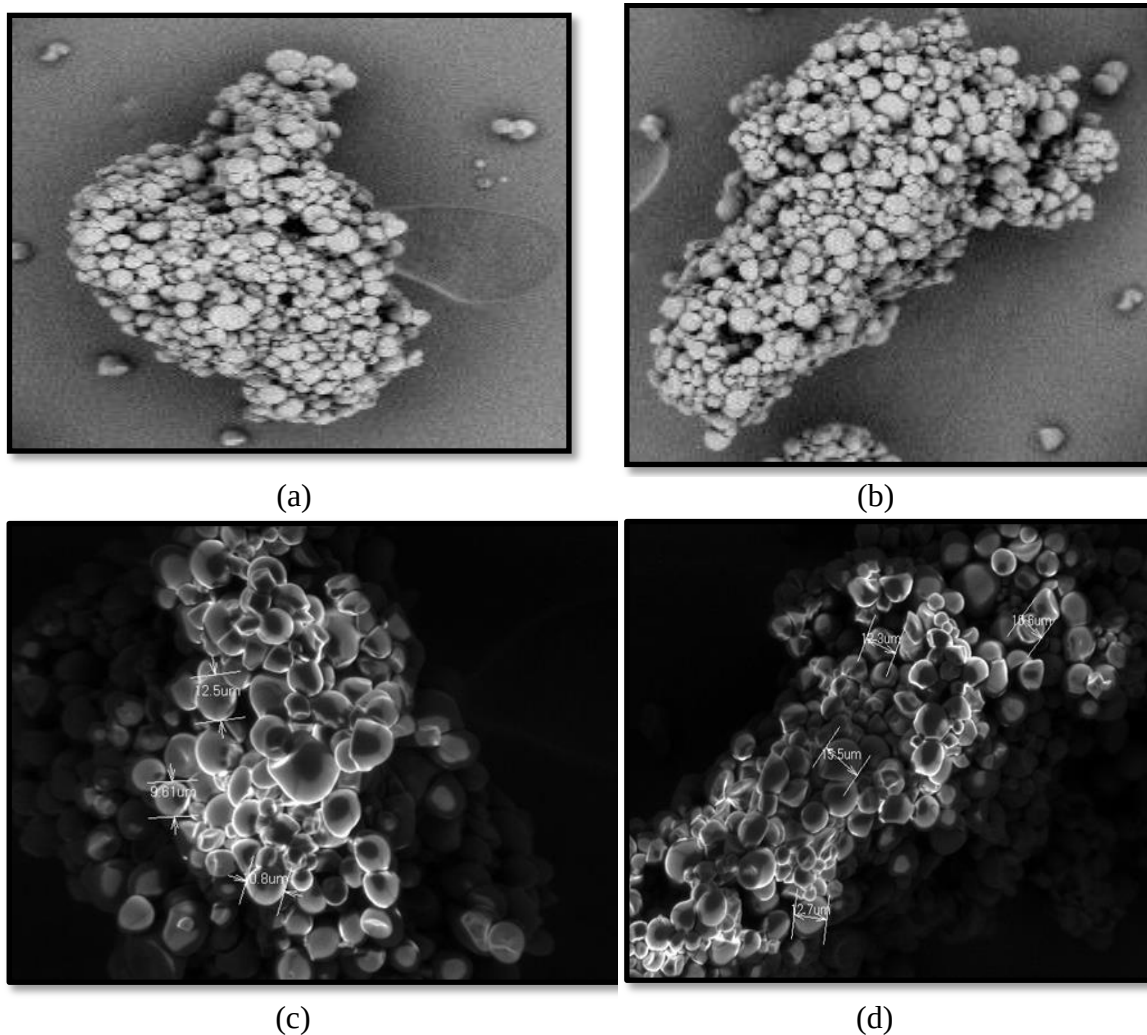


Figura 4.4. Grânulos de amido com aumento de 180 vezes a e b e, com aumento do de 300 vezes para obtenção dos diâmetros (c e d)

4.2.2. Análise por EDS (Espectroscopia por dispersão de Energia)

Na Figura 4.5 são apresentados a imagem e o espectro da amostra de fécula de mandioca, utilizadas para a análise de EDS. Além do espectro com a porcentagem, em massa, dos principais elementos identificados, estes se constituíram exclusivamente de carbono e o oxigênio. Este comportamento foi observado em todas as amostras analisadas quase que na mesma proporcionalidade, como visualizado no Apêndice A. Pode-se inferir, assim, que a amostra não apresenta indícios de impurezas do amido utilizado para a formulação da suspensão de recobrimento.

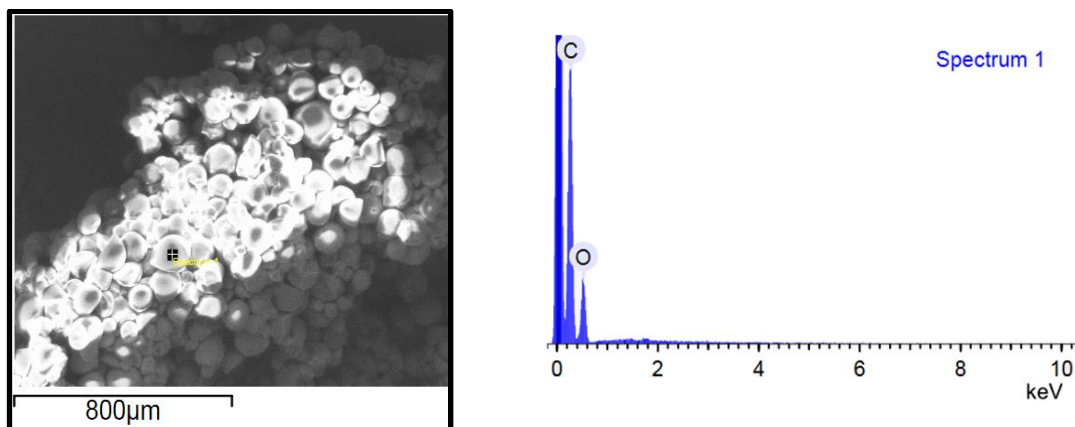


Figura 4.5. Área utilizada para análise EDS

4.3. RECOBRIMENTO POR IMERSÃO

Na Figura 4.6 estão apresentados os resultados dos testes preliminares, onde se observa na Figura 4.6a o biofilme obtido com amido de fécula de mandioca e glicerol, que de acordo com as análises visuais (macroscópicas) como: maleabilidade, espessura e por sua função fim, de recobrir as sementes de linhaça, foi definida como boas perspectivas para implementar no trabalho.

Na Figura 4.6b apresenta a imagem capturada em microscópio óptico da semente, com corte transversal, recoberta pelo método da imersão, onde se pode observar a presença de uma camada irregular sobre a superfície das sementes, mostrando que há grande perspectiva de obtenção do recobrimento da semente. Fato que espera ser confirmado pela análise de ângulo de contato.

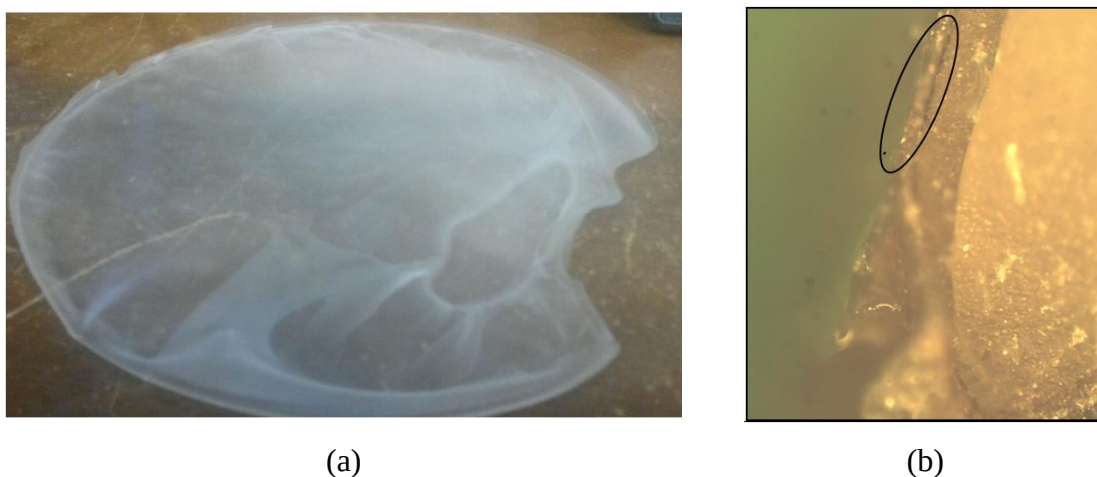


Figura 4.6. Imagens dos testes preliminares: a) Biofilme e b) Semente de linhaça com corte transversal

4.4. CARACTERIZAÇÃO DA SUSPENSÃO

Na Tabela 4.2 apresentam-se os dados da massa específica e da concentração de sólidos e do ângulo de contato. A massa específica apresentou um valor em torno de 0,9928 g/mL. A concentração de sólidos apresentada foi de 2,45%, já que o amido apresentou uma umidade de 7%, este valor foi próximo ao utilizado por CARVALHO *et al.* (2014) que estudou a formulação de filmes biodegradáveis utilizando amido de mandioca e proteína de soja. Também ficou abaixo da concentração adotada por SOUZA *et al.* (2009) na suspensão de amido de mandioca para conservação de berinjela (3% de sólidos). PEGO *et al.* (2015) usou a proporção de 0 a 6% de fécula para recobrimento de mamão papaya, assim como LEMOS *et al.* (2007) que trabalhou no revestimento para conservação de pimentão nas concentrações de 3, 4 e 5%. VICENTINI *et al.* (1999) utilizou revestimento com fécula de mandioca de 1 e 3% em pimentão, por fim, PEREIRA *et al.* (2006) avaliaram o revestimento a base de amido de fécula de mandioca em mamão nas concentrações de 1, 2 e 3%.

Tabela 4.2. Caracterização da suspensão

Análise	Valor médio $\pm$ erro padrão da média	Coefficiente de variação (%)
Massa Específica (g/mL)	0,9928 $\pm$ 0,0040	0,69
Concentração de Sólidos (%)	2,4482 $\pm$ 0,0069	0,49
Ângulo de Contato (°)	60,89 $\pm$ 0,2902	2,02

A análise de ângulo de contato mostrou que o contato entre a suspensão e as sementes de linhaça tende a serem recobertas, pois o ângulo obtido foi de 60,89°, abaixo de 70°, referência limite determinística para o processo de recobrimento, confirmado as perspectivas positivas observadas no recobrimento por imersão. VIEIRA *et al.* (2004) obtiveram um ângulo de contato de 40,3° para suspensão aquosa a base de hidroxietilcelulose no processo de recobrimento de esferas de vidro, e FONTANELLA (2007) estudando o ângulo de contato no recobrimento de silicone utilizando diversas suspensões, no qual valor que favoreceu foi de 46°, obtido pela suspensão a base de esmalte cerâmico.

Durante os experimentos foi observada a estabilidade da suspensão de recobrimento, sem indícios de sedimentação durante as corridas experimentais, não havendo a necessidade de se manter a agitação. Na Figura 4.7 está apresentada a curva

de fluxo ascendente e descendente, no qual se observa que a suspensão apresenta um comportamento reológico de fluido não newtoniano ao apresentar a formação de histerese, caracterizando um comportamento tixotrópico da suspensão.

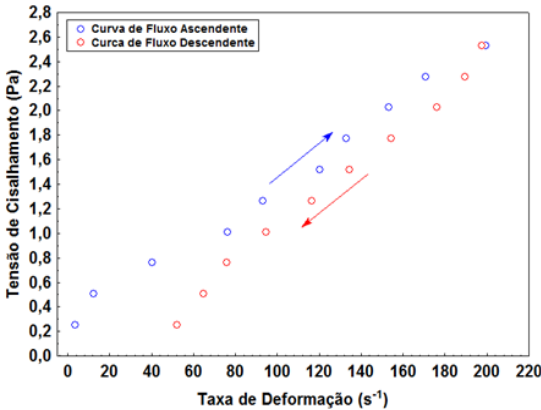


Figura 4.7. Histerese gerada pela suspensão de recobrimento

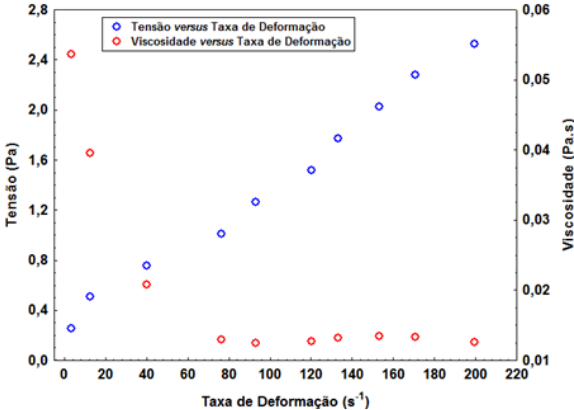


Figura 4.8. Curva de fluxo e viscosidade para suspensão de recobrimento

Foi realizado o estudo do comportamento reológico com a finalidade de determinar sua estabilidade da suspensão durante o recobrimento. O resultado dos ajustes dos modelos propostos está apresentado na Tabela 4.3, onde se apresentam os valores dos coeficientes lineares gerados para os modelos reológicos estudados.

Tabela 4.3. Dados dos ajustes do comportamento reológico da suspensão

Modelos	Coeficientes lineares/Parâmetros				
Bingham	τ_0 0,251251	μ_p 0,011372	R^2 0,99541	Resíduos Aleatório	
Casson	τ_0 1,279872	μ_p 0,009941	R^2 0,99343	Resíduos Tendencioso	
Ostwald de Waele	k 0,036354	n 0,796635	R^2 0,98667	Resíduos Tendencioso	
Herschel-Bulkley	τ_0 0,317980	k 0,005828	n 1,124797	R^2 0,99630	Resíduos Aleatório
Robertson-Stiff	γ_0 42,59057	k 0,003152	n 1,221702	R^2 0,99646	Resíduos Aleatório

Diante dos parâmetros estatísticos como: coeficiente de determinação (R^2) e gráfico de resíduos que estão no Apêndice B, estes foram utilizados para determinar qual o modelo descreve adequadamente o comportamento reológico da suspensão biopolimérica. De acordo com os parâmetros o modelo de Robertson-Stiff é o que melhor descreve o comportamento reológico da suspensão de recobrimento,

apresentando gráfico de resíduos aleatório. Entretanto, os modelos de Bingham e Herschel-Bulkley também mostraram comportamento semelhante. No entanto o coeficiente de determinação foi inferior ao do modelo de Robertson-Stiff.

Observa-se, também que o resultado obtido para o parâmetro n (índice de comportamento do escoamento do fluido), tanto para o modelo de Herschel-Bulkley quanto para o Robertson-Stiff mostraram se tratar de um fluido dilatante ($n > 1$).

Observamos, ainda, que na Figura 4.8 são apresentadas as curvas de fluxo, ajustada ao modelo de Robertson-Stiff, e viscosidade aparente em relação à taxa de deformação para a suspensão de recobrimento, no qual se confirma o comportamento de um fluido não newtoniano da suspensão. GUERREIRO e MENEGUELLI (2009) observou este comportamento de fluido não newtoniano para fluidos a base de amido, ao estudar a reologia de suspensões acidificadas de amido. VIANA *et al.* (2015) também obteve o mesmo resultado reológico ao estudar suspensões poliméricas formuladas a base de amido nativo com a adição de lipídios.

4.5. RESULTADO DA CALIBRAÇÃO DO SISTEMA EXPERIMENTAL

4.5.1. Leito de jorro

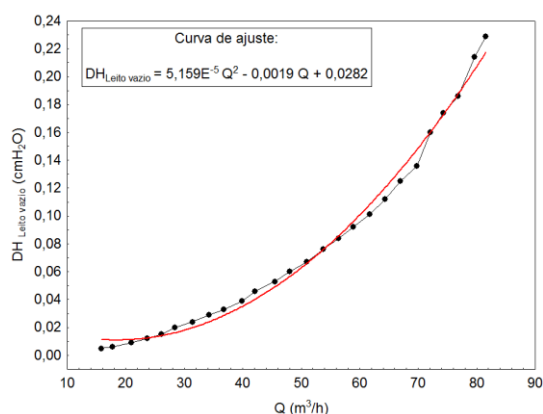
A fluidodinâmica em leito vazio gerou o comportamento de uma curva de tendência polinomial de 2ª ordem, como mostra a Figura 4.9a. Este comportamento foi observado por LOPES (2007) que analisou o monitoramento de regimes fluidodinâmicos em recobrimento de partículas e, também por TUNALA (2005) que realizou um estudo do comportamento fluidodinâmico em leito de jorro convencional, leito de jorro com tubo interno e leito de jorro *Wurster*.

4.5.2. Bomba peristáltica

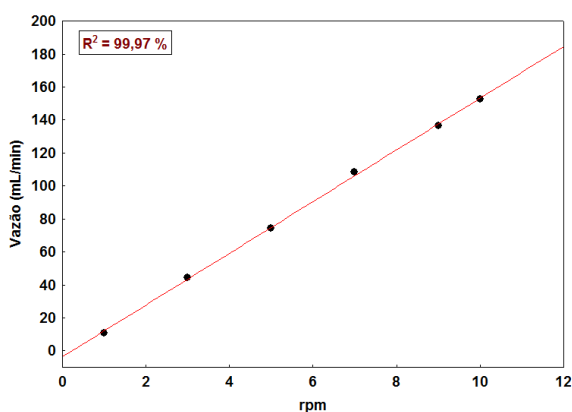
A curva de calibração para a bomba peristáltica foi obtida utilizando um fluido newtoniano, no caso a água, visualizado na Figura 4.9b. Foi observado um comportamento descrito por uma função de primeira ordem, com coeficiente de determinação de 99,97% obtidos entre a rotação de 0 e 10 rpm. Contudo, ao utilizar a suspensão biopolimérica, não se obteve o mesmo comportamento do fluido newtoniano. Fato explicado pelo fato da viscosidade da suspensão ser consideravelmente maior que a da água e da área da mangueira utilizada apresentar um obstáculo causando este comportamento diferente do fluido que a do newtoniano. Esta conclusão foi embasada

nas informações disponíveis no tutorial da *Cole-Parmer*®, que de acordo com a viscosidade do fluido em centipoise e o tipo da mangueira, no qual descreve a provável faixa de vazão a ser alcançada.

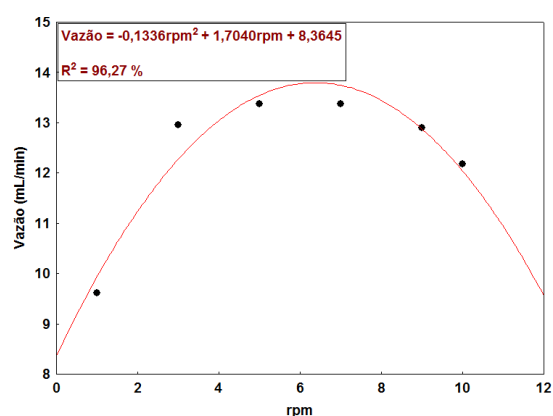
Logo, foram construídas curvas de calibração em duas mangueiras de diâmetros internos distintos de 1,6 mm (L/S14) e de 3,1 mm (L/S 16), para a averiguação do comportamento do transporte da suspensão diante delas.



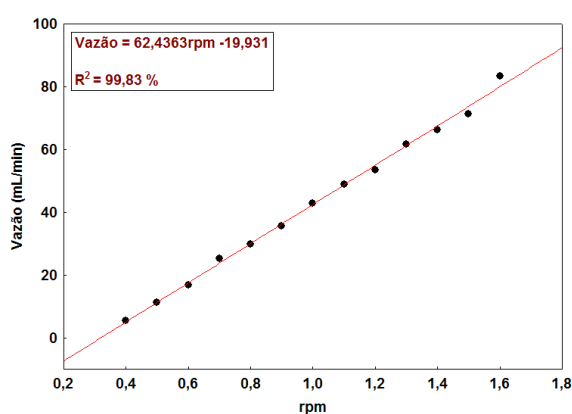
(a) Queda de pressão do leito vazio



(b) Curva de calibração da Bomba Peristáltica



(c) Comportamento da suspensão polimérica na mangueira de 14 mm



(d) Comportamento da suspensão polimérica na mangueira de 16 mm

Figura 4.9. Curvas de calibração do sistema de recobrimento

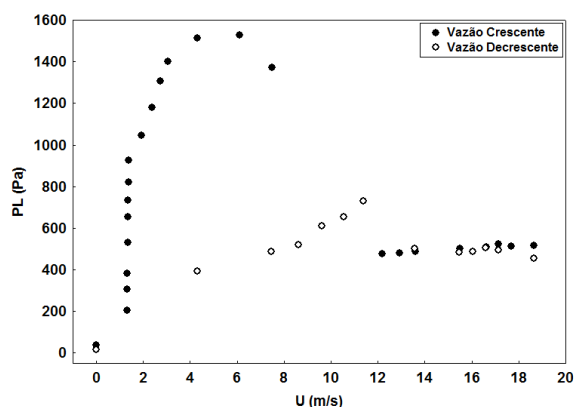
Observou-se que com a mangueira L/S 14, a vazão da suspensão alcançou 13 mL/min, e a partir de e 3 rpm a vazão pouco mudou até a rotação de 10 rpm, visualizado na Figura 4.9c.

Ao construir a curva com a mangueira L/S 16 (Figura 4.9d) obteve-se uma vazão de 100 mL/min, em uma faixa de rotação de 0 a 1,6 rpm, como previsto pelo Diagrama da Cole-Parmer®, que sugere que a provável vazão a ser alcançada seria de 150

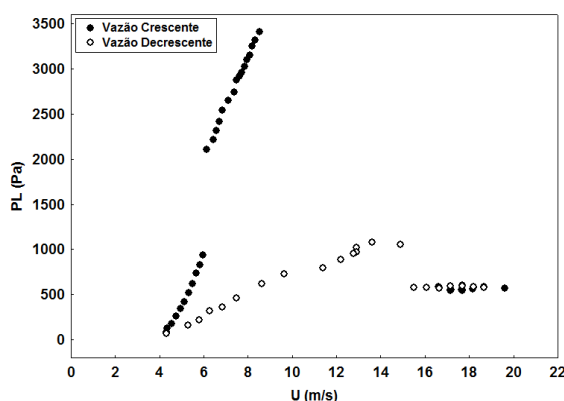
mL/min. Como a mangueira L/S 16 apresentou uma faixa mais abrangente para vazão optou-se por trabalhar com ela para a execução dos experimentos de recobrimento.

4.6. AVALIAÇÃO FLUIDODINÂMICA

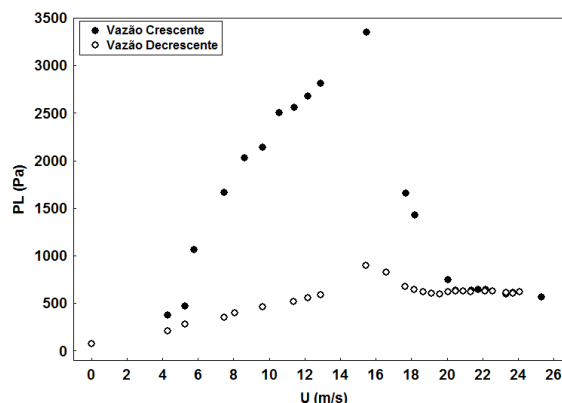
4.6.1. Estudos das diferentes cargas de partículas sem pressão de atomização



(a) Carga de 1000 g



(b) Carga de 1200 g



(c) Carga de 1400 g

Figura 4.10. Curvas fluidodinâmicas com as três cargas de sementes

Para avaliação da fluidodinâmica foram utilizadas três cargas (1000, 1200 e 1400 g), apresentadas na Figura 4.10. Durante as análises foi tomada como critério de definição da melhor carga de trabalho, aquela em que o regime fluidodinâmico permanecesse mais estável. No entanto, foi observado que todas as cargas apresentaram um bom comportamento. Com os parâmetros fluidodinâmicos condizentes em proporcionalidade com suas respectivas cargas.

Os valores dos parâmetros fluidodinâmicos estão sumarizados na Tabela 4.4., que se pode observar o aumento da velocidade de mínima fluidização que apresentou os valores de 13,58, 14,89 e 17,65 m/s, para as cargas de 1000, 1200 e 1400 g, respectivamente. Observou-se este comportamento para todos os parâmetros, concluindo que a carga possui influência direta sobre os parâmetros fluidodinâmicos. Este comportamento também foi observado por CORUMBÁ (2015) que avaliou a secagem de sementes *Vigna unguiculata* L. e DONIDA (2004) estudando a fluidodinâmica diante do aumento de carga em partículas de PEBD, PP, OS, ABS e outras.

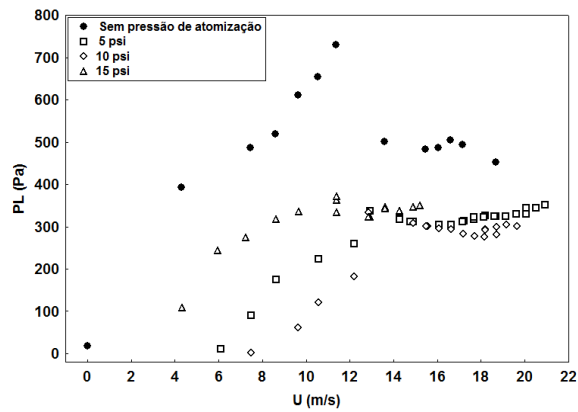
Tabela 4.4. Parâmetros fluidodinâmicos para as diferentes cargas

Carga (g)	U_{mj} (m/s)	ΔP_{mj} (Pa)	ΔP_{je} (Pa)	ΔP_{max} (Pa)	ε_{mj} (adim.)	H_{mj} (cm)	E(%)
1000	13,58	502,02	484,51	1529,37	0,4806	3,45	15,94
1200	15,49	580,77	579,47	3319,16	0,5941	4,4	4,54
1400	17,65	678,71	621,04	3353,77	0,7323	7,6	1,31

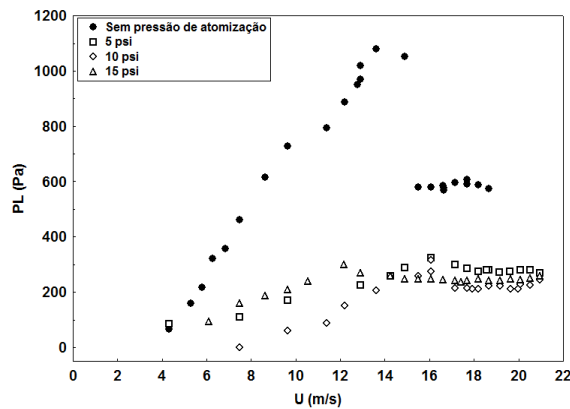
Ao analisar o comportamento do parâmetro expansão do leito, que depende do quanto o leito de partículas aumenta durante a fluidodinâmica, e está relacionada a altura do leito durante a fluidização no mínimo jorro, se observou que o aumento da carga de sementes interferiu na expansão do leito, este fato deve ter ocorrido pela maior resistência que o leito proporcionou a vazão do ar, diminuindo a expansão com o aumento da carga de sementes. Sobre a porosidade do leito de partículas na condição de mínimo jorro foi observado o comportamento inverso em relação a expansão, que pode ter ocorrido devido a necessidade de se adicionar uma maior velocidade do ar de entrada para se manter a fluidodinâmica do leito a cada aumento de carga, resultando numa maior fração de vazios.

4.6.2. Estudo das diferentes cargas de partículas com pressão de atomização

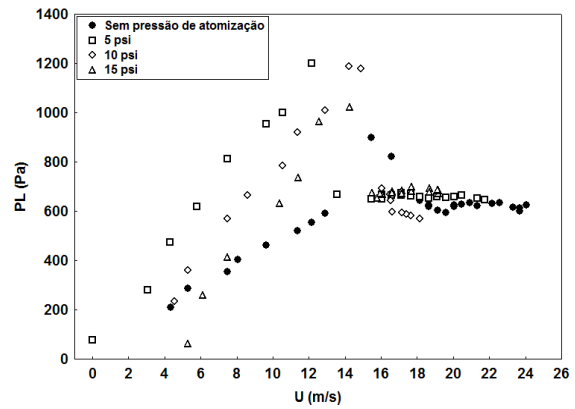
Diante da estabilidade fluidodinâmica com o aumento de carga foram realizadas análises fluidodinâmicas com a inserção da pressão de atomização, em três pressões distintas de: 5, 10 e 15 psi em comparação com a fluidodinâmica realizada sem pressão de atomização, visualizada na Figura 4.11.



(a) Carga de 1000 g.



(b) Carga de 1200 g.



(c) Carga de 1400 g.

Figura 4.11. Curvas fluidodinâmicas em três pressões de atomização

Tabela 4.5. Parâmetros fluidodinâmicos para as diferentes cargas

Carga (g)	$P_{\text{atomiz.}}$ (psi)	U_{mj} (m/s)	ΔP_{mj} (Pa)	ΔP_{je} (Pa)	ΔP_{max} (Pa)
1000	0	13,52	502,02	492,39	1529,37
	5	14,89	277,61	276,88	590,50
	10	14,89	308,92	304,94	674,28
	15	12,93	322,43	310,57	677,53
1200	0	15,49	580,77	579,47	3319,16
	5	17,16	300,73	285,97	624,79
	10	16,07	275,77	244,90	651,75
	15	14,26	257,67	248,17	681,69
1400	0	17,65	678,71	642,90	3353,77
	5	16,03	668,50	664,27	2283,04
	10	16,48	668,85	643,11	2703,70
	15	16,07	667,65	656,56	3608,25

Foi observado que a velocidade de mínimo jorro (U_{mj}) apresentou, certa, diminuição quando adicionada a pressão de atomização de 5 psi em comparação a corrida sem ar de atomização, mas a partir de 10 psi observa-se novamente o aumento

da velocidade (Tabela 4.5). Entende-se que a força de pressão de atomização de 5 psi propiciou a quebra de coesão das partículas conservando, assim, a condição de mínimo jorro. E que a pressões de atomizações maiores essa força exercida sobre o leito causou um fenômeno intermitente entre a compactação e a desorganização, mas continuou levando a condição de velocidade de mínimo jorro cada vez maior, se aproximando da fluidodinâmica realizada sem pressão. Este comportamento foi observado por SILVA (2016) na secagem de corante de urucum em leito de jorro.

Verificou-se que para todas as cargas a pressão de atomização surtiu influência sobre o comportamento fluidodinâmico, no entanto, a carga de 1400 g apresentou arraste de partícula diante do aumento da pressão, tornando-a inviável para a aplicação no recobrimento. Logo, as duas cargas remanescentes mostraram-se estáveis diante da variação de pressão.

Contudo, ao realizar testes preliminares com a inserção de pressão e da suspensão de recobrimento observou-se que a carga de 1200 g só mantinha o comportamento fluidodinâmico em regime turbulento, devido ao aumento de peso gerado pela suspensão, tornando-se necessário o aumento da vazão do ar, que por fim causava arraste de partículas. Sendo assim, diante dos testes preliminares a carga de 1000 g a pressão de 5 psi foi que se mostrou viável para execução do trabalho por apresentar características fluidodinâmicas mais estáveis para o mecanismo de recobrimento da partícula deste trabalho. Esta pressão de atomização foi próxima a utilizada por DONIDA (2004), ALMEIDA e ROCHA (2008) que aplicaram a pressão de 20 psig que equivale a 5,304 psi.

Ainda, tinha-se o fato de que a aspersão da suspensão para dentro do leito de partículas tornava o leito pesado durante a volatilização da água influenciando na fluidodinâmica, sendo assim necessário se trabalhar em uma faixa de velocidade para garantir o movimento da partícula durante o recobrimento, onde se trabalhou na faixa de $1,19U_{mj}$ a $1,29U_{mj}$ que equivale respectivamente a 17,78 e 19,18 m/s. COSTA (2003) também teve que utilizar uma faixa de vazão de ar de entrada que ele identificou como “flexibilidade de operação” ao desenvolver o trabalho de recobrimento de brócolis em leito de jorro cônico.

4.7. ANÁLISE DA MATRIZ DE EXPERIMENTOS

A matriz na forma padronizada está disposta na Tabela 4.6, tal qual apresenta os valores para as variáveis de respostas, além dos níveis utilizados durante o processo de recobrimento. Os resultados obtidos foram avaliados estatisticamente utilizando o aplicativo Statistica@7.0, através do qual obteve os efeitos e as interações que as variáveis independentes exerceram nas respostas, analisando-a a um nível de confiança de 95%.

Sendo que as variáveis codificadas podem ser relacionadas com as variáveis originais através das seguintes equações:

$$X_1 = \frac{T_{ar} - 50}{5} \quad (4.1)$$

$$X_2 = \frac{Q_s - 18}{7,5} \quad (4.2)$$

Tabela 4.6. Matriz de experimentos

C _{exp}	Variáveis									
	Entrada				Resposta					
	Codificadas		Originais		Física				Fisiológica	
	X ₁	X ₂	T _{ar} (°C)	Q _s (mL/min)	η (%)	δ (%)	P _{ad} (%)	Êp (g.min ⁻¹)	G (%)	IVG (t ⁻¹)
1	-1	-1	45	10	82,33	0,43	37,67	1,90	84,0	24,01
2	-1	1	45	25	98,42	0,50	46,93	2,08	66,0	19,26
3	1	-1	55	10	80,48	0,42	36,34	2,71	71,0	21,30
4	1	1	55	25	64,67	0,33	34,45	2,35	72,0	19,00
5	-1,41	0	43	18	99,91	0,51	45,96	1,94	85,5	23,80
6	1,41	0	57	18	69,97	0,35	36,86	2,32	82,5	22,91
7	0	-1,41	50	7	72,82	0,37	29,81	2,53	74,5	20,48
8	0	1,41	50	29	79,35	0,40	29,78	1,80	65,0	19,88
9	0	0	50	18	86,38	0,44	31,97	2,04	85,0	27,91
10	0	0	50	18	86,65	0,43	31,29	2,01	84,0	26,40

Diante, dos dados estatísticos obtidos se concluiu que a maior eficiência do processo ocorre em temperaturas tendendo ao nível mais baixo e a vazão tendendo ao nível mais alto, sugere-se que isto ocorra devido ao fato de que as gotas aspergidas dentro do leito exijam de um tempo necessário para que possa promover o contato com a superfície das partículas ocorrendo o molhabilidade das mesmas, caso a temperatura esteja em um nível muito elevado as gotas tendem a evaporar com maior velocidade sem tempo hábil para esse processo de molhabilidade ocorra, impedindo a formação do biofilme sobre as partículas.

A eficiência no processo obtido com a matriz de planejamento distribuiu-se numa faixa de 64,67 a 99,91% intervalo próximo ao obtido por DONIDA (2004) (75,95 a 87,6%), avaliando a eficiência do recobrimento utilizando suspensões poliméricas aquosas, em função do trabalho de adesão da suspensão.

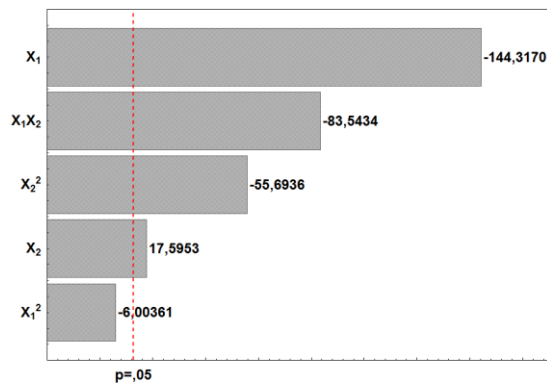
O resultado do crescimento das partículas mostrou um aumento bem discreto, estes dados eram esperados, por se tratar de um recobrimento por película, No qual, as sementes com esse recobrimento têm, praticamente, forma e tamanho iguais à semente sem cobertura, com ganho mínimo de massa como observado por BUTLER (1983).

A perda por aderência apresentou valores entre 29,71 a 45,96%, e ainda observou-se que as maiores perdas ocorreram com a temperatura nos níveis mais baixos, este comportamento foi observado por COSTA (2003) ao estudar a peletização de sementes de brócolos em leito de jorro cônico.

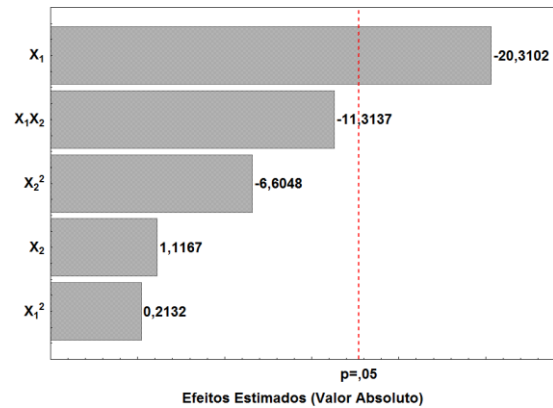
Na resposta taxa de evaporação foi observado durante a realização dos experimentos que os níveis da Temperatura do ar de entrada e da vazão de suspensão apresentavam influência sobre essa resposta, no entanto, não apresentou comportamento similar ao ROCHA *et al.* (2014) que observou a influência da pressão de atomização e a temperatura do ar não influenciaram no recobrimento de grânulos de quebra pedra por suspensão de polimérica à base de Eudragit em leito de jorro.

Nas respostas fisiológicas Germinação e Índice de velocidade de germinação se observa um decréscimo nas duas variáveis e um retardamento da germinação, o que pode ser influência da película formada por sobre as sementes que agem como barreira dificultando o desenvolvimento dessas variáveis, este comportamento também foi observado por TANADA-PALMU *et al.* (2005) e DUAN e BURRIS (1997).

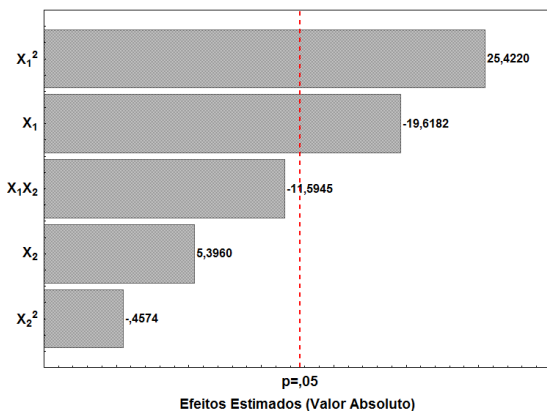
Através das Figuras 4.12 e 4.13 de Pareto, que descreve os efeitos estimados padronizados (razão entre os efeitos estimados e seus erros), demonstram-se graficamente as variáveis que apresentam significância estatística para as respostas físicas e fisiológicas pelos efeitos que se apresentam a direita da linha indicativa de rejeição de hipótese nula. No entanto, para a variável fisiológica IVG (Figura 4.13b) observa-se que todos os fatores, tanto na condição linear quanto a quadrática e a combinação binária, estão bem à esquerda da linha indicativa na região de hipótese nula, mostrando que elas não têm significância estatística para esta variável.



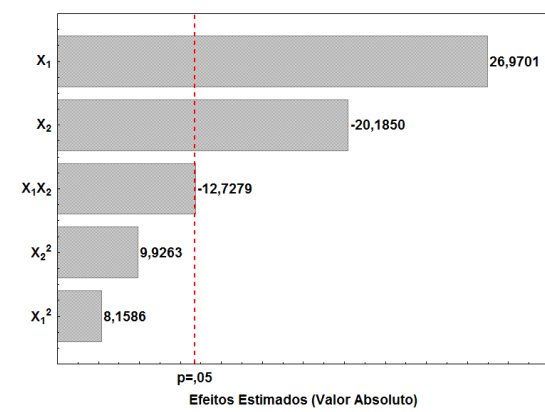
(a) Eficiência do processo (η)



(b) Crescimento das partículas (δ)

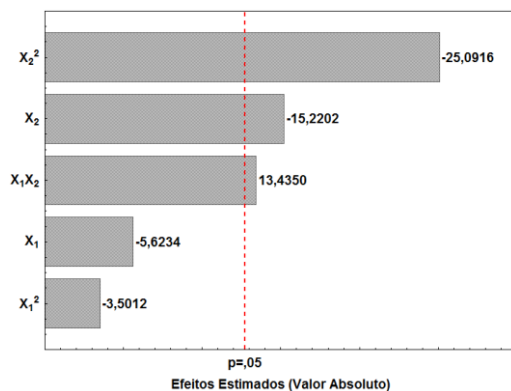


(c) Perda por aderência (P_{ad})

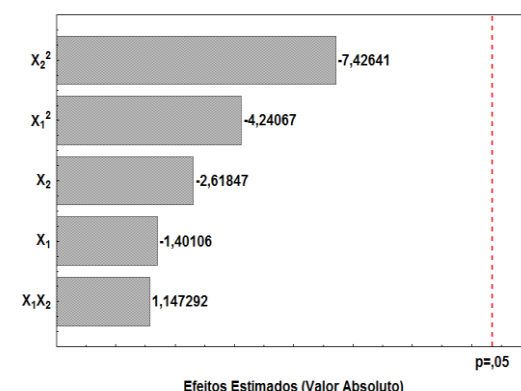


(d) Taxa de evaporação ($\dot{E}_p$)

Figura 4.12. Barras dos efeitos estimados e combinados para as respostas físicas



(a) Porcentagem de germinação (G)



(b) Índice de velocidade de germinação (IVG)

Figura 4.13. Barras dos efeitos estimados e combinados para as respostas fisiológicas

4.7.1. Análise estatística para as Respostas Físicas

4.7.1.1. Eficiência do processo

A análise estatística da eficiência do processo obtida a um R^2 de 98,46% e, se inicia com a análise da Estimativa dos Efeitos (Tabela 4.7) onde se observa que os

efeitos X_1 (temperatura do ar de entrada), X_2^2 (vazão da suspensão) e a combinação X_1X_2 possuem efeito negativo para a resposta, indicando que ao se passar de um nível menor para um maior gera-se valores de eficiência do processo menores, e esperam-se valores maiores de eficiência quando há o aumento do efeito linear X_2 (vazão da suspensão) já que ele foi o único efeito a apresentar sinal positivo.

Ao considerar os coeficientes de regressão da Tabela 4.7 gerou-se um modelo polinomial para a resposta η representada pela equação (4.3), onde foram consideradas as variáveis codificadas que representam a temperatura do ar de entrada, a vazão da suspensão (linear e quadrática) e a combinação binária. COSTA (2003) também observou que estas variáveis foram influentes, juntamente com a concentração de sólidos na avaliação do recobrimento de brócolis.

Tabela 4.7. Estimativa dos efeitos e coeficientes de regressão para η

Fatores	Efeitos $\pm$ Erro padrão	Coeficientes de regressão $\pm$ Erro padrão
X_1	-19,5119 $\pm$ 0,1352	-9,7559 $\pm$ 0,0676
X_1^2	-1,0763 $\pm$ 0,1793	-0,5381 $\pm$ 0,0896
X_2	2,3789 $\pm$ 0,1352	1,1894 $\pm$ 0,0676
X_2^2	-9,9843 $\pm$ 0,1793	-4,9921 $\pm$ 0,0896
X_1X_2	-15,9500 $\pm$ 0,1909	-7,9750 $\pm$ 0,0955
Grande média	86,5091 $\pm$ 0,1350	

$$\eta (\%) = 86,5091 - 9,7559X_1 + 1,1894X_2 - 4,9921X_2^2 - 7,9500X_1X_2 \quad (4.3)$$

A análise de variância (ANOVA) (Tabela 4.8) foi realizada, afim, de confirmar o quanto as variáveis de controle são influentes sobre a resposta η , no qual serão avaliadas através do teste de Fisher- Snedecor, de acordo com a avaliação entre o $F_{\text{calculado}}$ e o $F_{\text{crítico}}$ (Anexo B) e, também pelo nível descritivo p , que indica a probabilidade que cada variável tende a ser estatisticamente significativa, ou seja, de estar dentro da região de aceitação de hipótese nula.

O teste de Fisher (teste F) mostra que os fatores X_1 , X_2 , X_2^2 e X_1X_2 , que equivalem as variáveis originais temperatura do ar, vazão da suspensão, ambas na condição linear, vazão da suspensão na condição quadrática e a combinação binária das mesmas têm significância estatística no nível de 95%, pois o $F_{\text{calculado}}$ é bem superior ao $F_{\text{crítico}}$.

E a análise do teste F para a falta de ajuste mostrou-se bom, pois o $F_{\text{calculado}}$ ($F_{0,5;3;1} = 163,84$) obtido foi menor que o $F_{\text{crítico}}$ ($F_{0,5;3;1} = 215,71$), indicando que a falta de ajuste não é significativo para a resposta eficiência do processo. O comportamento concluído pelo teste de Fisher-Snedecor foi corroborado pela análise descritiva p, confirmando a significância estatística dos fatores X_1 , X_2 , X_2^2 e X_1X_2 .

Tabela 4.8. Análise de variância (ANOVA) para a resposta η

Fatores	SM	GL	QM	$F_{\text{calculado}}$	$F_{\text{crítico}}$	p
X_1	759,1630	1	759,1631	20827,5200	161,4	0,0044
X_1^2	1,314	1	1,3138	36,0400	161,4	0,1051
X_2	11,2850	1	11,2847	309,5900	161,4	0,0361
X_2^2	113,0600	1	113,0597	3101,7800	161,4	0,0114
X_1X_2	254,4030	1	254,4025	6979,4900	161,4	0,0076
Falta de Ajuste	17,9160	3	5,9720	163,8400	215,7	0,0573
Erro Puro	0,0360	1	0,0365	-	-	-
Total (Correlação)	1169,8590	9	-	-	-	-

A Figura 4.14 representa a probabilidade normal dos resíduos que demonstra os resíduos obtidos pela comparação entre os dados experimentais e os valores gerados pelo modelo proposto estão distribuídos ao longo da curva de probabilidade, indicando que há um ajuste satisfatório para a resposta eficiência do processo.

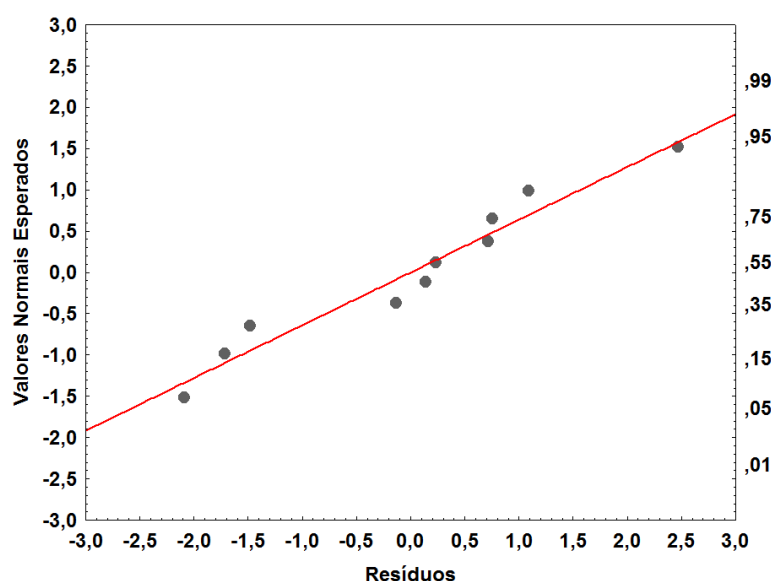


Figura 4.14. Distribuição normal dos resíduos para Eficiência do processo

E, de acordo, com a análise dos resíduos (APENDICE E) verificou-se que o modelo gera resíduos na faixa de -2,0871 a 2,4716 que são aceitáveis, por apresentar valores baixos e, apresentam comportamento totalmente aleatório.

Para avaliar o comportamento da resposta η foi realizada análise da superfície de resposta (Figura 4.15a) e da curva de nível (Figura 4.15b), nos quais foram observados que a eficiência do processo tende a apresentar os melhores resultados quando o fator X_1 encontrava-se nos menores níveis e o fator X_2 tendendo aos níveis mais elevados.

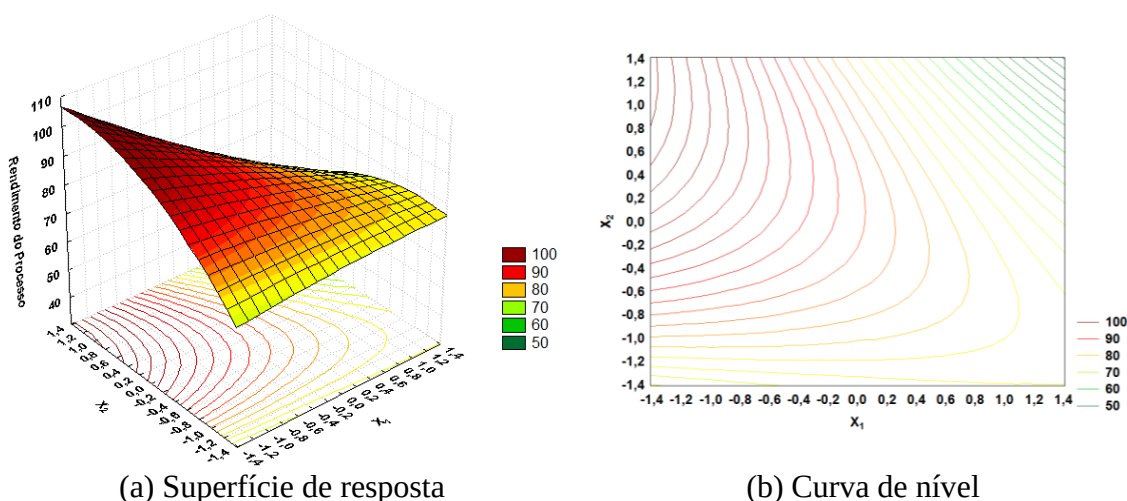


Figura 4.15. Análise de Superfície para Eficiência do processo (η)

4.7.1.2. Análise estatística do Crescimento das partículas (δ)

Tabela 4.9. Estimativa dos efeitos e coeficientes de regressão para δ

Fatores	Efeitos $\pm$ Erro padrão	Coefficientes de regressão $\pm$ Erro padrão
X_1	$-0,1017 \pm 0,0050$	$-0,0508 \pm 0,0025$
X_1^2	$0,0014 \pm 0,0066$	$0,0007 \pm 0,0033$
X_2	$0,0056 \pm 0,0050$	$0,0028 \pm 0,0025$
X_2^2	$-0,0438 \pm 0,0066$	$-0,0219 \pm 0,0033$
X_1X_2	$-8,0800 \pm 0,0071$	$-0,0400 \pm 0,0035$
Grande média	$0,4349 \pm 0,0050$	

$$\delta (\%) = 0,4349 - 0,0508X_1 \quad (4.4)$$

A análise da resposta Crescimento das partículas apresentou um R^2 de 96,35%, onde apenas o efeito linear X_1 (temperatura do ar de entrada) apresenta efeito negativo para essa resposta, indicando que ao se passar de um nível menor para um maior a tendência é de gerarem-se valores de crescimento das partículas menores. Determinou-se um modelo para a resposta Crescimento das partículas considerando o único valor do

coeficiente de regressão (Tabela 4.9) para o fator significativo estatisticamente, visualizado na equação (4.4).

O teste de Fisher (teste F) (Tabela 4.10) concluiu que a temperatura na condição linear, indicada pelo fator X_1 foi a variável preponderante sobre o Crescimento da partícula, com significância estatística no nível de 95%, pois o $F_{\text{calculado}}$ superior ao $F_{\text{crítico}}$.

E a análise do teste F para a falta de ajuste indicou que a falta de ajuste não é significativo para esta resposta, pois o $F_{\text{calculado}}$ ($F_{0,5;3;1} = 7,2082$) obtido foi menor que o $F_{\text{crítico}}$ ($F_{0,5;3;1} = 215,71$).

Tabela 4.10. Análise de variância (ANOVA) para resposta δ

Fatores	SM	GL	QM	$F_{\text{calculado}}$	$F_{\text{crítico}}$	p
X_1	0,0206	1	0,0206	412,5056	161,4	0,0313
X_1^2	0,0000	1	0,0000	0,0455	161,4	0,8663
X_2	0,0001	1	0,0001	1,2469	161,4	0,4649
X_2^2	0,0022	1	0,0022	43,6230	161,4	0,0957
X_1X_2	0,0064	1	0,0064	128,0000	161,4	0,0561
Falta de Ajuste	0,0011	3	0,0004	7,2082	215,7	0,2657
Erro Puro	0,0000	1	0,0000	-	-	-
Total (Correlação)	0,0310	9	-	-	-	-

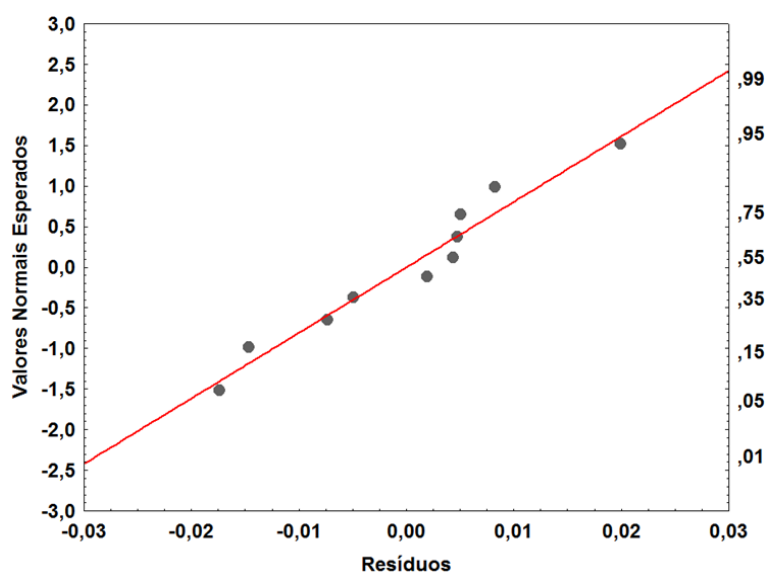


Figura 4.16. Distribuição normal dos resíduos para o Crescimento das partículas

A distribuição normal dos resíduos (Figura 4.16) mostra para resposta Crescimento das partículas que o ajuste foi excelente, pois os pontos experimentais residuais mostram-se muito próximos a linha de normalidade. Verifica-se, também, os resíduos gerados foram muito baixos ($-0,0174 - 0,0020$), indicando o excelente ajuste para o modelo, com a distribuição dos resíduos totalmente aleatórios (APÊNDICE E).

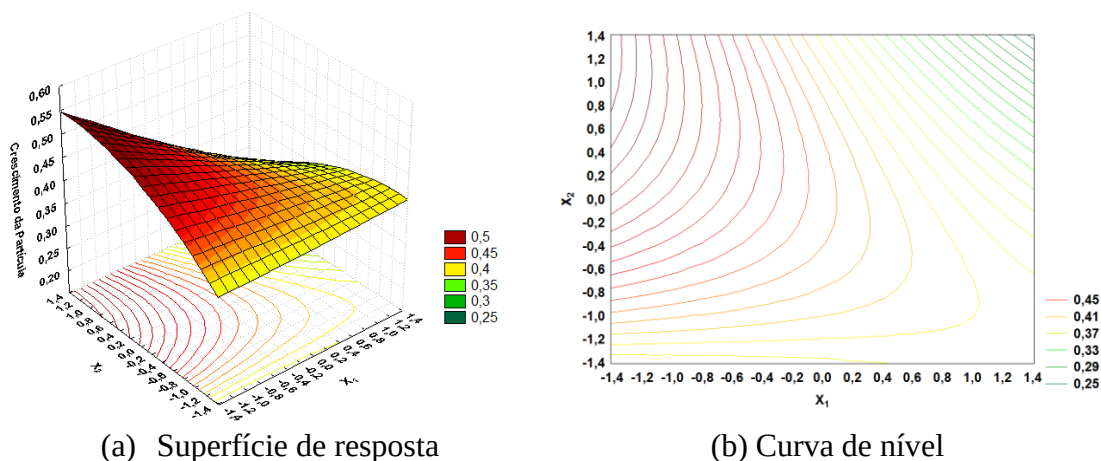


Figura 4.17. Análise de superfície para Crescimento das partículas (δ)

A análise da superfície de resposta (Figura 4.17a) e da curva de nível (Figura 4.17b) mostrou que o Crescimento das partículas foi obtido no menor nível da variável temperatura do ar (X_1) e no nível mais alto da vazão suspensão (X_2). Observa-se que o comportamento desta resposta é análogo ao da Eficiência do processo, isto se deve ao fato que para ocorrer o crescimento das partículas, a suspensão entre em contato com a partícula suficiente, para que então os componentes voláteis se evaporem, gradativamente, dando a condição necessária para a formação do biofilme.

4.7.1.3. Análise estatística da Perda por Aderência ao leito (P_{ad})

Assim como, a resposta Crescimento das partículas a perda por aderência mostrou-se fortemente influenciada pela temperatura pela análise da estimativa dos efeitos (Tabela 4.11), no entanto, além da condição linear também é na condição quadrática, representada pelos fatores X_1 e X_1^2 , apresentando um R^2 de 91,82%, diante do erro padrão na análise da estimativa dos efeitos.

Tabela 4.11. Estimativa dos efeitos e coeficientes de regressão para o P_{ad}

Fatores	Efeitos $\pm$ Erro padrão	Coeficientes de regressão $\pm$ Erro padrão
X_1	-6,6801 $\pm$ 0,3405	-3,3401 $\pm$ 0,1702
X_1^2	11,4780 $\pm$ 0,4515	5,7390 $\pm$ 0,2257
X_2	1,8374 $\pm$ 0,3405	0,9187 $\pm$ 0,1702
X_2^2	-0,2065 $\pm$ 0,4515	-0,1033 $\pm$ 0,2257
X_1X_2	-5,5750 $\pm$ 0,4808	-2,7875 $\pm$ 0,2404
Grande média	31,6108 $\pm$ 0,3399	

Determinou-se um modelo (equação 4.5) para a resposta Perda por aderência considerando o fator X_1 , na condição linear e quadrática, que apresentaram significância estatística, de acordo com a análise da tabela de coeficiente de regressão (Tabela 4.11), este resultado foi diferente ao obtido por COSTA (2003) que observou que a vazão da suspensão também teve influência sobre a perda por aderência.

$$P_{ad}(\%) = 31,6108 - 3,3401X_1 + 5,7390X_1^2 \quad (4.5)$$

A variável Temperatura é confirmada como a variável que surte influência significativa sobre a Perda por aderência, tanto na condição linear quanto na quadrática representada pelos fatores X_1 e X_1^2 , segundo a análise do teste de Fisher, onde esses fatores nas duas condições apresentaram o $F_{calculado}$ superior ao $F_{crítico}$ (Tabela 4.12).

Tabela 4.12. Análise de variância (ANOVA) para a resposta P_{ad}

Fatores	SM	GL	QM	$F_{calculado}$	$F_{crítico}$	p
X_1	88,9826	1	88,9826	384,8728	161,4	0,0324
X_1^2	149,4190	1	149,4190	646,2760	161,4	0,0250
X_2	6,7319	1	0,0001	1,2469	161,4	0,4649
X_2^2	0,0484	1	0,0022	43,6230	161,4	0,0957
X_1X_2	31,0806	1	0,0064	128,0000	161,4	0,0561
Falta de Ajuste	27,5772	3	0,0004	7,2082	215,7	0,2657
Erro Puro	0,2312	1	0,0000	-	-	-
Total (Correlação)	340,0302	9	-	-	-	-

A falta de ajuste mostrou-se excelente, pois o $F_{\text{calculado}}$ obtido foi menor que o $F_{\text{crítico}}$, indicando que a falta de ajuste não é significativo para a resposta Perda por aderência.

Confirma-se o bom ajuste ao analisar os resíduos normalmente distribuídos, próximas à reta representativa de normalidade (Figura 4.18), com resíduos baixos e aceitáveis (-2,9209 – 2,6772) e, em padrão aleatório mostrado no Apêndice E.

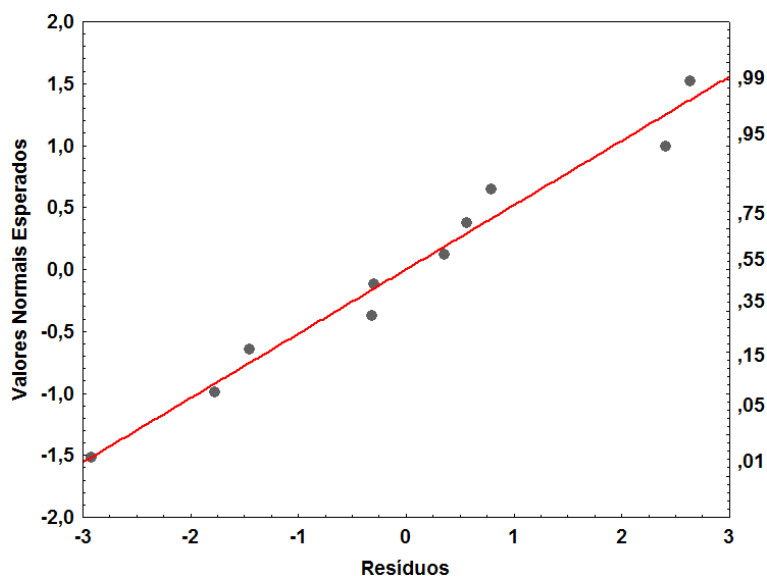


Figura 4.18. Distribuição normal dos resíduos para Perda por aderência

Para avaliar o comportamento da Perda por aderência ao leito foi realizada análise da superfície de resposta (Figura 4.19a) e da curva de nível (Figura 4.19b), sendo que, para esta resposta o ideal é que os valores obtidos sejam os menores possíveis. Logo, as condições em que se observaram as menores perdas foram quando o fator X_1 encontrava-se em torno do nível central o fator X_2 tendia para o menor nível. Deduz-se, que nas condições em que o biofilme demore a se forma sobre a partícula propicie a perda de parte desta suspensão para as paredes do leito de jorro. Isto pode ser observado pela estabilidade fluidodinâmica no qual as partículas desenvolviam durante o fenômeno de recobrimento que se mostrava comprometido quando o recobrimento exigia paradas, devido a aglomeração de sementes e suspensão polimérica. Ainda observou-se que a perda foi mais incisiva nas condições em que o processo ocorria em vazões altas e a temperaturas baixas, onde a temperatura não se mostrava suficiente para evaporar esse volume excessivo de suspensão, tornando suscetível a perda da suspensão que pode se aderir nas paredes do leito durante o processo.

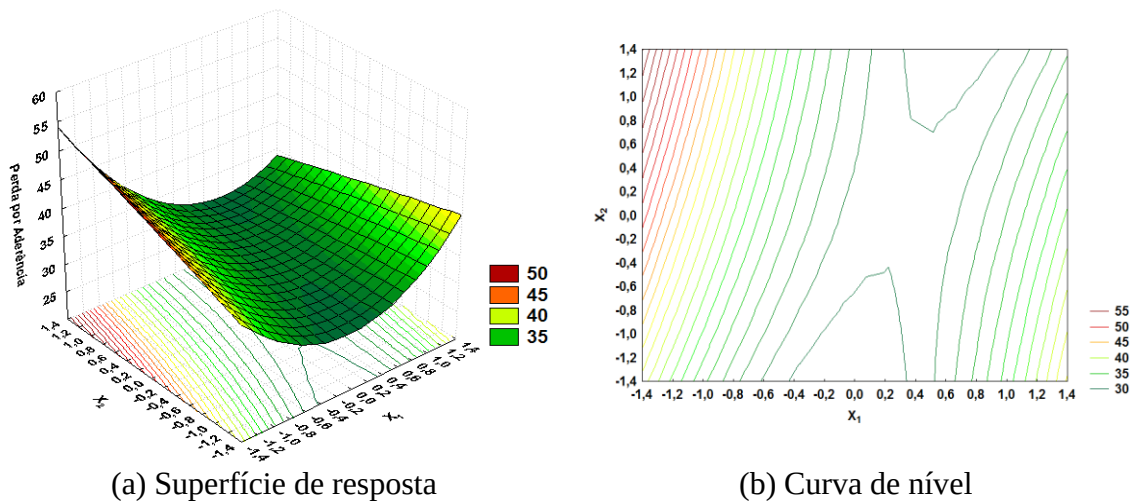


Figura 4.19. Análise de Superfície para Perda por aderência (P_{ad})

4.7.1.4. Análise estatística da Taxa de Evaporação no processo ($\dot{E}_p$)

A taxa de evaporação no processo foi analisada a um R^2 de 80,62% que diante da análise de Estimativa dos Efeitos (Tabela 4.13) observou-se que os efeitos lineares X_1 (temperatura do ar de entrada) e X_2 (vazão da suspensão), juntamente com a combinação X_1X_2 apresentaram influência sobre essa resposta. Observou-se, ainda, a influência negativa gerada pelos fatores X_2 e X_1X_2 , indicando que ao se passar de um nível menor para um maior resultará em valores menores para a Taxa de evaporação do processo. Enquanto que efeito linear X_1 por apresentar sinal positivo tende a apresentar valores maiores.

Tabela 4.13. Estimativa dos efeitos e coeficientes de regressão para o $\dot{E}_p$

Fatores	Efeitos $\pm$ Erro padrão	Coefficientes de regressão $\pm$ Erro padrão
X_1	$0,4051 \pm 0,0150$	$0,2026 \pm 0,0075$
X_1^2	$0,1625 \pm 0,0199$	$0,0813 \pm 0,0100$
X_2	$-0,3032 \pm 0,0150$	$-0,1516 \pm 0,0075$
X_2^2	$0,1977 \pm 0,0199$	$0,0989 \pm 0,0100$
X_1X_2	$-0,2700 \pm 0,0212$	$-0,1350 \pm 0,0106$
Grande média	$2,0243 \pm 0,0150$	

Ao considerar os coeficientes de regressão da Tabela 4.13 após a análise de variância, gerou-se um modelo polinomial para a variável de resposta $\dot{E}_p$ representada pela equação (4.6).

$$\hat{E}p (\%) = 2,0243 + 0,2026X_1 - 0,1516X_2 - 0,1350X_1X_2 \quad (4.6)$$

A análise de variância (ANOVA) (Tabela 4.14) ratificou o comportamento visualizado no gráfico de Pareto, na qual através dos testes de Fisher- Snedecor e da análise descritiva, p (probabilidade), confirmam a influência das mesmas variáveis de controle para a resposta $\hat{E}p$.

Tabela 4.14. Análise de variância (ANOVA) para a resposta $\hat{E}p$

Fatores	SM	GL	QM	F _{calculado}	F _{crítico}	p
X ₁	0,3273	1	0,3273	727,3889	161,4	0,0236
X ₁ ²	0,0299	1	0,0299	66,5633	161,4	0,0776
X ₂	0,1833	1	0,1833	407,4361	161,4	0,0315
X ₂ ²	0,0443	1	0,0443	98,5306	161,4	0,0639
X ₁ X ₂	0,0729	1	0,0729	162,0000	161,4	0,0499
Falta de Ajuste	0,1525	3	0,0508	112,9721	215,7	0,0690
Erro Puro	0,0004	1	0,0004	-	-	-
Total (Correlação)	0,7894	9	-	-	-	-

Os fatores X₁, X₂ e X₁X₂, que equivalem as variáveis originais temperatura linear, vazão linear, vazão quadrática e a combinação binária da temperatura e da vazão de suspensão têm significância estatística no nível de 95%, pois o F_{calculado} é bem superior ao F_{crítico}, através do teste de Fisher (teste F).

E a análise do teste F para a falta de ajuste mostrou-se bom, pois o F_{calculado} obtido foi menor que o F_{crítico}, indicando que a falta de ajuste não é significativo para a resposta Taxa de evaporação no processo. O comportamento concluído pelo teste de Fisher-Snedecor foi corroborado pela análise descritiva p, confirmando a significância estatística dos fatores X₁, X₂ e X₁X₂.

Ao analisar a superfície de resposta (Figura 4.20a) e a curva de nível (Figura 4.20b) observou-se que a taxa de evaporação tende a ocorrer quando o fator X₁ no maior nível e X₂ no menor nível. Entretanto, para esta condição se deve ter o cuidado de estipular uma condição em que a Taxa de evaporação não tão alta, pois se esta variável se desenvolver rapidamente não haverá recobrimento devido a suspensão de evaporar rapidamente.

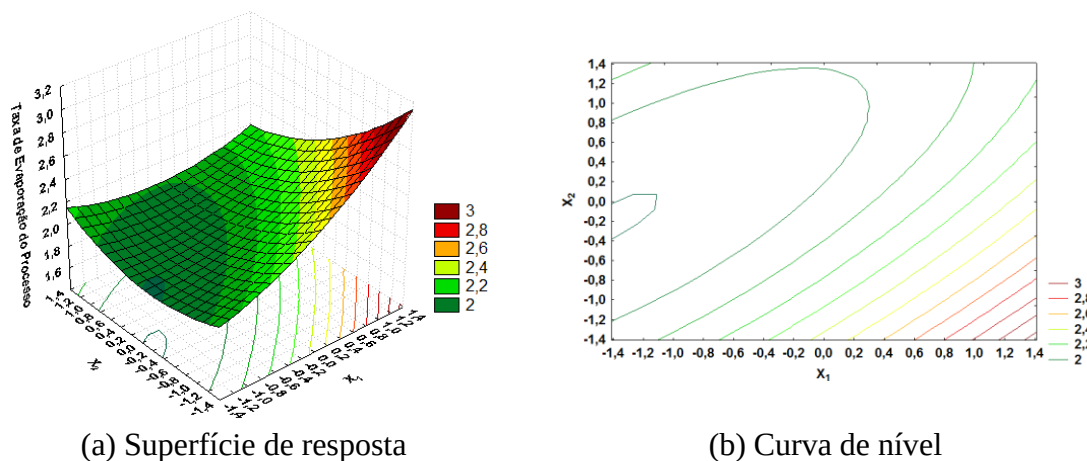


Figura 4.20. Análise de Superfície para Taxa de Evaporação do Processo ($\dot{E}_p$)

4.7.2. Análise estatística para as Respostas Fisiológicas

4.7.2.1. Análise estatística da Germinação (G)

A discussão estatística sobre a resposta fisiológica germinação inicia-se com os resultados gerados pela análise da estimativa dos efeitos (Tabela 4.15), onde se sugere o efeito isolado da variável X_2 linear e quadrática X_2^2 , sendo que X_2 corresponde a vazão da suspensão e a combinação binária X_1X_2 (combinação da temperatura do ar de entrada com a vazão da suspensão), como apresentando significância estatística para a variável de resposta Germinação, pois seus efeitos são maiores quando comparados aos respectivos desvios.

Tabela 4.15. Estimativa dos efeitos e coeficientes de regressão para o G

Fatores	Efeitos $\pm$ Erro padrão	Coeficientes de regressão $\pm$ Erro padrão
X_1	$-2,8159 \pm 0,5007$	$-1,4079 \pm 0,2504$
X_1^2	$-2,3247 \pm 0,6640$	$-1,1624 \pm 0,3320$
X_2	$-7,6214 \pm 0,5007$	$-3,8107 \pm 0,2504$
X_2^2	$-16,6600 \pm 0,6640$	$-8,3300 \pm 0,3320$
X_1X_2	$9,5000 \pm 0,7071$	$4,7500 \pm 0,3535$
Grande média	$84,5213 \pm 0,4999$	

Na análise da distribuição dos resíduos (Figura 4.21) foi constatados que os resíduos se apresentam normalmente distribuídos próximos à reta representativa de normalidade, com resíduos baixos e aceitáveis ($-2,5603 - 2,4127$) e, em padrão aleatório mostrado no Apêndice E. Tomando os valores dos fatores significativos, de acordo, com a tabela de Coeficientes de regressão (Tabela 4.15) gerou-se um modelo (equação 4.7)

para a resposta G, X_2 na condição linear e quadrática e a combinação dos fatores X_1 e X_2 , que apresentaram significância estatística.

$$G (\%) = 84,5213 - 3,8107X_2 - 8,3300X_2^2 + 4,7500X_1X_2 \quad (4.7)$$

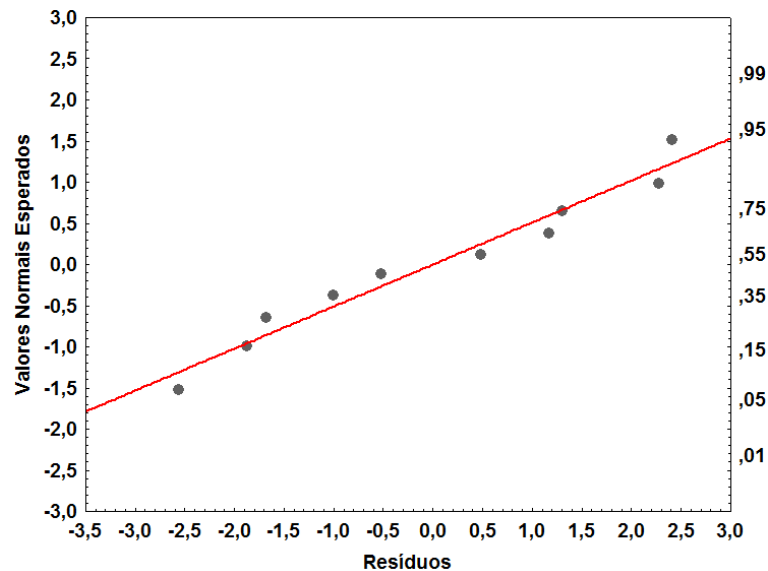


Figura 4.21. Distribuição normal dos resíduos para Germinação

Pela análise da superfície de resposta (Figura 4.22a) e da curva de nível (Figura 4.22b) pode-se inferir que esta variável de resposta alcançou os maiores valores devido à exposição a temperaturas mais brandas que ocorreram nas vazões que tendiam aos níveis mais baixos. No entanto, se o processo ocorrer a vazões tendendo ao nível mais alto e, mantiver a temperatura nos níveis baixos provocará uma diminuição no índice de germinação devido ao fato do processo de recobrimento se tornar mais lenta devido ao excesso de suspensão, esta diminuição na germinação também é causada na condição em que a suspensão se encontra em seu menor nível e a temperatura no nível mais alto, o que pode gerar uma condição hostil para as sementes impossibilitando-as a sua germinação.

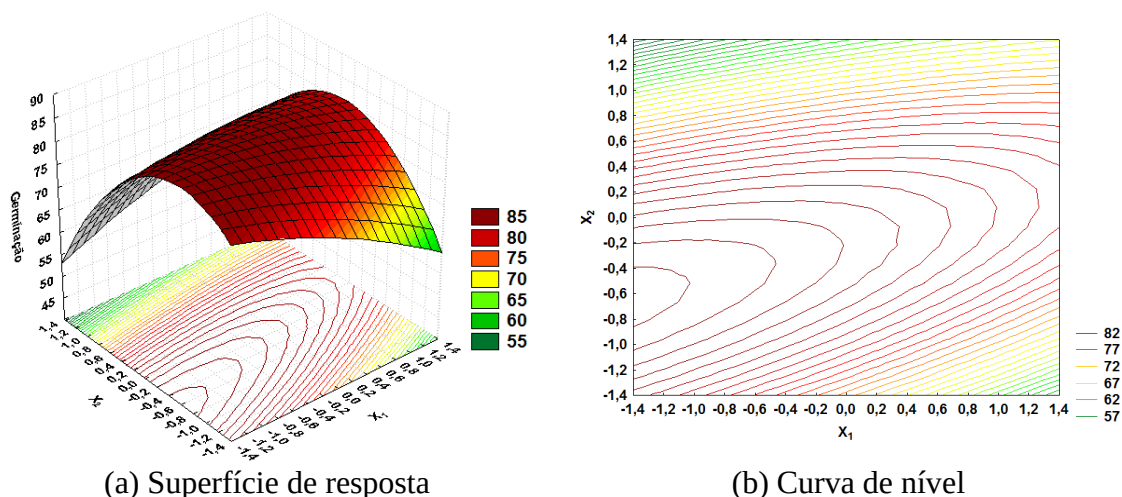


Figura 4.22. Análise de Superfície para Germinação (G)

Tabela 4.16. Análise de variância (ANOVA) para a resposta G

Fatores	SM	GL	QM	F _{calculado}	F _{crítico}	p
X ₁	15,8112	1	15,8112	31,6223	161,4	0,1120
X ₁ ²	6,1293	1	6,1293	12,2587	161,4	0,1771
X ₂	115,8266	1	115,8266	231,6532	161,4	0,0418
X ₂ ²	314,7930	1	314,7930	629,5859	161,4	0,0253
X ₁ X ₂	90,2500	1	90,2500	180,5000	161,4	0,0473
Falta de Ajuste	27,9571	3	9,3190	18,6380	215,7	0,1683
Erro Puro	0,5000	1	0,5000	-	-	-
Total (Correlação)	596,7250	9	-	-	-	-

A análise da ANOVA (Tabela 4.16) a um $R^2 = 95,23\%$, para a resposta G, confirma a influência das variáveis X_2 e X_2^2 e da combinação binária X_1X_2 , ao analisá-la através do teste F, que ratifica a influência destes parâmetros na resposta G. Apresentado para estes fatores as menores probabilidade de estar dentro da região de hipótese nula (sem significância estatística para a resposta), evidenciado pela ordem de grandeza dos valores numéricos da coluna de probabilidade.

A faixa de Germinação obtida com a matriz de planejamento distribuiu-se de 65 a 85% frente a uma germinação inicial (*in natura*) de 98%, diante da qual se percebeu uma diminuição da germinação, em alguns casos bem significativos (corridas 2 e 8), mostrando que a camada de biofilme formada sobre a partícula pode ter influenciado negativamente na germinação das sementes de linhaça. Mas, na maioria a germinação

ainda foi aceitável próxima a 80% recomendada por FLOSS (1983), índice indicado para sementes de linhaça marrons secas e em bom estado de conservação.

Sendo que, a faixa de germinação deste trabalho foi semelhante a obtida por TANADA-PALMU *et al.* (2005) que recobriu sementes de brócolos e salsa com biofilme a base de quitosana e, obteve um intervalo de germinação para o brócolos entre 72,0 a 96,0%, acima da porcentagem de germinação *in natura* e, 15,5 a 65,5% para o recobrimento das sementes de salsa, onde houve uma diminuição da germinação inicial, que era de 91,0%, DUAN e BURRIS (1997) estudaram o impacto de filme polimérico na germinação de sementes de beterraba que resultou em uma variação 68 a 94%, que para os resultados esperados por eles representou uma redução drástica da germinação, onde concluíram que a interação do biofilme e o pericarpo foi relevante para a redução da germinação.

4.7.2.2. Análise estatística do Índice de Velocidade de Germinação (IVG)

Tabela 4.17. Estimativa dos efeitos para o IVG

Fatores	Efeitos $\pm$ Erro padrão
X_1	$-1,0594 \pm 0,7561$
X_1^2	$-4,2517 \pm 1,0026$
X_2	$-1,9799 \pm 0,7561$
X_2^2	$-7,4457 \pm 1,0026$
X_1X_2	$1,2250 \pm 1,0677$
Grande média	$27,1600 \pm 0,7550$

A análise dos efeitos estimados (Tabela 4.17) gerado a um $R^2 = 90,80\%$ para a resposta Índice de Velocidade de Germinação mostrou que essa resposta não sofreu influência por parte dos fatores aplicados neste trabalho.

Pela análise de variância (ANOVA) (Tabela 4.18) confirma-se através do teste de Fisher que nenhum fator apresentou influência significativa sobre o Índice de Velocidade de Germinação. O comportamento concluído pelo teste de Fisher-Snedecor foi corroborado pela análise descritiva p, confirmando a não significância estatística dos fatores, mostrando que eles se encontram dentro da região de hipótese nula, ou seja, não apresentam significância estatística para esta variável, este comportamento foi observado também por TANADA-PALMU *et al.* (2005) ao recobrir sementes de brócolos salsa por filmes biodegradáveis. No entanto, este comportamento não foi obtido por WEST *et al.* (1985) que estudou a aplicação da cobertura à base de cloreto de

polivinilideno (PVDC), em sementes de soja, o qual promoveu uma germinação mais rápida do que nas sementes sem a cobertura.

Tabela 4.18. Análise de variância (ANOVA) para a resposta IVG

Fatores	SM	GL	QM	F _{calculado}	F _{crítico}	p
X ₁	2,2379	1	2,2379	1,9630	161,4	0,3946
X ₁ ²	20,5018	1	20,5018	17,9833	161,4	0,1474
X ₂	7,8166	1	7,8166	6,8564	161,4	0,2322
X ₂ ²	62,8756	1	62,8756	55,1516	161,4	0,0852
X ₁ X ₂	1,5006	1	1,5006	1,3163	161,4	0,4564
Falta de Ajuste	6,5643	3	2,1881	1,9193	215,7	0,4774
Erro Puro	1,1400	1	1,1400	-	-	-
Total (Correlação)	83,7484	9	-	-	-	-

4.7.3. Análise dos Resultados Estatísticos para as Respostas Físicas e Fisiológicas

Para a se avaliar as respostas obtidas nas análises estatísticas considerou-se outra condição, que é o tempo de processo de execução, ou seja, o tempo de residência da partícula (t_r) em cada corrida experimental, mostrado na Tabela 4.19. No qual, o tempo de residência demonstrou ter ligação direta com os níveis das variáveis de entrada influenciando as respostas obtidas.

Foi observado que as corridas executadas mais rapidamente se encontravam nas condições em que a temperatura se encontrava em níveis intermediário ao mais alto e a vazão de suspensão se encontrava em níveis intermediários ao mais baixo. Pode-se se concluir que este comportamento se deve ao fato da suspensão aspergida apresentar uma interação molecular mais forte que apresentada pela água (pontes de hidrogênio), sendo assim, necessária uma energia maior para a dissipação dessas forças de ligação.

Essa interação molecular foi observada, também, pela viscosidade da suspensão, que por ser mais viscosa que a água já era esperada que as corridas com um intervalo de tempo menor ocorressem nas temperaturas nos níveis mais altos, para que se proporcionasse a evaporação da água da suspensão sem comprometimento do recobrimento da partícula e da qualidade fisiológica das sementes.

Tabela 4.19. Análise do tempo de residência das corridas experimentais

C _{exp}	Variáveis Originais								t _r (min)
	Entrada		Respostas						
	T _{ar} (°C)	Q _s (mL .min ⁻¹)	η (%)	δ (%)	P _{ad} (%)	Ė _p (g.min ⁻¹)	G (%)	IVG (t ⁻¹)	
1	45	10	82,33	0,43	37,67	1,90	84,0	24,01	112,18
2	45	25	98,42	0,50	46,93	2,08	66,0	19,26	109,47
3	55	10	80,48	0,42	36,34	2,71	71,0	21,30	79,44
4	55	25	64,67	0,33	34,45	2,35	72,0	19,00	92,00
5	43	18	99,91	0,51	45,96	1,94	85,5	23,80	107,48
6	57	18	69,97	0,35	36,86	2,32	82,5	22,91	95,21
7	50	7	72,82	0,37	29,81	2,53	74,5	20,48	86,43
8	50	29	79,35	0,40	29,78	1,80	65,0	19,88	119,02
9	50	18	86,38	0,44	31,97	2,04	85,0	27,91	102,09
10	50	18	86,65	0,43	31,29	2,01	84,0	26,40	100,23

Foi observado, também, que as condições da temperatura em níveis baixos e vazão da suspensão em níveis altos, o processo de recobrimento se tornava lento e prejudicado devido a formação de grumos (Apêndice F), formados durante a aspersão da suspensão (corridas 1; 2; 5 e 8), que em certos momentos interferiam na fluidodinâmica, interrompendo o processo, sendo assim necessário a desaglomeração de forma mecânica, com a utilização espátulas protegidas com borracha de silicone para que não causassem danos as sementes.

Analisou-se a implicação dessas ocorrências em outras respostas como no rendimento do processo, que para ser determinado levaram-se em consideração as massas iniciais e finais da partícula, sendo que, alguns grumos, que não se desfaziam por completo mesmos a após a interferência mecânica, eram quantificados como parte da massa final. No entanto, esses aglomerados ao serem analisados macroscopicamente, apresentavam na sua parte interna resquícios da suspensão. Logo, essas amostras de suspensão poderiam influenciar na quantificação da massa final, levando-se a acreditar que o recobrimento fora mais eficiente nestas corridas.

A Perda por aderência e a Taxa de evaporação ilustram bem o cuidado que se deve ter com a temperatura ideal no processo de recobrimento, para que se garanta a evaporação da água da suspensão no intervalo preciso para que se forme o biofilme, pois, caso a taxa de evaporação não seja adequada ocorrerá um excesso de suspensão em contato com as partículas, que devido ao movimento cíclico do processo essa

suspensão que entra em contato com a parede do equipamento por um período maior que o desejável, causando uma perda dessa suspensão de recobrimento.

O comportamento da resposta Crescimento das partículas também pode ser induzido a uma análise equivocada, por isso foram feitas imagens em MEV para a constatação da formação do biofilme após cada corrida do planejamento, onde foi constatado o êxito do recobrimento, mesmo ocorrendo aglomeração, no entanto, não se observa correlação do tempo de residência sobre essa resposta.

Para as respostas fisiológicas se pôde observar a tendência da influência do tempo de residência, principalmente, quando o nível da temperatura foi baixo a vazão alta (corrida 2) que proporcionou um tempo de residência longo, do qual gerou-se baixa Germinação (G), causada, provavelmente pelo estresse ao qual as sementes foram expostas. A formação de peliculização irregular, também foi consequência observada nas corridas com tempo de residência mais longas, essa peliculização irregular, também pode ter apresentado influência sobre a resposta Germinação. Mas, também, pôde ser observado que houve diminuição em condições de temperaturas elevadas sendo ela a vazões alta e/ou moderadas, sugerindo-se assim, que a temperatura tem influência sobre as propriedades fisiológicas na faixa executada nesse trabalho. Sendo que, mesmo com a diminuição de sementes germinadas o índice de velocidade de germinação (IVG) mostrou-se pouco influenciado dentro do domínio experimental deste trabalho.

4.7.4. Análise da Diferença Honestamente Significativa (Análise de Tukey)

Foi possível analisar se os resultados das respostas fisiológicas apresentavam diferença estatística entre si, por serem respostas com comportamento mensurável antes e após o processo, como se pode observar através da Figura 4.23, que descreve o comportamento das respostas Germinação (Figura 4.23a) e do Índice de Velocidade de Germinação (Figura 4.23b), no qual se pode observar a mudança nos valores obtidos por essas respostas. Para isso, averiguou-se a diferença entre esses valores, analisando-se os valores das respostas germinação e índice de velocidade de germinação, que foram obtidas em 4 repetições, tanto para a condição *in natura* quanto para cada condição do planejamento experimental em relação as médias comparativas significativas (análise de tukey).

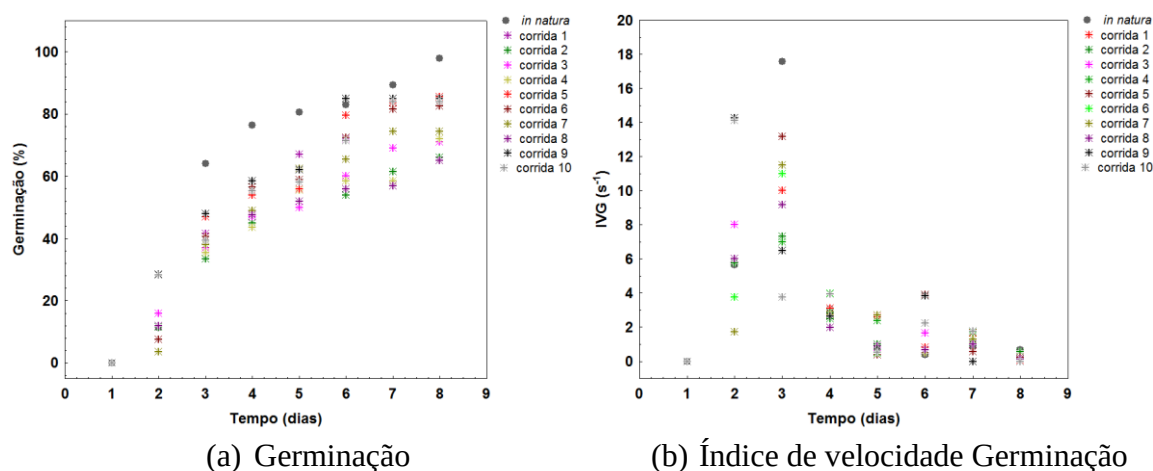


Figura 4.23. Comportamento Fisiológico da linhaça nas condições dos experimentos

4.7.4.1. Análise das médias comparativas significativas (Análise de Tukey) para a Germinação

Os resultados da germinação, na condição *in natura* e das condições do planejamento experimental, foram submetidos à análise de variância para os ensaios inteiramente casualizados, com 4 repetições (Tabela 4.20).

Tabela 4.20. Comparação das médias significativas pra Germinação

Condições	Porcentagem de Germinação (%)				
	Repetições				Média
<i>in natura</i>	98	96	100	98	98 ^a
1	74	98	98	66	84 ^{ab}
2	44	84	60	76	66 ^b
3	72	70	62	80	71 ^b
4	78	66	76	68	72 ^b
5	84	90	84	84	85,5 ^{ab}
6	82	86	84	78	82,5 ^{ab}
7	82	76	72	68	74,5 ^b
8	56	70	76	58	65 ^b
9	66	96	90	88	85 ^{ab}
10	84	83	86	83	84 ^{ab}

(a, b) Médias seguidas de mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey 5%

De acordo com a análise das médias significativas (Tabela 4.20) se tem dois grupos de valores homogêneos (a e b), dentre esses grupos distintos, a metade das corridas experimentais diferiram do valor obtido na condição *in natura*, ou seja, certas condições do planejamento causou dano às sementes, como fissuras e desgaste a sua estrutura devido ao movimento cíclico que ocorre dentro do leito, reduzindo a

porcentagem de germinação em comparação com as sementes *in natura*, onde as condições do planejamento que diferiram da condição *in natura* não apresentam a letra **a**, na sua sequência.

Observa-se que a germinação das sementes foi afetada pelas condições do planejamento ao compararmos com seus valores *in natura*. Entretanto, o quanto essa diferença foi significativa é visualizada na Tabela 4.21, obtida através do teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

A análise de variância (Tabela 4.21) apresenta o valor de $F_{\text{calculado}}$ maior que o $F_{\text{crítico}}$, demonstra que os tratamentos propostos pela matriz de planejamento surtiu influência significativa sobre a variável de resposta Germinação e, apresentando a diferença mínima entre as médias da germinação que as tornaram significativas de 14,51, através do teste de Tukey.

Tabela 4.21. Análise da variância dos valores da Germinação

Fonte de Variação	Teste F					Teste de Tukey
	GL	SQ	QM.	$F_{\text{calculado}}$	$F_{\text{crítico}}$	Diferença Mínima Significativa (Δ)
Tratamentos	10	3998,182	399,8182	4,3936	2,1300	14,51
Resíduos	33	3003	91			
Total	43	7001,182				

Foi construído um gráfico dos valores médios da germinação das sementes *in natura* e recobertas para cada ensaio experimental (Figura 4.24). Onde os desvios padrões observados são os desvios entre as medidas individuais para cada condição, no qual foi observada uma diminuição bem acentuada na porcentagem de germinação nas corridas 2, 3, 4, 7 e 8 do planejamento e, nas demais houve redução neste parâmetro, mais ainda são considerados bons, confirmando a análise de Tukey.

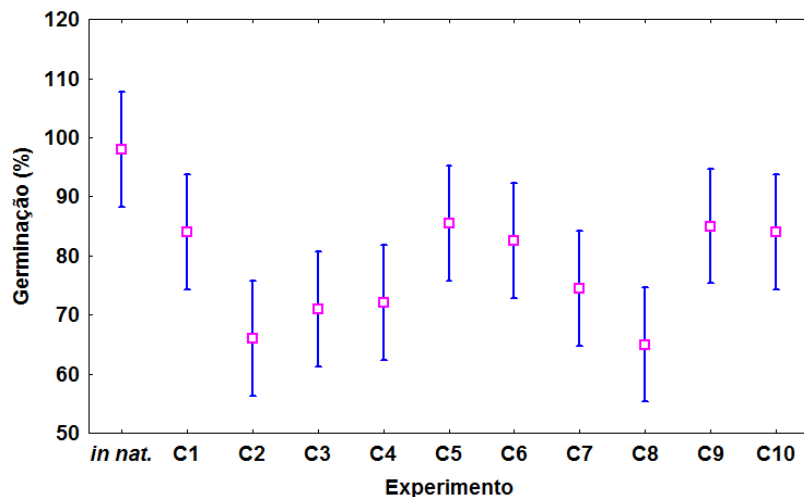


Figura 4.24. Germinação média das sementes recobertas e *in natura*

4.7.4.2. Análise das médias significativas (Análise de Tukey) para Índice de Velocidade de Germinação

A análise das médias comparativas significativas (Tabela 4.22) para o IVG gerou quatro grupos de valores homogêneos (a, b, c, d), entretanto mesmo havendo a formação desses grupos distintos, a maioria dos casos é semelhante entre si.

Tabela 4.22. Comparação das médias significativas pra Índice de velocidade de germinação

Condições	Porcentagem de Índice de Velocidade de Germinação (t^{-1})				
	Repetições				Média
<i>in natura</i>	29,61	26,92	30,86	32,23	29,90 ^a
1	19,86	29,58	27,08	19,53	24,01 ^{abcd}
2	12,86	23,66	19,25	21,26	19,26^d
3	20,49	21,58	21,07	22,06	21,3 ^{bcd}
4	19,63	18,25	18,72	19,42	19,05^d
5	22,83	25,8	23,97	22,62	23,80 ^{abcd}
6	22,49	25,27	21,16	22,22	22,78 ^{bcd}
7	21,34	20,99	21,93	17,68	20,48 ^{cd}
8	18,35	19,95	22,38	18,82	19,87^{cd}
9	22,97	28,5	31	29,17	27,91 ^{ab}
10	24,5	24,54	28,56	27,95	26,39 ^{abc}

(a, b,c,d) Médias seguidas de mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey 5%

No qual se pode inferir que este comportamento ocorreu nas circunstâncias em que a variável X_2 (vazão da suspensão) se encontravam nos níveis mais elevados do planejamento, o que causou uma exposição de tempo maior das sementes ao processo de recobrimento. Assim, pela análise de *Tukey* estas corridas experimentais

apresentaram diferença significativa em comparação com as sementes *in natura*, juntamente com as corridas experimentais 3, 6 e 7.

Sendo que, neste último caso, as corridas experimentais foram realizadas com a variável X_1 em seus níveis mais elevados, que gerou um distanciamento menos inciso no valor do IVG comparando aos valores observados nas corridas 2, 4 e 8.

Os desvios padrões observados no gráfico dos valores médios do índice de velocidade de germinação das sementes *in natura* e recobertas (Figura 4.25) mostram que houve redução, assim como ocorreu com a germinação, entretanto, este parâmetro mesmo que tenha sido reduzido ficou distribuído em um intervalo de valores próximos, no qual é observado pelo gráfico que as reduções mais discrepantes ocorreram nas corridas experimentais 2, 4 e 8.

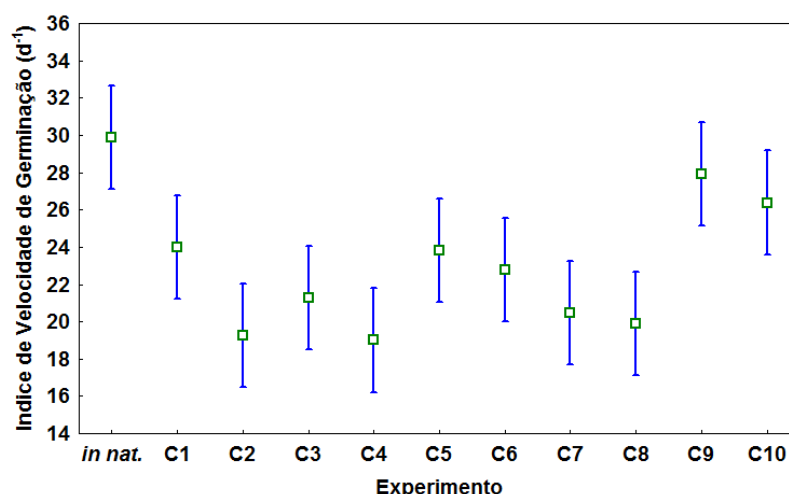


Figura 4.25. Índice de velocidade de germinação média das sementes recobertas e *in natura*.

O valor de $F = 7,17$ apresentado pela análise de variância (Tabela 4.23) demonstra que IVG obtido em cada tratamento difere significativamente ao nível de 5% de probabilidade e, valor = 4,15 é a diferença mínima entre as médias do índice de velocidade de germinação para que sejam significativas.

Tabela 4.23. Análise da variância dos valores do Índice de velocidade de germinação

Fonte de Variação	Teste F					Teste de Tukey
	GL	SQ	QM	$F_{\text{calculado}}$	$F_{\text{crítico}}$	Diferença Mínima Significativa (Δ)
Tratamentos	10	534,8243	53,4824	7,1711	2,1300	4,15
Resíduos	33	246,1143	7,4580			
Total	43	780,9386				

4.8. ANÁLISE DO RECOBRIMENTO ATRAVÉS DA IMAGEM DAS SEMENTES RECOBERTAS

Ao observar as imagens da superfície *in natura* e recoberta (Figura 4.26 e 4.27) se pode notar à diminuição das áreas com ceras, que davam a impressão de rugosidade, comportamento semelhante foi obtido por VICENTINO *et al.* (2011) que recobriu uvas pelo método da imersão, utilizando filmes de amido de mandioca. Entretanto, também se nota em algumas regiões a formação de bolhas, que podem ter se formado devido ao método dinâmico aplicado para o recobrimento das sementes.

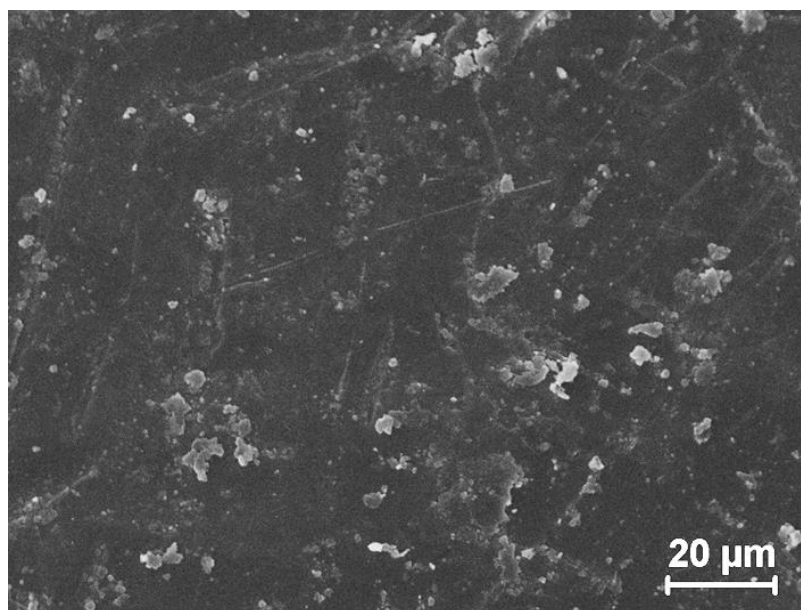


Figura 4.26. Imagem da superfície da semente *in natura*

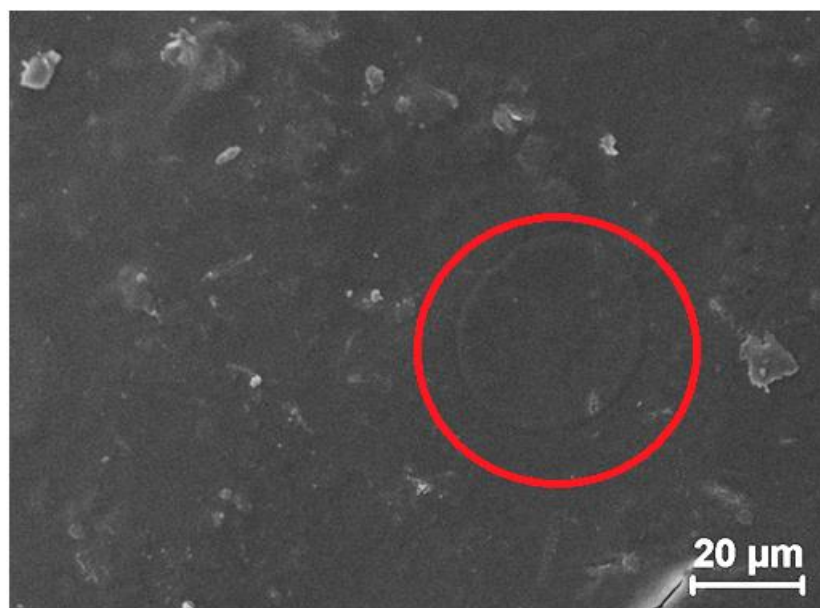


Figura 4.27. Imagem da superfície da semente recoberta

Nas imagens do corte transversal (Figura 4.28 e 4.29) das amostras (controle e recoberta) observa-se que a película de recobrimento alcança toda a extensão da semente, formando uma película homogênea, mostrando que ocorreu uma interação significativa entre o revestimento e a superfície da semente.



Figura 4.28. Imagem do corte transversal da semente in natura (amostra controle)

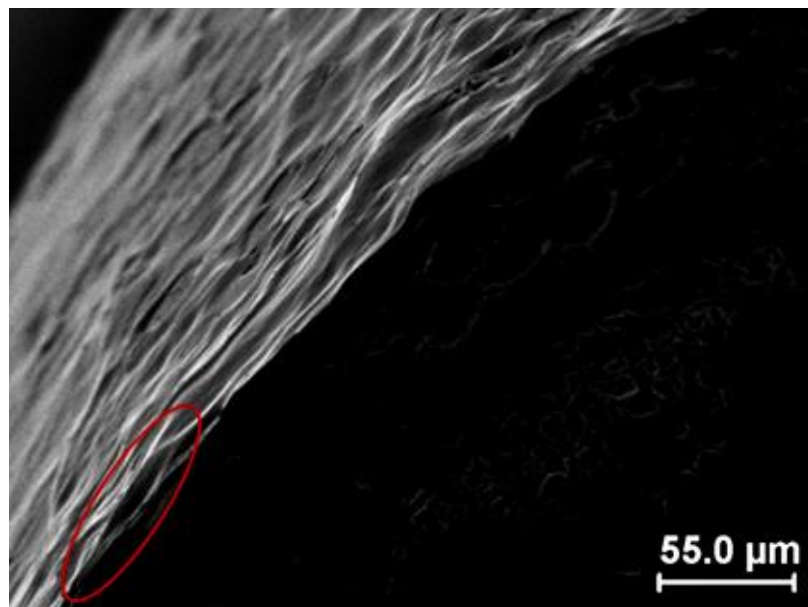


Figura 4.29. Imagem do corte transversal da semente recoberta

A película formada durante o processo não modificou a aparência das sementes proporcionando um recobrimento sem aglomerados como observado pelo recobrimento por imersão, mostra-se assim superior sobre o processo por imersão, ao constatarmos que a peliculização se mostra discreta, assim não pode objeto que influencie na escolha

do consumidor. O recobrimento em leito dinâmico mostrou-se adequado para o processo mesmo diminuindo os valores das respostas fisiológicas, mas mantendo-as, ainda na faixa de aceitabilidade, conforme FLOSS (1983).

4.9. FUNÇÃO DESEJABILIDADE

A otimização do processo de recobrimento diante das variáveis independentes, X_1 e X_2 , as quais representam temperatura do ar de entrada e vazão de suspensão, respectivamente foi realizada com o auxílio da técnica de otimização simultânea denominada “Função Desejabilidade” proposta por DERRINGER e SUICH (1980), descrita em AKHANAZAROVA e KAFAROV (1982) e BARROS NETO *et al.* (2007).

Na Tabela 4.24 é descrita a programação estabelecida no *software* Statistica® 7.0 para a entrada dos valores numéricos necessários à otimização do processo de recobrimento. Nesta Tabela são especificados os valores numéricos para o limite mínimo (LI), o valor mediano (M) e o limite superior (LS) que determinam a importância da função para encontrar o valor médio desejado, como também os valores dos expoentes s e t (Apêndice D) que determinam a importância da função para encontrar o valor médio desejado.

Os valores descritos entre 0 e 1, onde 0 foram utilizados para representar um valor completamente indesejado e o valor 1 o mais desejável, respectivamente. A otimização foi realizada apenas para os modelos que apresentaram as resposta que sofreram alguma influência estatística diante das variáveis de entrada.

Tabela 4.24. Parâmetros utilizados na otimização das respostas do processo de recobrimento em leito de jorro

Respostas	LI	M	LS	s	t
Eficiência do Processo	64,67(0)	82,29 (1)	99,91 (1)	10	10
Crescimento das Partículas	0,33 (0)	0,42 (1)	0,51 (1)	10	10
Perda por Aderência	29,78 (1)	38,35 (0)	46,93 (0)	5	5
Taxa de Evaporação do Processo	1,80 (0)	2,25 (1)	2,71 (1)	1	1
Germinação	65,00 (0)	75,25 (1)	85,5 (1)	10	10

O Diagrama da Função Desejabilidade (Figura 4.30) para o domínio experimental obtido apresentou um valor de 0,96300, que de acordo com a classificação

de AKHANAZAROVA e KAFAROV (1982) é considerado como uma resposta aceitável e excelente.

Considerou-se como níveis desejáveis indicados na Tabela 4.24, um patamar de desejabilidade 1, acima de 80% para eficiência do processo, acima de 0,4% para o crescimento das partículas, acima de 2,25% para taxa de evaporação, e acima de 75 % para germinação. Já para a perda por aderência o desejável que obtenha abaixo de 29,78%.

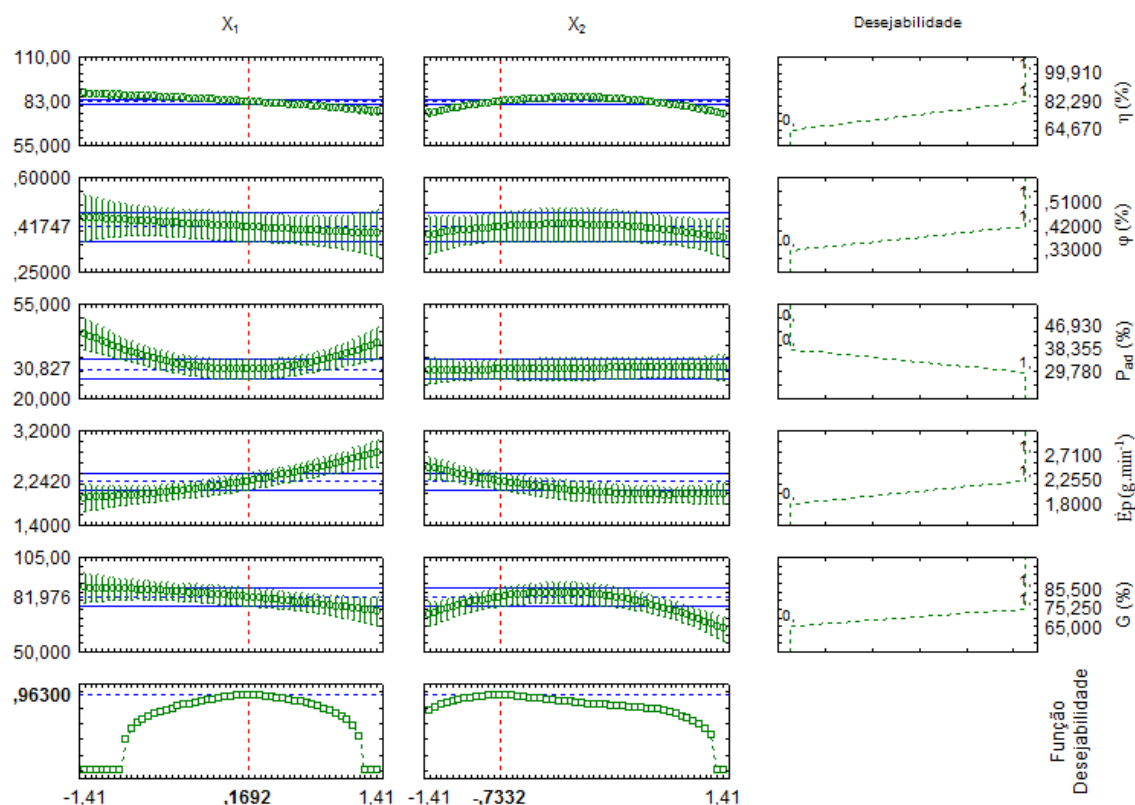


Figura 4.30. Perfis para os valores preditos e a função desejabilidade

Os perfis de desejabilidade para as respostas otimizadas estão representadas na Figura 4.30, onde se indica que os níveis das variáveis X_1 e X_2 que otimizam as respostas deste trabalho através da linha tracejada em vermelho os valores codificados de 0,1692 e -0,7332, respectivamente, que correspondem a temperatura do ar de entrada de 50,85°C e vazão da suspensão de 12,50 mL/min, aproximadamente 51°C e 12 mL/min.

Diante das variáveis de entrada otimizadas são esperados os valores de respostas indicadas pelas linhas tracejadas horizontais em azul para cada variável de respostas, onde para eficiência do processo indica-se que um valor de 83%, de 0,42% para o

crecimento das partículas, de 30,83% para perda por aderência, 2,24 g/min para taxa de evaporação e de 81,98% para germinação.

4.10. RESULTADO DA CORRIDA ÓTIMA

A corrida ótima foi realizada de acordo com os valores propostos para as repostas, e ainda foi adicionada 0,05% de dióxido de titânio. O dióxido de titânio é um opacificante utilizado em revestimentos por fornecer uma coloração uniforme e, também por facilitar a análise da superfície recoberta, segundo DONIDA (2000) e, utilizado em vários trabalhos como, COSTA (2003), LOPES (2007) e COSTA (2010). A suspensão foi colocada em agitação em homogeneizador Marca Turrax a 2 rpm, por 1 min. Após esse processo a suspensão foi gelatinizada obtendo-se uma suspensão com tonalidade esbranquiçada devido a presença do dióxido de titânio (Figura 4.31) .

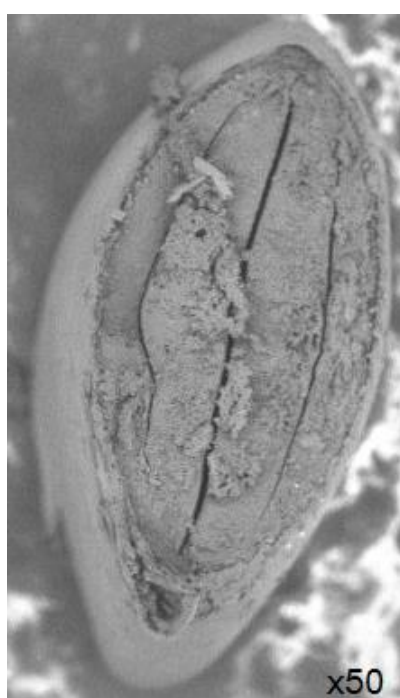


Figura 4.31. (a) sementes recobertas na condição ótima e, (b) sementes *in natura*.

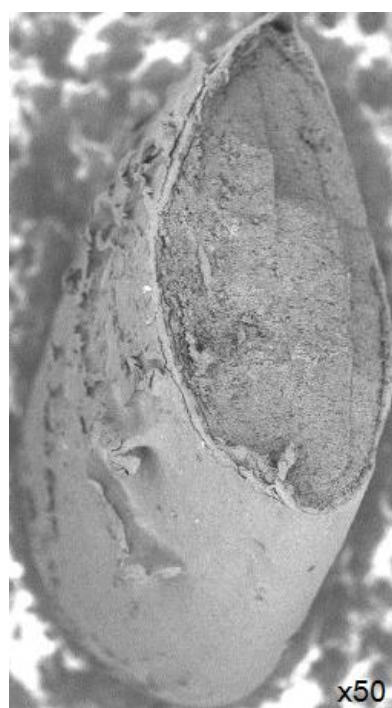
O processo de recobrimento durou 97,09 min, proporcionando valores bem próximos aos sugeridos pela função desejabilidade, conforme a Tabela 4.25. Na Tabela 4.25 se observar que os valores obtidos apresentaram desvios relativos (DR) baixos que confirmaram a predição realizada pela função desejabilidade.

Tabela 4.25. Valores obtidos na otimização das respostas do processo de recobrimento em leito de jorro

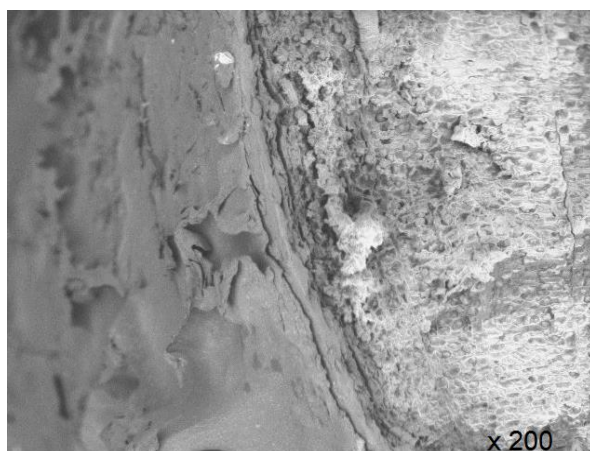
Respostas	Função Desejabilidade		DR (%)
	Proposto	Obtido	
Eficiência do Processo (%)	83,00	82,94	0,07
Crescimento das Partículas (%)	0,42	0,43	2,32
Perda por Aderência (g/min)	30,83	44,14	30,15
Taxa de Evaporação do Processo (%)	2,24	2,15	4,19
Germinação (%)	81,98	90,5	9,41



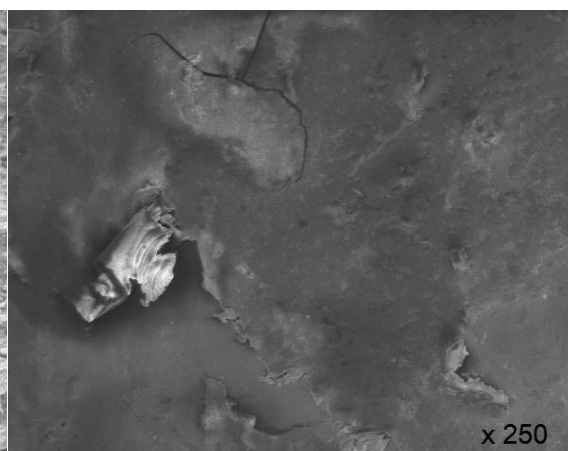
(a) Semente sem película polimérica



(b) Semente peliculizada



(c) Área com rugosidades na película



(d) Fissura na película

Figura 4.32. Imagens das Sementes de linhaça na condição da Função desejabilidade

Mesmo que a resposta perda por aderência tenha apresentado um desvio de 30,15%, isso se deveu a inserção de corante dióxido de titânio não ser solúvel em água. Que provocou uma perda acima do estipulado para a condição ótima, no entanto, sem comprometimento das outras respostas. Isto pode ser observado através da eficiência do recobrimento e pelas imagens do MEV (Figura 4.32) onde se pode observar a presença da película sobre as sementes.



(a) Sementes recobertas no 3º dia do teste de germinação



(b) Sementes sem película no 7º dia do teste de germinação



(c) Sementes recobertas no 7º dia do teste de germinação

Figura 4.33. Germinação das sementes recobertas na condição ótima

Na Figura 4.32a se pode observar a uniformidade da semente de linhaça sem peliculização e, na semente recoberta (Figura 31b) as áreas em que a película apresenta rugosidades e/ou falhas (Figuras 4.32c e 4.32d) que pode ser fruto do choque entre as partículas durante o processo.

Apesar da inserção do corante na suspensão de recobrimento a resposta Germinação ainda gerou valores acima do sugerido pela Função desejabilidade e, que pode ser visualizada através da Figura 4.33, que mostra a germinação obtida pela corrida ótima com o desenvolvimento de forma vigorosa de suas plântulas.

4.10.1. Análise da atividade de água

A atividade de água foi analisada a temperatura 25 °C para as sementes *in natura* e recoberta sumarizadas na Tabela 4.26, na qual se pode observar que as sementes de linhaça *in natura* apresentavam uma atividade água em torno de 0,6, esse valor pode acarretar a sementes condições de desenvolvimento de bolores e leveduras, por exemplo.

Já as sementes com películas apresentaram atividade de água em torno de 0,5. Este valor de a_w de água dá a sementes uma melhor segurança de ser utilizada sem o risco de presença de microrganismos. Além, de proporcionar uma maior longevidade as sementes já que a atividade de água mede a disponibilidade da água que participa dos processos físico-químicos das sementes, conforme observado ROBERTS e ELLIS (1989) e ARAÚJO *et al.* (2001).

Figura 4.26. Valores de atividade de água da semente de linhaça

Linhaça	X_{bs} (%) $\pm$ desvio padrão	a_w $\pm$ desvio padrão
<i>in natura</i>	8,18 $\pm$ 0,05	0,6224 $\pm$ 0,16
Recoberta	5,09 $\pm$ 0,03	0,3454 $\pm$ 0,15

4.11. TRABALHOS GERADOS DA TESE

4.11.1. Patente

4.11.1.1. Processo de proteção de alimentos e/ou sementes com película polissacarídica em leitos dinamicamente ativos e Alimentos ou sementes protegidas por películas polissacarídicas

Patente requerida sobre o processo de peliculização submetida ao INPI

RESUMO

O presente pedido de Patente de Invenção refere-se a aplicação de processo de peliculização em leitos dinamicamente ativos no recobrimento de semente e ou alimentos processados. Para formulação da película polissacarídica é realizada a redução da umidade em estufa do polissacarídeo, em seguida são adicionados água e poliól em frações percentuais e aquecidos em banho maria até ponto de gelatinização dos grânulos do polissacarídeo, caracterizada por suspensão. Para o processo de peliculização das sementes, a suspensão é aspergida em sistema de leito dinâmico com pressão de atomização e temperatura de ar controlados. O processo de proteção por peliculização das sementes é comprovado em função da eficiência do processo, perda por aderência, crescimento de partícula, atividade de água e controle microbiológico para bolores e leveduras, coliformes termotolerantes e salmonelas dos alimentos e/ou sementes in natura e peliculizadas.

4.11.2. Artigos

4.11.2.1. Avaliação experimental do comportamento fluidodinâmico de sementes de linhaça em leito fluidizado e jorro - Experimental evaluation of the fluid dynamic behavior of linseed fluidized bed and spouted bed

Primeiro artigo oriundo da tese, aceito pela Revista Ciência Rural sob a **Qualis: B1**, submetido com o resumo abaixo:

RESUMO

O processamento de partículas em leitos móveis, como o leito fluidizado e o leito de jorro, são comumente empregados em operações de secagem, recobrimento e granulação de sistemas particulados, com aplicações nas indústrias química, farmacêutica, e atualmente na agrônômica, em especial no tratamento/revestimento de sementes. Este trabalho tem como objetivo analisar o comportamento fluidodinâmico, em leito fluidizado e jorro, para diferentes cargas de sementes de linhaça (*Linum*

usitatissimum L.); obter as curvas fluidodinâmicas dos leitos: fluidizado e de jorro, estimando os parâmetros fluidodinâmicos correlacionados a cada processo. No leito fluidizado foram determinados: a velocidade de mínima fluidização, queda de pressão na mínima fluidização e, porosidade de mínima fluidização e, para o leito de jorro, foram estimados a velocidade de mínimo jorro, queda de pressão máxima e queda de pressão no jorro estável. Estes parâmetros foram comparados com os valores obtidos de correlações clássicas da literatura, sendo observados baixos desvios percentuais para os mesmos. Avaliou-se a influência da fluidodinâmica sobre a qualidade fisiológica das sementes através dos testes da germinação e do índice de velocidade de germinação. Os resultados obtidos mostraram que após o processamento nos leitos fluidizados e de jorro a germinação das sementes foi de 93,75 e 97%, respectivamente.

4.11.2.1. Estudo do recobrimento a base de amido de mandioca em sementes de linhaça em leito de jorro

Segundo artigo a ser submetido a Revista Powder Technology contendo o resumo abaixo:

RESUMO

A aplicação de recobrimento biopolímero a base de amido de mandioca (*Manihot esculenta* Crantz) em sementes de linhaça foi avaliado utilizando um processo dinâmico, no caso, o leito de jorro. As sementes de linhaça (*Linum usitatissimum* L.) foram submetidas a caracterização física e fisiológica para se avaliar a influencia do processo de recobrimento, que mantivessem a boa produtividade ao promover plantas com altos índices de germinação, o amido foi avaliado através de imagens de MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura) e análises de composição pelo EDS (Espectroscopia por dispersão de Energia), visando garantir a obtenção de biofilmes sem contaminantes. Em seguida, foi realizado um planejamento composto central rotacional (PCCR) contendo como variáveis de entrada: temperatura do ar (T_{ar}) e vazão da suspensão (Q_s) com uma matriz de 10 corridas experimentais, diante do qual se avaliou as respostas físicas: rendimento do processo (η) e crescimento da partícula (δ), e as respostas fisiológicas: germinação (G) e índice de velocidade de germinação (IVG). As respostas fisiológicas também foram avaliadas através da comparação das médias significativas (análise de Tukey).

CONCLUSÕES E SUGESTÕES

5.1. CONCLUSÕES

- A determinação das características físicas, centesimais e qualitativas das sementes de linhaça foi determinada com boa precisão por apresentarem coeficientes de variação abaixo de 10%.
- De acordo com as características físicas as sementes foram classificadas como do grupo D, segundo a classificação de Geldart, ou seja, favoráveis à fluidização em leito de jorro.
- As análises por microscopia eletrônica de varredura e de Espectroscopia por dispersão de Energia realizadas nos grânulos de amido mostrou que ele era constituído de estruturas que variam desde as formas arredondadas irregulares, côncavas característicos de amido com a identificação de apenas carbono e oxigênio, o que se sugere a ausência de impurezas.
- A suspensão definida para o trabalho foi elaborada a partir de Fécula de mandioca *in natura*, por gerar o biofilme mais adequado para a aplicação nas sementes de linhaça.
- O teste preliminar de recobrimento das sementes de linhaça por imersão gerou uma recobrimento irregular nas partículas, constatada através de imagem em microscópio óptico.
- A caracterização da suspensão quanto a massa específica concentração de sólidos apresentou um valor médio de 0,9928 g/mL com coeficiente de variação de 0,69% e, de 2,4482% com coeficiente de variação de 0,49%, respectivamente.
- A análise do ângulo de contato obtida com a partícula e a suspensão biopolimérica apresentou um ângulo em torno de 60,89°, indicando que a partícula é propícia a ser recoberta pela suspensão, por apresentar ângulo menor que 70°.
- As características do leito se mostrou satisfatória para a realização dos testes fluidodinâmicos para da aplicação do recobrimento das sementes de linhaça.

- A suspensão de recobrimento apresentou um comportamento reológico de fluido não newtoniano e tixotrópico, e o modelo que melhor descreveu o comportamento reológico da suspensão foi de Robertson-Stiff com R^2 de 99,64%.
- Apesar de que os parâmetros fluidodinâmicos analisados (ΔPM , ΔP_{je} , ΔP_{mje} U_{mj}), tenham apresentado influencia diante do aumento de carga de partículas, o desenvolvimento fluidodinâmico apresentou comportamento semelhante, não comprometendo a dinâmica do leito de partículas.
- Os parâmetros fluidodinâmicos diante de três pressões diferentes apresentaram aumento em seus valores, com comportamento interessante diante do aumento delas, onde se observou que a pressão até a de 10 psi a instalação da fluidodinâmica era estimulada, a partir de 15 psi observou que a pressão dificultava o início da fluidização.
- As variáveis de entrada do processo, temperatura do ar de entrada e vazão da suspensão, apresentaram influência na execução das corridas experimentais.
- De acordo com a estimativa da análise função desejabilidade para o processo de recobrimento considerando simultaneamente todas as respostas significativas, é obtida quando a temperatura do ar de entrada se encontra em 51°C, a uma vazão da suspensão de 12 ml/min.
- **Diante do trabalho realizado concluiu-se que há viabilidade técnica de aplicação de revestimento biopolimérico em sementes de linhaça utilizando-se o leito de jorro.**

5.2. SUGESTÕES

- Estudar a peliculização em processo intermitentes de injeção da suspensão com a finalidade de incrementar o crescimento da película sobre a partícula.
- Pesquisar a influência de corantes orgânicos e inorgânicos na reologia da suspensão biopolimérica e sua contribuição no processo de peliculização.
- Analisar o comportamento da dinâmica de peliculização diante do aumento de amido na suspensão polimérica.

REFERÊNCIAS

- ABAM. Associação Brasileira dos Produtores de Amido de Mandioca.<
<http://abam.com.br/noticias-detalle.php?id=MDAwNjY=>>. Acessado em:
27/08/2016.
- AHMAD, M., BENJAKULA, S., PRODPRANB, T. *et al.*, “Physico-mechanical and antimicrobial properties of gelatin film from the skin of unicorn leatherjacket incorporated with essential oils”, *Food Technology*, v. 28, pp. 189-199, 2012.
- AKHANAZAROVA, S., KAFAROV, V., *Experimental Optimization in Chemistry and Chemical Engineering*. Mir Publications, Moscow, 1982.
- ALMEIDA, C., ROCHA, S. C. S., “Eficiência do processo de recobrimento de sementes de brócolos recobertas com polímero em leite de jorro”, *Eng. Agríc.*, v. 28, n. 2, pp. 305-314, 2008.
- ALVES, A. I., SARAIVA, S. H., FERREIRA, M. F. S. *et al.*, “Perda de massa em morangos revestidos”. In: *XIV Encontro Latino Americano de Iniciação Científica e X Encontro Latino Americano de Pós-Graduação* – Universidade do Vale do Paraíba, 2011.
- ALVES, R. M. L., GROSSMANN, M. V. E., SILVA, R. S. S. F., “Pregelatinized starches of *Dioscorea alata*—functional properties”, *Food Chemistry*, v. 67, n. 2, pp. 123–127, 1999.
- ALVES, V. D., MALI, S., BELÉIA, A. *et al.*, “Effect of glycerol and amylose enrichment on cassava starch film properties”, *Journal of Food Engineering*, v. 78, n. 3, pp. 941-946, 2007.
- AMARIZ, A., LIMA, M. A. C., TRINDADE, D. C. G. *et al.*, “Recobrimentos à base de carboximetilcelulose e dextrina em mangas ‘Tommy Atkins’ armazenada sob refrigeração”, *Ciência Rural*, Santa Maria, v. 40, n. 10, pp. 2199-2205, out, 2010.
- ANDREUCCETTI, C., CARVALHO, A. R., GARCÍA, T. G. *et al.*, “Effect of surfactants on the functional properties of gelatin-based edible films”, *Journal of Food Engineering*, v. 103, pp. 129-136, 2011.
- ANDREUCCETTI, C., CARVALHO, R. A., GROSSO, C. R. F., “Effect of hydrophobic plasticizers on functional properties of gelatin-based films”, *Food Research International*, v. 42, n. 8, pp. 1113–1121, 2009.
- ARAÚJO, E. F.; CORRÊA, P. C.; SILVA, R. F., “Comparação de modelos matemáticos para descrição das curvas de dessecamento de sementes de milho-doce”, *Revista Pesquisa Agropecuária Brasileira*, Brasília, v. 36, n. 7, pp. 991-995, 2001.

- ARVANITOYANNIS, I., PSOMIADOU, E., NAKAYAMA, A., “Edible films made from sodium caseinate, starches or glycerol”, *Carbohydr. Polym.*, v. 31, pp. 179–192, 1996.
- ASSIS, O. B. G., FORATO, L. A., BRITTO, D., “Revestimentos comestíveis protetores em frutos minimamente processados”, *Higiene Alimentar*, São Paulo, v. 22, n. 160, pp. 99-106, 2008.
- ASTM D6400-04. *Standard Specification for Compostable Plastics*.
- AVÉROUS, L., FRINGANT, C., MORO, L., “Starch-based biodegradable material suitable for thermos forming packaging”, *Starch*, v. 53, pp. 368–371, 2001.
- BACELOS, M. S., FREIRE, J. T., “Capítulo 4 - Segregação de partículas esféricas em leitos de jorro cônicos”. In: Freire, J. T.; Ferreira, M. C (Eds.). (Org.). *Aplicações em Sistemas Particulados*. São Carlos: Suprema, v. 1, pp. 96-112, 2009.
- BALDWIN, E. A., BURNS, J. K., KAZOKAS, W. *et al.*, “Effect of two edible coatings with different permeability characteristics on mango (*Mangifera indica* L.) ripening during storage”, *Postharvest Biology and Technology*, v. 17, pp. 215–226, 1999.
- BALDWIN, E. A., HAGENMAIER, R., BAI, J., *Edible coatings and films to improve food quality*. 2nd ed. Boca Raton, FL: CRC Press., 2012.
- BALDWIN, E. A., NISPEROS-CARRIEDO, M. O., CHEN, X. *et al.*, “Improving storage life of cut apple and potato with edible coating”, *Postharvest Biology and Technology*, v. 9, pp.151–163, 1996.
- BARROS NETO, B. de, SCARMINIO, I. S., BRUNS, R. E., *Planejamento e otimização de experimentos*. Editora Unicamp, Campinas, 1995.
- BARROS NETO, B. de, SCARMINIO, I. S., BRUNS, R. E., *Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria*. 3ed.. Campinas: UNICAMP, 2007.
- BARBOSA A. L. S., *Contribution a l’etude du transfert thermique dans des lits fluidisés: détermination du coefficient de transfert de chaleur entre un lit fluidisé et de petits objets immergés*. Tese de Doutorado, INP-ENSIGC – Toulouse, França, 1994.
- BARBOSA-CÁNOVAS, G. V., FONTANA, J. A., SCHMIDT, S. J. *et al*, *Water activity in foods: fundamentals and applications*. Ames: Blackwell Publishing Professional, 2007.
- BECHER, R. D., SCHLÜNDER, E. U., “Fluidized bed granulation - the importance of a drying zone for the particle growth mechanism”, *Chemical Engineering and Processing*, v. 37, n. 1, pp. 1–6, 1998.

- BELGACEM, M. N., GANDINI, A., “The State of the Art”. In: BELGACEM, M. N., GANDINI, A. *MONOMERS, Polymers and Composites from Renewable Resources*. Oxford: Elsevier, 2008.
- BERGER, F., HAMAMURA, Y., INGOUFF, M. *et al.*, “Double fertilization - caught in the act”, ***Trends in Plant Science***. v. 13, n. 8, pp. 664-670, 2008.
- BERQUIN, Y. F., “*Method and apparatus for granulating melted solid and hardenable fluid products*”, U.S. Patent No. 3.231.413 to PEC, Paris, 1966 (filed 1962). Equivalent Brit. Patent No. 962.265; 1964.
- BERQUIN, Y. F., “A New Granulation Process and its Application in the Field of Fertilizer Manufacture”, ***Génie Chim.***, v. 86, n. 45, 1961.
- BÉTTEGA, R., *Contribuições ao estudo da fluidodinâmica em leito de jorro utilizando-se CFD*. Tese de Doutorado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, UFSCar, São Carlos, SP, Brasil, 2009.
- BIRD, R. B., ARMSTRONG, R. C., HASSAGER, O., ***Dynamics of polymeric liquids***. New York: John Wiley, 1987.
- BOTREL, D. A., SOARES, N. F. F., CAMILLOTO, G. P. *et al.*, “Revestimento ativo de amido na conservação pós-colheita de pera Williams minimamente processada”, ***Ciência Rural***, v. 40, n. 8, ago, 2010.
- BOX, G. E. P., DRAPER, N. R., ***Empirical model building and response surfaces***. New York: John Wiley (Wiley Series in Probability and Mathematical Statistics), pp. 40-48, 1987.
- BOX, G. E. P., HUNTER, J. S., “Experimental design for the exploration and exploitation of response surfaces”. In: CHEW, V., *Experimental design in industry*, New York: John & Wiley Sons, pp. 138-190, 1957.
- BOX, G. E. P., WILSON, K. B., “The experimental attainment of optimum conditions”, ***J. Royal Stat. Soc.***, Oxford, v. B13, pp.1-45, 1951.
- BRAGA, M. B., *Efeitos da molhabilidade e adesão em sistemas sólido-suspensão e filme-suspensão no desempenho do recobrimento em leito de jorro*. Dissertação de Mestrado em Eng. Química, UNICAMP/FEQ, Campinas, SP, Brasil, 2012.
- BRANDELERO, R. P. H., SCHEIDT, R. F., BRANDELERO, E. M., “Sementes de cebola incrustadas com polímeros biodegradáveis”. In: *II Congresso de Ciência e Tecnologia da UTFPR – Campus Dois Vizinhos*, Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Campus DV, 2012.
- BRASIL “Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Teste de germinação”. In: *Regras para análise de sementes*. Brasília: SNAD/DNDV/CLAV, cap.15, p.148, 2009.

- BRITO, G. F., AGRAWAL, P., ARAÚJO, E. M. *et al.*, “Biopolímeros, Polímeros Biodegradáveis e Polímeros Verdes”, **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 6, n. 2, pp. 127-139, ISSN 1809-8797, 2011.
- BRITO, E. S., PINTO, G. A. S., BRUNO, L. M. *et al.*, “A metodologia de superfície de resposta (MSR) na otimização de processos biológicos: A determinação dos valores de pH e temperatura ótimos para a atividade enzimática”, **Embrapa Agroindústria Tropical**, 2003.
- BUTLER, R., “Coatings, films & treatments”, **Seed World**, Des Plaines, v.10, pp.18-24, 1993.
- CAMPOS, V. M. C. Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais. SBRT – Serviço Brasileiro de Resposta. Produção e beneficiamento de sementes de linhaça. Disponível em: <<http://www.sbrt.ibict.br>>. Acesso em: 03 set. 2010.
- CARVALHO FILHO, C. D., HONÓRIO, S. L., GIL, J. M., “Propriedades mecânicas de cerejas (*prunus avium* L.), cv. ambrunés, cobertas com emulsão de cera de carnaúba e zeína”, **B.CEPPA**, Curitiba, v.23, n.1, pp. 23-36, jan/jun, 2005.
- CARVALHO, C. W. P., ASCHERI, J. L. R., GALDEANO, M. C., “Filmes Compostos Biodegradáveis a Base de Amido de Mandioca e Proteína de Soja”, **Polímeros**. v. 24, n. 5, pp. 587-595, 2014. Doi: <http://dx.doi.org/10.1590/0104-1428.1355>.
- CARVALHO, N. M., NAKAGAWA, J., **Sementes: Ciência, Tecnologia e Produção**. Campinas: Fundação Cargill, 1980.
- CEREDA, M. P., BERTOLLINI, A. C., EVANGELISTA, R. M., “Uso do amido em substituição às ceras na elaboração das películas na conservação pós-colheita de frutas e hortaliças: estabelecimento de curvas de secagem”. In: *Congresso Brasileiro de Mandioca*, 7, Resumos... Recife. p. 102, 1992.
- COLPO, E., FRIEDRICH, L., ROSA, C. S. *et al.*, “Benefícios do uso da semente de linhaça”, **Revista Nutrição em Pauta**, n. 81, pp. 25-28, 2006.
- CONAB - Companhia Nacional de Abastecimento – “Mandioca: Período de 01/03 a 31/03/2016”. Conjuntura mensal. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, Brasília. <http://www.conab.gov.br/OlalaCMS/uploads/arquivos/16_04_01_09_37_05_mandiocamarco2016.pdf>. Acesso em 05 de set. de 2016.
- CORRADINI, E., MEDEIROS, C. L. E. S., CARVALHO, J. F. *et al.*, “Estudo Comparativo de Amidos Termoplásticos Derivados do Milho com Diferentes Teores de Amilose”, **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Carlos, v. 15, n. 4, pp. 268-273, out., 2005.
- CORUMBÁ, L. G., *Avaliação da qualidade fisiológica de sementes de feijão-caupi após processo de secagem em leito de jorro*. Tese de Doutorado em Eng. de Recursos Naturais da Amazônia, PRODERNA/UFPA, Belém, PA, Brasil, 2015.

- COŞKUNER, Y., KARABABA, E., “Some physical properties of flaxseed (*Linum usitatissimum* L.)”, **Journal of Food Engineering**, v. 78, n. 3, pp. 1067-1073, 2007.
- COSTA, C. M. L., *Caracterização e análise experimental do recobrimento de sementes de jambu (Spilhantes oleracea) em leito fluidizado*. Tese de Doutorado em Eng. Química, UNICAMP, Campinas, SP, Brasil, 2010.
- COSTA, M. A., *Peletização de sementes de brócolos em leito de jorro cônico*. Tese de Doutorado, UNICAMP, Campinas, SP, Brasil, 2003.
- COUTINHO, A. P. C., *Produção e caracterização de maltodextrinas a partir de amidos de mandioca e batata-doce*. Tese de Doutorado em Agronomia, Universidade Estadual de Ciências Agrônômicas, Botucatu, SP, Brasil, 2007.
- CUI, W. S., “Flaxseed: a functional food for the 21 st century”, **Cand Chem News**, v. 50, n. 5, p.19, 1998.
- DEBEAUFORT, F., QUEZADA-GALLO, J. A., DELPORTE, B. *et al.*, “Lipid hydrophobicity and physical state effects on the properties of bilayer edible films”, **Journal of membrane Science**, v. 180, n. 1, pp. 47-55, 2000.
- DECKER, E. L., FRANK, B., GAROFF, S., “Physics of angle measurement”, **Colloids and Surfaces**, v. 156, pp. 177–189, 1999.
- DEFLOOR, I., DEHING, I., DELCOUR, J. A., “Physico-Chemical Properties of Cassava Starch”, **Starch/Stärke**, v. 50, pp.58–64, 1998.
- DERRINGER, G., SUICH, R., “Simultaneous Optimization Response Variable”, **Journal of Quality Technology**, v. 12, pp. 214-219, 1980.
- DEWETTINCH, K., HUYGHEBAERT, A., “Fluidized bed coating in food technology”, **Trends in Food Science and Techinology**, v.10, p. 163, 1999.
- DITCHFIELD, C., *Estudo dos métodos para medida da atividade de água*. Dissertação de Mestrado em Engenharia Química, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Engenharia Química, São Paulo, SP, Brasil, 2000.
- DONIDA, M. W., *Análise das influências das características do sólido e da suspensão no processo de recobrimento em leito de jorro*. Tese de Doutorado em Eng. Química, UNICAMP/FEQ, Campinas, SP, Brasil, 2004.
- DUAN, X., BURRIS, J. S., “Seed physiology, production & technology: film coating impairs leaching of germination inhibitors in sugar beet seed”, **Crop Science**, Madison, v. 37, n. 2, pp. 515-520, 1997.
- ELLIS, R.P., COCHRANE, M. P., DALE, M. F. B. *et al.*, “Starch production and industrial use (Review)”, **Journal of Science Food and Agriculture**, London, v. 77, n. 3, pp. 289-311, 1998.

- FAKHOURI, F. M., FONTESA, L. C. B., INNOCENTINI-MEIB, L. H. *et al.*, “Effect of fatty acid addition on the properties of biopolymer films based on lipophilic maize starch and gelatin”, **Food Technology**, v. 61, pp. 528-536, 2009.
- FAO. Agricultural production, primary crops. Roma, [2012]. Disponível em: <<http://www.fao.org>>. Acesso em: 9 de abr. 2014.
- FAO. Food and Agriculture Organization of the United Nations. Cultivos. 2013. Disponível em: <<http://faostat3.fao.org/faostat-gateway/go/to/browse/Q/QC/S>>. Acesso em: 06 mar. 2014.
- FARIAS, A. R. N., SOUZA, L. S., MATTOS, P. L. P. *et al.*, **Aspectos Socioeconômicos e Agronômicos da Mandioca**. 1ª ed. Cruz das Almas: Embrapa. *Mandioca e Fruticultura Tropical*, 2006.
- FELLOWS, P. J., **Tecnologia do Processamento de Alimentos: Princípios e prática**. Tradução: Florencia Cladera Oliveira et al – 2º edição – Porto Alegre: Artmed. 2006.
- FENNEMA, O.R., **Química de los alimentos**. 2.ed. Zaragoza: Acribia. 2000.
- FILKOVA, I., CEDIK, P., *Advances in Drying. Hemisphere Publishing Corporation*. Cap. V: Nozzle Atomization in Spraying Drying, v. 3, p. 181-214, 1984.
- FLOSS, E. L., *Linho, cultivo e utilização*. Boletim Técnico nº3 – mai/83. ISSN 0101-613X. Universidade de Passo Fundo. Faculdade de Agronomia. 1983.
- FONTES, L. C. B., SARMENTO, S. B. S., SPOTO, M. H. F. *et al.*, “Conservação de maçã minimamente processada com o uso de películas comestíveis”, **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, v. 28, n. 4, p. 872-880, out.-dez, 2008.
- FONTANELLA, C. A., *Recobrimentos hidrofóbicos para uso em isoladores porcelânicos de alta tensão*. Dissertação, UFSC, Departamento de Engenharia Mecânica/ UFSC, Florianópolis, SC, Brasil, 2007.
- FRANCHETTI, S. M. M., MARCONATO, J. C., “Polímeros biodegradáveis - uma solução parcial para diminuir a quantidade dos resíduos plásticos”, **Química Nova**, v. 29, n. 4, p. 811-816, 2006.
- FREIRE, J. T., OLIVEIRA, W. P., “Aspectos Tecnológicos dos Processos de Recobrimento de Partículas”. In: *Tópicos Especiais de Secagem*, v.1, Universidade Federal de São Carlos, 1992.
- FREIRE, J. T., SILVEIRA, A. M., *Fenômenos de Transporte em Sistemas Particulados: Fundamentos e Aplicações (Transport phenomena in particulate systems: Fundamentals and applications)*. São Carlos: Suprema (In Portuguese). 2009.

- GALLO, J. A. Q., DEBEAUFORT, F., CALLEGARIN, F. *et al.*, “Lipidic hydrophobic, physical state and distribution effects on the properties of emulsion-based films”, **J. Membr. Sci.**, v. 180, n. 1, pp. 37- 46, 2000.
- GARCIA, D. M., “Análise de atividade de água em alimentos armazenados no interior de granjas avícolas”, **Acta Scientiae Veterinariae**, v.32, n.3, pp. 251-252, 2004.
- GARCÍA, M. A., PINOTTI, A., MARTINO, M. N. *et al.*, “Characterization of starch and composite edible films and coatings”. In: *Edible Films and Coatings for Food Applications*, p.169-210. New York: Springer, 2009.
- GELDART, D., **Gas fluidization technology**. John Wiley & sons, Inc. New York, 1986.
- GELDART, D., “Types of Gas Fluidization”, **Powder Technology**, v.7, pp. 285-292. 1973.
- GENTIL, D. F. O., FERREIRA, S. A. N., “Preparação das subamostras, temperatura e período de secagem na determinação do grau de umidade de sementes de camu-camu (*Myrciaria dubia* (H.B.K.) McVaugh)”, **Revista Brasileira de Sementes**, v. 24, n. 2, pp. 62-69, 2002.
- GISHLER, P. E., MATHUR, K. B., “A technique for contacting gases with coarse solid particles”, **A.ICh.E.J.**, n. 1, p. 157, 1954.
- GODBILLOT, L., DOLE, P., JOLY, C. *et al.*, “Analysis of water binding in starch plasticized films”, **Food Chemistry, Oxon**, v. 96, n. 3, pp. 380-386, 2006.
- GOMES, F. P., **A Estatística Moderna na Pesquisa Agropecuária**. 3. ed. Piracicaba: Nobel, 1987.
- GRIFFIN, G. J. L., *Synthetic resin sheet material*. [S.l.:s.n], 1977. (US Patent n. 4.021.388).
- GUERREIRO, L. M. R., MENEGUELLI, F. C., “Influência do tratamento térmico e da acidez no comportamento reológico de amidos nativos funcionais de milho cerosos orgânicos comerciais”, **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, v. 29, n. 2., pp. 412-419, 2009.
- GUILBERT S., GONTARD, N., “Agro-polymers for edible and biodegradable films: review of agricultural polymeric material, physical and mechanical characteristics”. Chapter 4.16, In: HAN, J. H. (ed). *Innovations in food packaging*. Elsevier Academic, pp. 263-276, 2005.
- GUILBERT, S., GONTARD, N., “Edible and biodegradable food packaging”, **Special publication-royal society of chemistry**, v.162, n. 1, p. 159, 1995.
- GUILBERT, S., GONTARD, N., GORRIS, L. G. M., “Prolongation of the shelf-life of perishable food products using biodegradable films and coatings”, **LWT-Food Science and Technology**, v. 29, pp.10-17, 1996.

- HARREL, C. R., GHOSH, B. K., BOWDEN, R. O., ***Simulation Using Promodel***. 2nd. ed. New York: McGraw-Hill, 2004
- HARRINGTON, J. F., “Seed storage and longevity”. In: KOZLOWSKI, T. T., *Seed biology*, New York, Academic Press, v. 3, pp. 145–245, 1972.
- HEHENBERGER, E., KRADOLFER, D., KÖHLER, C., “Endosperm cellularization defines an important developmental transition for embryo development”, ***Development***, v. 139, n. 11, pp. 2031-2039, 2012.
- INSTITUTO ADOLFO LUTZ, *Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz: métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 3ª ed. São Paulo: Governo do Estado de São Paulo, v. 1, 1985.
- IRISSIN-MANGATA, J., BAUDUIN, G., BOUTEVIN, B. *et al.*, “New plasticizers for wheat gluten films”, ***European Polymer Journal***, v. 37, n. 8, pp. 1533-1541, 2001.
- IVESON, S. M., LITSTER, J. D., HAPGOOD, K. E. *et al.*, “Nucleation, growth and breakage phenomena in agitated wet granulation processes: a review”, ***Powder Technol.***, v. 117, pp. 3-39, 2001.
- JIANG, Y. M., LI, Y. B., “Effects of chitosan coating on postharvest life and of logan fruit”, ***Food Chemistry, London***, v.73 , pp. 139-143, 2001.
- JONG, J. A. H., HOFFMANN, A. C., FINKERS, H. J., “Properly determine powder flow ability to maximize plant output”, ***Chemical Engineering Progress***, v. 95, n. 4, pp. 25-34, 1999.
- KRAJCOVA A., SCHULZOVA V., HAJŠLOVA J. *et al.*, “Lignans in flaxseed”, ***Czech J Food Sci.***, v. 27, pp. 252–255. 2009.
- KROCHTA, J. M., MULDER-JOHNSTON, C., “Edible and biodegradable polymer films: challenges and opportunities”, ***Food Technology***, v. 51, n. 2, pp. 60-74, 1997.
- KUCHARSKI, J., KMIÉC, A., “The effect of process parameters on mass distributions and the efficiency of tablets coating in a spouted bed”, ***Drying ' 88***, v. II, pp.27-31, 1988.
- KUDRA, T., MUJUMDAR, A. S., RAGHAVAN, G. S. V., “Gat-to-Particle Heat Transfer in Two Dimensional Spout Beds”, ***Can. J. Chem. Heat and Mass Transfer***, 16: pp. 730-741, 1989.
- KUMAR, M., MOHANTY, S., NAYAK, S. K. *et al.*, “Effect of glycidyl methacrylate (GMA) on the thermal, mechanical and morphological property of biodegradable PLA/PBAT blend and its nanocomposites”, ***Bioresource Technology***, v. 101, n. 21, 2010.

- LABOURIAU, L. G., AGUDO, M., “On the physiology of seed germination in *Salvia hispanica* L. I. Temperature effects”, **Anais da Academia Brasileira de Ciências**, Rio de Janeiro, v. 59, n. 1, pp. 37–56, 1987.
- LANCELOTTI, A., ***Bioplastics in Brazil: Beyond the Green Speech***. Frost & Sullivan, 2010.
- LEMOS, O. L., REBOUÇAS, T. N. H., SÃO JOSÉ, A. B., VILA, M. T. R., SILVA, K. S., “Utilização de biofilmes comestíveis na conservação de pimentão ‘Magali R’ em duas condições de armazenamento”, **Bragantia**, v. 66, pp. 693-699, 2007.
- LEWIS, M. J., ***Propriedades de los alimentos y de los sistemas de procesado***. Zaragoza: Acribia, 1993.
- LOPES, N. E. C., *Identificação e Monitoramento do Regime Fluidodinâmico do leito de Jorro no Recobrimento de Partículas*. Dissertação de Mestrado, UNICAMP/FEQ, Campinas, SP, Brasil, 2007.
- LORENZI, J. O., ***Mandioca***. 2. ed. Campinas: CATI, 2012. 129 p. (Boletim técnico CATI, 245).
- LUVIELMO, M. M., LAMAS, S. V., “Revestimentos comestíveis em frutas”, **Estudos Tecnológicos em Engenharia**, v. 8, n. 1, pp. 8-15, 2013.
- MAGUIRE, J. D., “Speeds of germination-aid selection and evaluation for seedling emergence and vigor”, **Crop Science, Madison**, v. 2, pp. 176-177, 1962.
- MALI, S., GROSSMANN, M. V. E., “Effects of yam starch films on storability and quality of fresh strawberries (*Fragaria ananassa*)”, **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, pp. 7055-7011, 2003.
- MALI, S., GROSSMANN, M. V. E., GARCIA, M. A. *et al.*, “Microstructural characterization of yam starch films”, **Carbohydrate Polymers**, v. 50, pp. 379–386, 2002.
- MALI, S., GROSSMANN, M. V. E., GARCÍA, M. A. *et al.*, “Barrier, mechanical and optical properties of plasticized yam starch films”, **carbohydrate polymers**, v. 56, n. 2, pp. 129-135, jun. 2004.
- MALI, S., GROSSMANN, M. V. E., GARCÍA, M. A. *et al.*, “Effects of controlled storage on thermal, mechanical and barrier properties of plasticized films from different starch sources”, **Journal of Food Engineering**, v. 75, n. 4, pp. 453-460, ago. 2006.
- MALI, S., GROSSMANN, M. V. E., YAMASHITA, F., “Filmes de amido: produção, propriedades e potencial de utilização”, **Semina: Ciências Agrárias**, v. 31, n. 1, pp. 137-156, 2010.

- MALI, S., SAKANAKA, L. S., YAMASHITA, F. *et al.*, “Water sorption and mechanical properties of cassava starch films and their relation to plasticizing effect”, *Carbohydrate Polymers*, v. 60, n. 3, pp. 283-289, mai, 2005.
- MANN, U., “Analysis of Spouted-Bed Coating and Granulation. 1. Bath Operation”, *Ind. Eng. Chem. Process Des., Dev.*, v. 22, pp. 288-292, 1983.
- MARTINS, G. Z., OLIVEIRA, W. P., “Utilização do leito de jorro para a aplicação de revestimento entérico em cápsulas gelatinosas duras”, *Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas*, v. 39, n. 3, 2003.
- MATEUS, N. B., BARBIN, D., CONAGIN, A., “Viabilidade de uso do delineamento composto central”, *Acta Scientiarum*, v. 23, pp. 1537-1546. 2001.
- MATHLOUTHI, M., “Water content, water activity, water structure and stability of foodstuffs”, *Food Control*, Guildford, v. 12, n. 7, pp. 409-417, 2001.
- MATHUR, K. B., EPSTEIN, N., *Spouted Beds*. New York, Academic Press, 1974.
- MATHUR, K. B., GISHLER, P. E., “A technique of contacting gases with coarse solid particles”, *AIChE Journal*, v. 1, n. 2, pp. 157-164, 1955.
- MCCABE, W. L., SMITH, J. C., HARRIOTT, P., *Unit operations of chemical engineering*. New York: McGraw-Hill, 1993.
- MENDONÇA, E. A. F., CARVALHO, N. M., RAMOS, N. P., “Revestimento de sementes de milho superdoce (SH₂)”, *Revista Brasileira de Sementes*, v. 29, n. 2, pp. 68-79, 2007.
- MOHANTY, A. K., MISRA, M., DRZAL, L. T. *et al.*, “Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites: An Introduction”. In: MOHANTY, A. K.; MISRA, M.; DRZAL, L. T., *Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites*. Boca Raton: Taylor & Francis, 2005.
- MOHSENIN, N., *Physical properties of plant and animal materials*. New York: Gordon and Breach Science Publisher, pp.587-593, 1970.
- MONTAÑO-LEYVA, B., DA SILVA, G. D., GASTALDI, E. *et al.*, “Biocomposites from wheat proteins and fibers: Structure/mechanical properties relationships”, *Industrial Crops and Products*, v. 43, pp. 545-555, 2013.
- MONTGOMORY, D. C., *Design and Analysis of Experiments*. N. York: Wiley, 1984.
- MONTGOMERY, D. C., *Design and Analysis of Experiments*. John Wiley & Sons, 5^a ed. New York. 2001.
- MOORTHY, S. N., RICKARD, J. E., BLANSHARD, J. M. V., “Effect of solvent extraction on the gelatinization properties of starch and flour of five cassava varieties”, *Journal Sci. Food Agri.*, v. 72, pp. 329-336, 1996.

- MUJURN DAR, A. S., “Developments in Drying”, *Drying '84*, v.1, n., pp. 151-157, 1984.
- MUJUMDAR, A. S., BARROZO, M. A. S., PASSOS, M. L., *Fluidization Engineering. Coating and Agglomeration in Fluidized Beds*. 2 ed. Cap. 3, pp. 98-100, 2014.
- MYERS, R. H., MONTGOMERY, D. C., *Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments*. New York: John Wiley & Sons, 1995.
- NARDON, R. F., “Pesquisa avalia feno da rama de mandioca na alimentação de ovinos e obtém ótima engorda”, *AgroAgenda revista eletrônica*, Santa Catarina, pp.1-3, 2007.
- NETO, B. B., SCARMÍNIO, I. S., BRUNS, R. E., *Como fazer experimentos pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria*. Campinas: Unicamp, 2003.
- NELSON, L. N., COX, M. M., *Lehninger Principles of Biochemistry*. 3rd ed., New York: Worth Publishers, 2000.
- NEVES, C. F. C., SCHVARTZMAN, M. M. A. M., JORDÃO, E., “Técnica para seleção de variáveis aplicada à separação de gases”, *Quim Nova*, v. 25, pp.327-329, 2002.
- NOGUEIRA, G. F., CÉZAR, D., FAKHOURI, F. M. *et al.*, “A importância da linhaça como alimento funcional e sua utilização por universitários do centro universitário amparense”, *Centro Universitário Amparense*, 2010. 15 p. Disponível em: <http://unifia.edu.br/revista_eletronica/revistas/saude_foco/artigos/ano2010/linhaaca.pdf> Acessado em 13 de Março de 2015.
- OLIVEIRA, A. P., “Nutrição e época de colheita do inhame (*Dioscorea* sp.) e seus reflexos na produção e qualidade de túberas”. In: *Simpósio Nacional sobre as Culturas do Inhame e do Taro*, 2., 2002. João Pessoa. Anais... João Pessoa: EMEPA-PB, v. 1, pp. 83-98. 2002.
- OLIVEIRA, M. R., SANTOS, R. F., ROSA, H. A. *et al.*, “Fertirrigação da cultura de linhaça *Linum usitatissimum*”, *Revista Brasileira de Energias Renováveis*, v. 1, pp. 22-32, 2012. Disponível em <http://www.fag.edu.br/novo/arquivos/revista/rbe/1-2011/Artigo_2_2011.pdf> Acessado em 09 de Fevereiro de 2015.
- OLIVEIRA, T.M., PIROZI, M. R., BORGES, J. T. S., “Elaboração de pão de sal utilizando farinha mista de trigo e linhaça”, *Alimentos e Nutrição*, v. 18, n. 2, pp. 141-150, 2007.
- OWER, E., PANKURST, R. C., “The measurement of flow”, 5 ed. New York: *Pergamon Press*, pp. 51-54, 1977.

- WEST, S. H., LOFTIN, S. K., WAHL, M. *et al.*, “Polymers as moisture barriers to maintain seed quality”, **Crop Science**, Madison, v. 25, pp. 941-944, 1985
- PAIVA, A. P., *Metodologia de superfície de resposta e análise de componentes principais em otimização de processos de manufatura com múltiplas respostas correlacionadas*. Tese de Doutorado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, MG, Brasil, 2006.
- PARK, H. J., CHINNAN, M. S., “Gas and water vapor barrier properties of edible films from protein and cellulosic materials”, **Journal of Food Engineering**, Oxford, v. 25, pp. 497-507, 1995.
- PARRA, D. F., TADINI, C. C., PONCE, P. *et al.*, “Mechanical properties and water vapor transmission in some blends of cassava starch edible films”, **Carbohydr. Polym.**, v. 58, pp. 475–481, 2004.
- PASSOS, M. L., MUJUMDAR, A. S., “Effect of cohesive forces on fluidized and spouted beds of wet particles”, **Power Technology**, v. 110, pp. 222-228, 2000.
- PEÇANHA, R. P., MASSARANI, G., “Dimensão característica e forma de partículas”. In: *Encontro sobre escoamento em meios porosos*, 14., 1986, Campinas. Anais... Campinas, v. 1, pp. 302-312, 1986.
- PEGO, J. N., AMBRÓSIO, M., NASCIMENTO, D. S. *et al.*, “Conservação pós-colheita de mamão ‘sunrise solo’ com revestimento comestível a base de fécula de mandioca”, **Enciclopédia Biosfera**, Centro Científico Conhecer - Goiânia, v.11, n. 21,48 p., 2015.
- PEREIRA M. E. C., SILVA, A. S., BISPO, A. S. R. *et al.*, “Amadurecimento de mamão formosa com revestimento comestível à base de fécula de mandioca”, **Ciência e Agrotecnologia**, v. 30, pp. 1116-1119, 2006.
- PESKE, S. T., BARROS, C. S. A., “Produção de Sementes”. In: PESKE, S.T.; ROSENTHAL, M.; ROTA, G. (Ed.). *Sementes: fundamentos científicos e tecnológicos*. Pelotas: UFPel, 1ª edição, pp.12–93. 2003.
- PETRIKOSKI, A. P., *Elaboração de biofilmes de fécula de mandioca e avaliação do seu uso na imobilização de caulinita intercalada com ureia*. Dissertação de Mestrado, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos, Pato Branco, PR, Brasil, 2013.
- PONT, V., SALEH, K., STEINMETZ, D. *et al.*, “Influence of the physicochemical properties on the growth of solid particles by granulation in fluidized bed”, **Powder Technol.**, v. 120, pp. 97-104, 2001.
- PRASAD, K., “Hydroxyl radical-scavenging property of secoisolariciresinol diglucoside (SDG) isolated from flax-seed”, **Mol Cell Biochem.**, v. 168, pp. 117–123. 1997.

- REDDY, N., YANG, Y., “Biofibers from agricultural byproducts for industrial applications”, *Trends in Biotechnology*, v. 23, n. 1, pp. 22-27, 2005.
- RESENDE, O., CORRÊA, P. C., GONELI, A. L. D. *et al.*, “Isotermas e calor isostérico de sorção do feijão”, *Revista Ciência e Tecnologia de Alimentos*, Campinas, v. 26, n. 3, pp. 626-631, 2006.
- RIBEIRO, C., VICENTE, A. A., TEIXEIRA, J. A. *et al.*, “Optimization of edible coating composition to retard strawberry fruit senescence”, *Postharvest Biol. Technol.*, v. 44, pp. 63-70, 2007.
- ROBERTS, E. H., ELLIS, R. H., “Water and Seed Survival”, *Annals of Botany*, v. 63, pp. 39-52. 1989.
- ROCHA, S. C. S., “Recobrimento de comprimidos”. In: *Tópicos Especiais em Secagem*. São Carlos: UFSCAR, Cap. VIII, v. 1, pp. 297–330, 1992.
- ROCHA, A. P. T., ALSINA, O. L. S., SILVA, O. S. *et al.*, “Taxa de evaporação em função do processo de recobrimento de grânulos de quebra pedra”, *R. Bras. Eng. Agríc. Ambiental*, v. 18, n. 10, pp. 1053–1058, 2014. DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/1807-1929/agriambi.v18n10p1053-1058>.
- ROCHA, A. P. T., VASCONCELOS, R. F., ARAÚJO, G. T. *et al.*, “Avaliação do recobrimento de grânulos de quebra-pedra (*Phyllanthus niruri* L.) em leito de jorro-Cinética de liberação de flavonóides”, *Revista Brasileira de Farmácia*, v. 91, pp.103–110, 2011.
- ROCHA, G. O., FARIA, M. G., CARVALHO, C. W P. *et al.*, “Filmes Compostos Biodegradáveis a Base de Amido de Mandioca e Proteína de Soja”, *Polímeros*, v. 24, n. 5, pp. 587-595, 2014. <http://dx.doi.org/10.1590/0104-1428.1355>.
- ROSA, C. A., *Estudo experimental e numérico da fluidodinâmica e das transferências de calor e massa em um leito de jorro contínuo: uso da técnica CFD*. Tese de D. em Eng. Química, Pós-Graduação em Engenharia Química, UFSCar, São Carlos, São Carlos, SP, Brasil, 2010.
- SATYANARAYANA, K. G., ARIZAGA, G. G. C, WYPYCH, F., “Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers—an overview”, *Progress in Polymer Science*, v. 34, n. 9, pp. 982–1021, 2009.
- SCOTT, W. J., “Water relations of food spoilage microorganisms”, *Advents in Food Reseach*, v. 7, pp. 83–127, 1957.
- SEAB (Secretaria de Estado da Agricultura e do Abastecimento) / Departamento de Economia Rural (DERAL). *Análise da conjuntura agropecuária – Mandiocultura*: Novembro de 2013. Disponível em: < http://www.agricultura.pr.gov.br/arquivos/File/deral/Prognosticos/mandiocultura_2013_14.pdf>. Acesso em 05 de set de 2016.

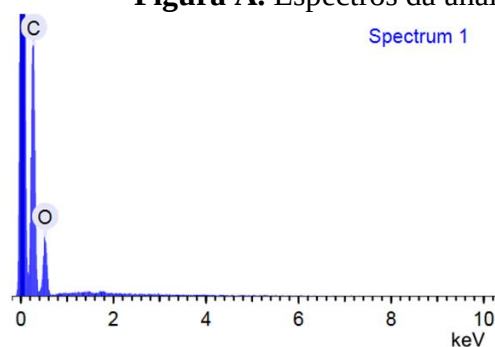
- SEAB (Secretaria de Estado da Agricultura e do Abastecimento) / Departamento de Economia Rural (DERAL). Análise da conjuntura agropecuária-Mandioca Safra 2015/2016. Disponível em: http://www.agricultura.pr.gov.br/arquivos/File/deral/Prognosticos/2016/mandioca_2015_16.pdf. Acesso em: 15 de set de 2016.
- SENAI (Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial)- Alimentos Drageados. Home/Blog: [alimentosbebidas](http://alimentosbebidas.drupalgardens.com/content/alimentos-drageados), 2010. Disponível em: <http://alimentosbebidas.drupalgardens.com/content/alimentos-drageados>. Acesso em: 15 de set de 2016.
- SHIMAZU, A. A., MALI, S., GROSSMANN, M. V. E., “Efeitos plastificante e antiplastificante do glicerol e do sorbitol em filmes biodegradáveis de amido de mandioca”, **Semina: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 28, n. 1, pp. 79-88, jan./mar. 2007.
- SILVA, A. G. P., *Análise experimental da secagem do corante hidrossolúvel de urucum (Bixa orellana L.) em de leito de jorro*. Dissertação M. Eng. Química – PPGEQ/UFGA, Belém, PA, Brasil, 2016.
- SILVA, M. B. L., BERALDO, J. C., DEMATEI, L. R., “Efeito da adição de farinha de linhaça na aceitação sensorial de bolo de chocolate”, **Enciclopédia Biosfera**, v. 5, n. 8, 2009.
- SINGH K. K., JHAMB S. A., KUMAR, R., “Effect of pretreatments on performance of screw pressing for flaxseed”, **J. Food Process. Eng.**, 2011a.
- SINGH, K. K., MRIDULA, D., REHAL, J. *et al.*, “Flaxseed: a potential source of food, feed and fiber”, **Crit. Rev. Food Sci. Nutr.**, v. 51, pp. 210–222, 2011b.
- SINGH, R. P., HELDMAN, D. R., **Introduction to food engineering**. 4ª edição, 2009.
- SKURTYS, O., ACEVEDO, C. A., PEDRESCHI, F. *et al.*, “Food hydrocolloid edible films and coatings”, **Food hydrocolloids: Characteristics, properties and structures**, Nova Sciencen Publishers, 2009.
- SOBCZAR, N., ASTHANA, R., “Wettability, spreading, and interfacial phenomena in high temperature coatings”, **JOM-e**, New York, n. 52, Jan. 2000. Disponível em: <http://www.tms.org/pubs/journals/JOM/0001/Asthana/Asthana-0001.html>. Acesso em: 14 out. 2016.
- SOTHORNVIT, R., PITAK, N., “Oxygen permeability and mechanical properties of banana films”, **Food Research International**, v. 40, n. 3, pp. 365–370, 2007.
- SOUZA, R. C. R., ANDRADE, C. T., “Investigação dos Processos de Gelatinização e Extrusão de Amido de Milho”, **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 10, n. 1, pp. 24-30, 2000.

- SPINA, A. A. T., CARVALHO, N. M., “Testes de vigor para selecionar lotes de amendoim antes do beneficiamento”, **Ciência Agrônômica**, Jaboticabal. v. 1, n.1, p. 10, 1986.
- SWINKELS, J. J. M., “Composition and properties of commercial native starches”, **Starch/Starke**, v. 37, n. 1, pp.1-5, 1985.
- TANADA-PALMU, P. S., GROSSO, C. R. F., “Development and characterization of edible films based on gluten from semi-hard and soft brazilian wheat flours (development of films based on gluten from wheat flours)”, **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, v. 23, n. 2, pp. 264-269, maio-ago, 2003.
- TANADA-PALMU, P. S., PROENÇA, P. S. P., TRANI, P. E. *et al.*, “Recobrimento de Sementes de Brócolos e Salsa com coberturas e Filmes Biodegradáveis”, **Bragantia**, Campinas, v. 64, n. 2, pp. 291-297, 2005.
- TARANTO, O. P., *Monitoramento de regimes e recobrimento de partículas em leitos de jorro bidimensionais*. Tese de Doutorado em Engenharia Química, UNICAMP/FEQ, Campinas, SP, Brasil, 1996.
- THOMPSON, L. U., CUNNANE, S. C., **Flaxseed in human nutrition**. 2.ed. Champaign, Illinois: AOCS, 2003.
- TIAN, S. J., RICKARD, J. E., BLANSHARD, J. M. V., “Physico chemical properties of sweet potato starch”, **Journal of Science and Food Agriculture**, v. 57, pp. 459-491, 1991.
- TOURE A., XUEMING X., “Flaxseed lignans: source, biosynthesis, metabolism, antioxidant activity, bio-active components and health benefits”, **Compr Rev Food Sci Food Saf.**, v. 9, pp. 261–269, 2010.
- TUNALA, L. F., *Desenvolvimento de Equipamento para Recobrimento de Partículas em Leito de Jorro Fluidizado*. Dissertação de M.Sc. em Engenharia Química-UFRRJ, Seropédica, RJ, Brasil, 2005.
- VALLE, T. L., FELTRAN, J. C., CARVALHO, C. R. L. *et al.*, “Mandioca: energia e alimento para o mundo”, **O Agrônomo**, Campinas, v. 59, pp. 29-31, 2007.
- VALLE, T. L., LORENZI, J. O., “Variedades melhoradas de mandioca como instrumento de novação, segurança alimentar, competitividade e sustentabilidade: contribuições do instituto agrônomo de Campinas (IAC)”, **Cadernos de Ciência & Tecnologia, Brasília**, v. 31, n. 1, pp. 15-34, jan./abr. 2014.
- VIANA, V. R., SILVA, R. F. G., SANTOS, F. B. *et al.*, “Estudo do comportamento reológico de pastas de amido nativo com adição de lipídeos”. In: **14º Encontro de Profissionais da Química da Amazônia**, 2015.

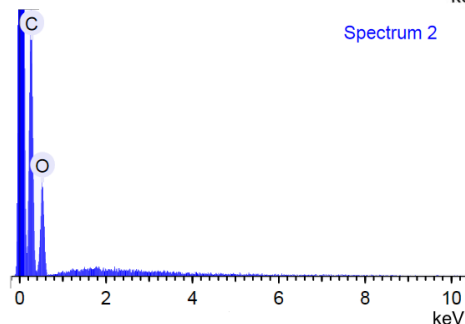
- VICENTINI, N. M., CASTRO, T. M. R., CEREDA, M. P., “Influência de películas de fécula de mandioca na qualidade pós-colheita de frutos de pimentão (*Capsicum annuum* L.)”, **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 19, pp. 127-130, 1999.
- VICENTINO, S. L., FLORIANO, P. A., DRAGUNSKI, D. C., “Filmes de amidos de mandioca modificados para recobrimento e conservação de uvas”, **Quim. Nova**, v. 34, n. 8, pp. 1309-1314, 2011.
- VIEIRA, S., **Estatística experimental**. 2 ed. São Paulo, Atlas, 1999.
- VIEIRA, M. G. A., DONIDA, M. W., ROCHA, S. C. S., “Adhesion of a polymeric suspension to inert particles in a spouted bed”, **Drying Technology**, v. 22, n. 5, pp. 1069-1085, 2004.
- WANG, L. Z., WHITE, P. J., “Structure and properties of amylose, amylopectin and intermediary materials of oat starches”, **Cereal Chemistry**, London, v. 71, n. 3, pp. 263-268, 1994.
- WEBB, P. A., ORR, C., **Analytical Methods in Fine Particle Technology**. Micromeritics Instrument Corporation, USA, 1997.
- WELTI, J., VERGARA, F., “Atividade de água/ Conceito y aplicación em alimentos com alto contenido de humedad”. In: AGUILERA, J. M. *Temas em Tecnologia de Alimentos*. Santiago - Chile, v. 1, pp. 11–26, 1997.
- WOUTERS, I. M. F., GELDART, D., “Characterising Semi-Cohesive Powders using angle of repose. Part. Part”, **Syst. Charact.**, v. 13, pp. 254–259. 1996. doi: 10.1002/ppsc.19960130408.
- WÜRSTER, D. E., *Method of applying coatings to tablets or the like*. U.S. Patent 2, 648.609, 1953.
- WURZBURG, O. B., “Cross – linking starches”. In: WURZBURG, O. B. *Modified starches: properties and uses*. Boca Raton: CRC Press, pp. 41-53, 1986.
- YANG, L., PAULSON, A. T., “Effects of lipids on mechanical and moisture barrier properties of edible gellan film”, **Food Research International**, v. 33, n. 7, pp. 571-578, 2000.
- ZHANG, H., JIANG, Z., GUO, C., “Simulation-based optimization of dispatching rules for semiconductor wafer fabrication system scheduling by the response surface methodology”, **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 41, pp. 110-121, 2009.
- ZARITZKY, N., “Edible coating to improve food quality and safety”. In: AGUILERA, J. M.; SIMPSON, R.; WELTI-CHANE, J. *et al.*, (Ed.). *Food engineering interfaces*. New York: Springer, pp. 631-660, 2011.

APÊNDICE A

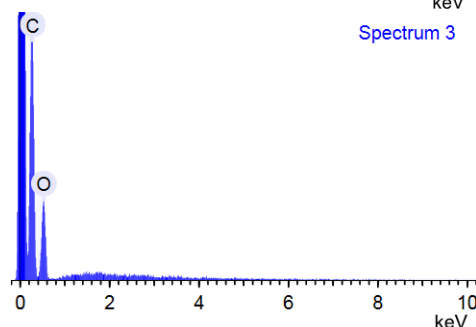
Figura A. Espectros da análise de EDS para as amostras de amido



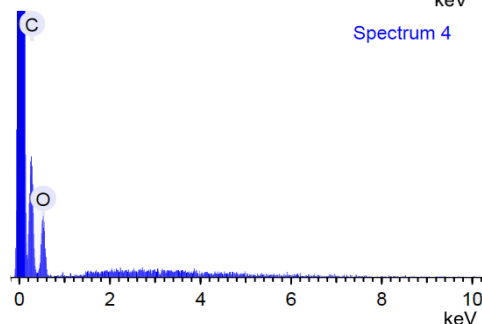
Element	Carbon
Weight %	64,345
Weight % σ	0,851
Atomic %	70,621
	29,379



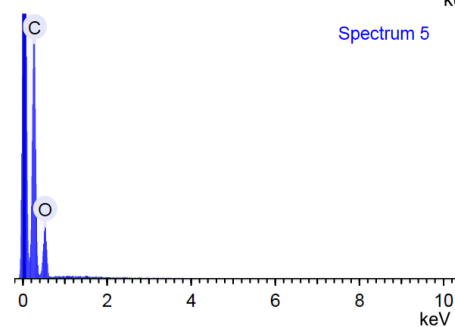
Element	Carbon
Weight %	57,827
Weight % σ	1,046
Atomic %	64,620
	35,380



Element	Carbon
Weight %	59,994
Weight % σ	1,083
Atomic %	66,640
	33,360



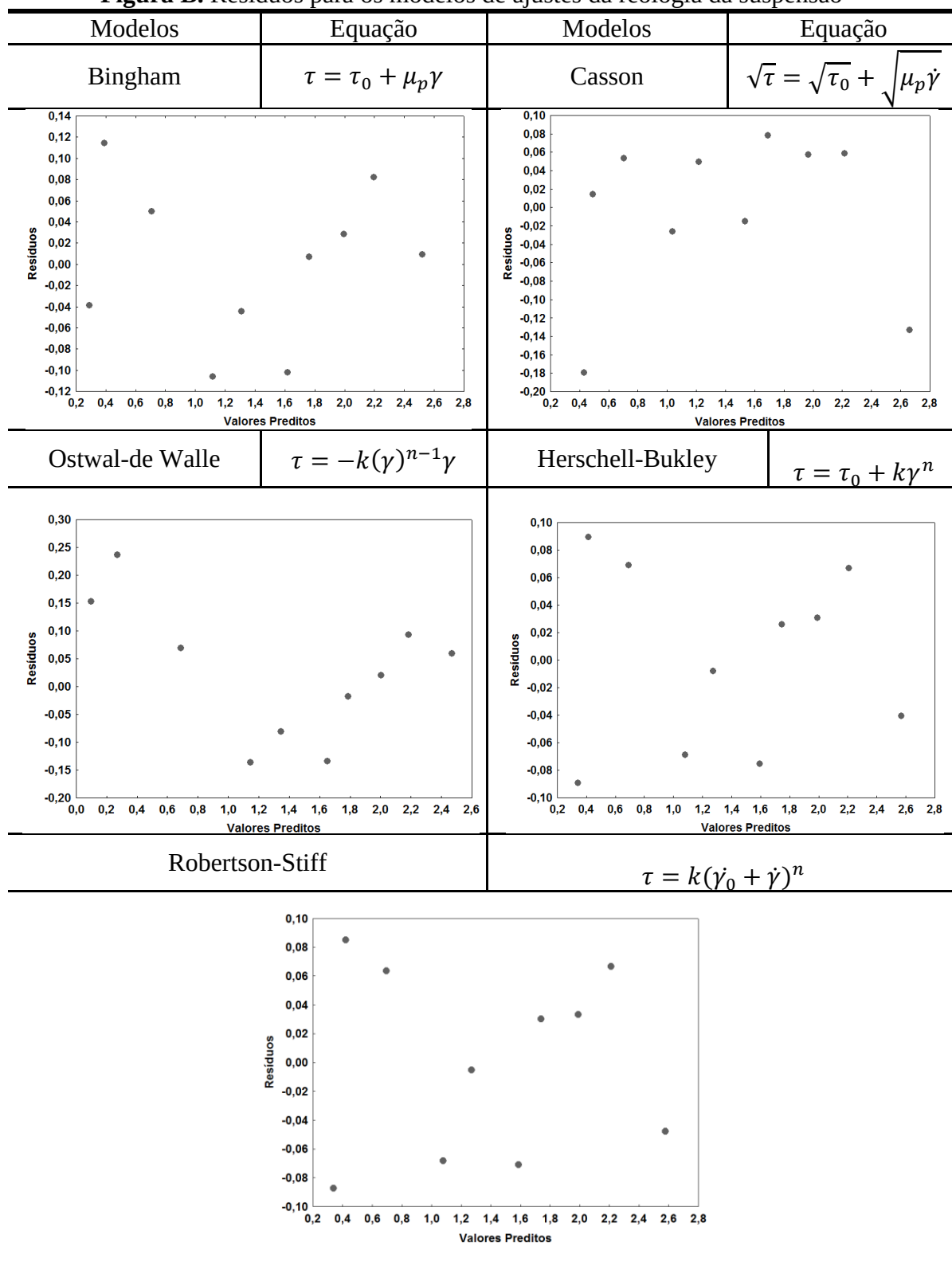
Element	Carbon
Weight %	59,74
Weight % σ	1,895
Atomic %	66,445
	33,555



Element	Carbon
Weight %	65,111
Weight % σ	0,684
Atomic %	71,313
	28,687

APÊNDICE B

Figura B. Resíduos para os modelos de ajustes da reologia da suspensão



APÊNDICE C

Figura C. Correlação entre os valores observados e os valores preditos

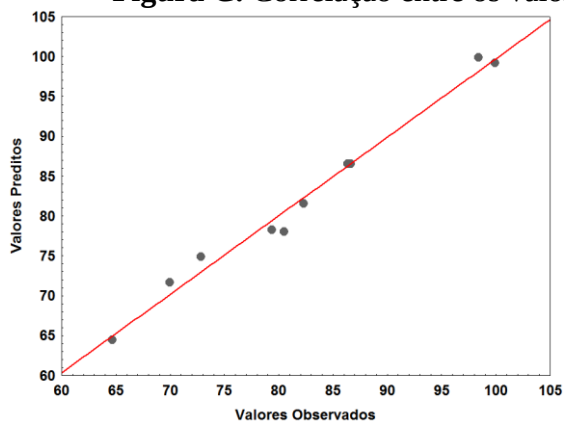


Figura C.1. Rendimento do Processo

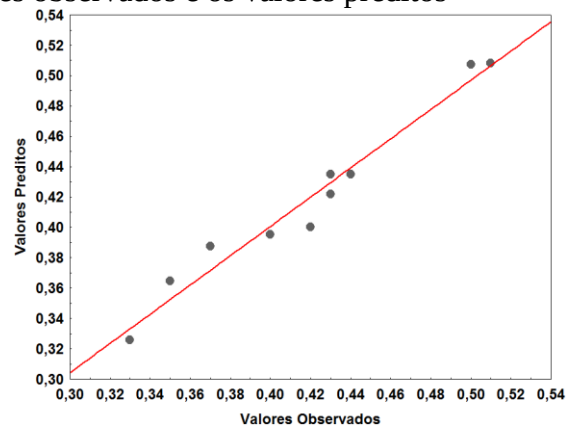


Figura C.2. Crescimento de partículas

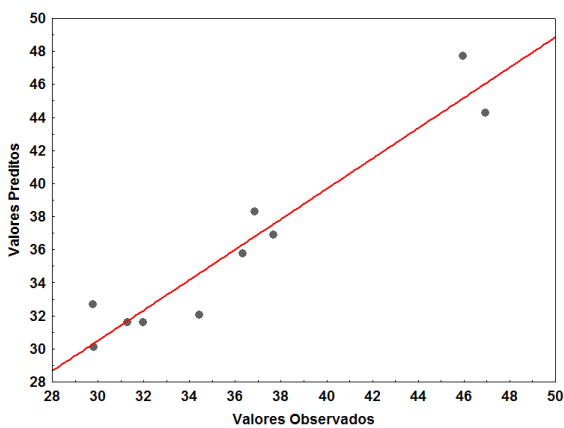


Figura C.3. Perda por Aderência

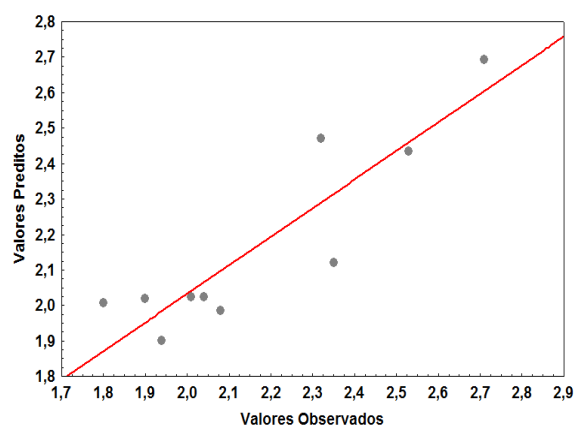


Figura C.4. Taxa de Evaporação do processo

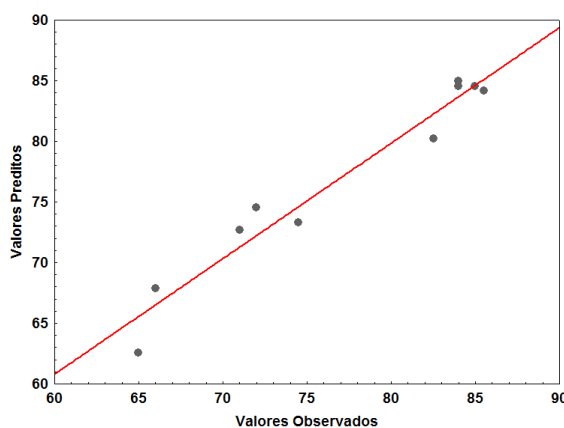


Figura C.5. Germinação

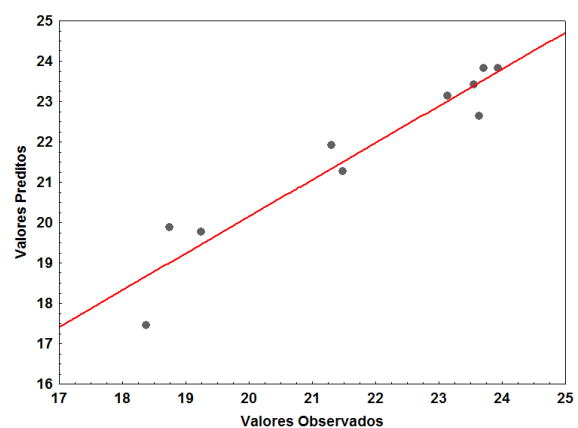
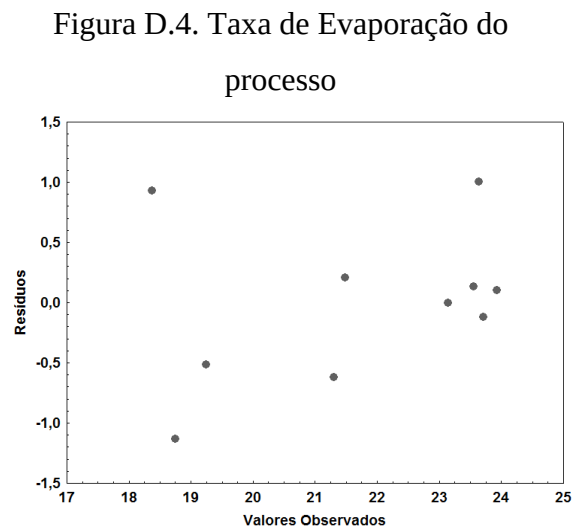
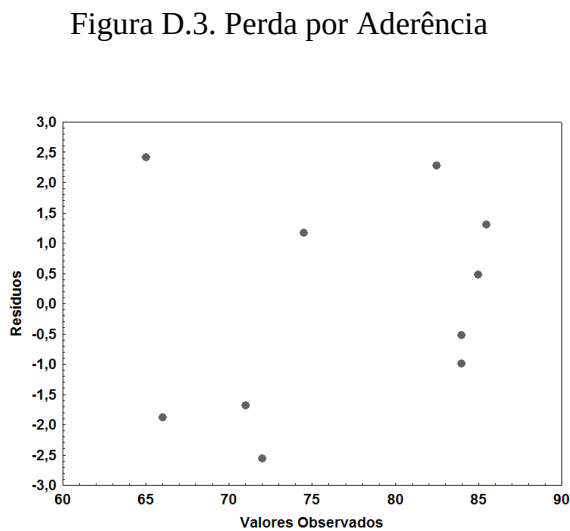
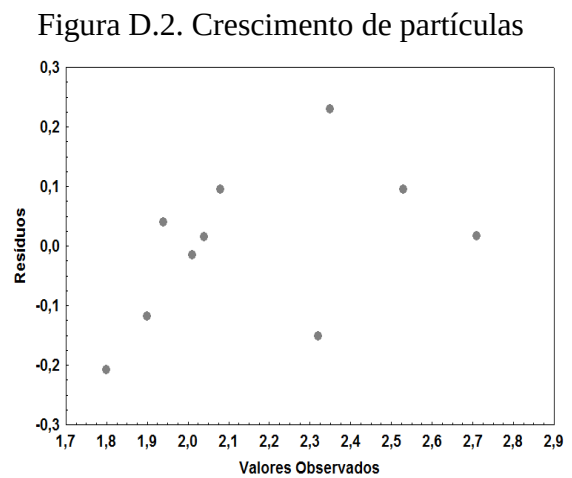
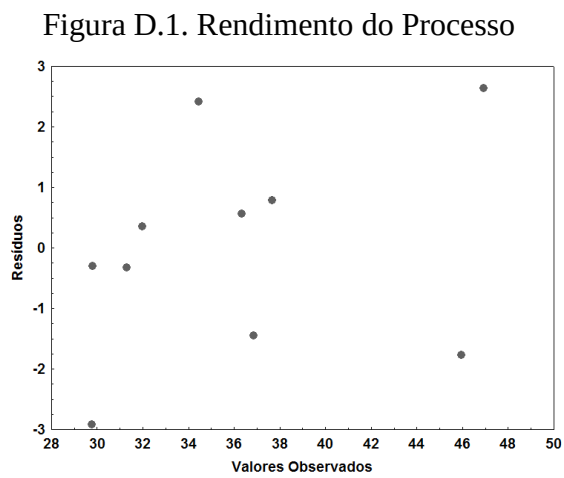
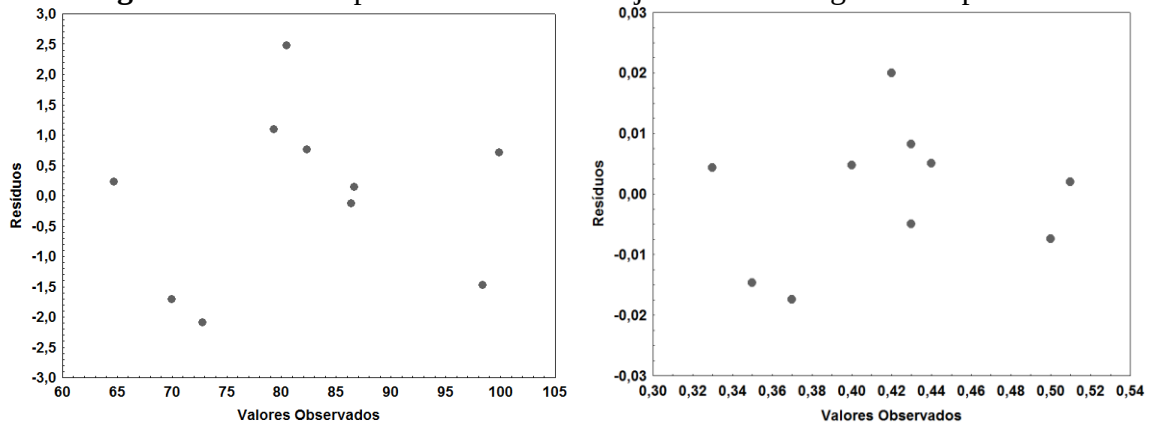


Figura C.6. Índice Velocidade de Germinação

APÊNDICE D

Figura D. Resíduos para os Modelos de Ajustes da Reologia da Suspensão



APÊNDICE E

Figura E. Aglomerados formados nas corridas experimentais

Corridas Experimentais	
1	2
	
3	4
	
5	6
	

Continuação: APÊNDICE E

Figura E. Aglomerados formados nas corridas experimentais

Corridas Experimentais	
7	8
	
9	10
	

Figura AA. Diagrama de seleção de mangueira de atomização



ANEXO B

Figura BB. Limites unilaterais da distribuição F ao nível de 5% de probabilidade

Tabela F (5% de significância)

v1 →	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	15	20	24	25	30
v2 ↓																	
1	161.45	199.50	215.71	224.58	230.16	233.99	236.77	238.88	240.54	241.88	242.98	243.90	245.95	248.02	249.05	249.26	250.10
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40	19.40	19.41	19.43	19.45	19.45	19.46	19.46
3	10.13	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81	8.79	8.76	8.74	8.70	8.66	8.64	8.63	8.62
4	7.71	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96	5.94	5.91	5.86	5.80	5.77	5.77	5.75
5	6.61	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74	4.70	4.68	4.62	4.56	4.53	4.52	4.50
6	5.99	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06	4.03	4.00	3.94	3.87	3.84	3.83	3.81
7	5.59	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64	3.60	3.57	3.51	3.44	3.41	3.40	3.38
8	5.32	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35	3.31	3.28	3.22	3.15	3.12	3.11	3.08
9	5.12	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14	3.10	3.07	3.01	2.94	2.90	2.89	2.86
10	4.96	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98	2.94	2.91	2.85	2.77	2.74	2.73	2.70
11	4.84	3.98	3.59	3.36	3.20	3.09	3.01	2.95	2.90	2.85	2.82	2.79	2.72	2.65	2.61	2.60	2.57
12	4.75	3.89	3.49	3.26	3.11	3.00	2.91	2.85	2.80	2.75	2.72	2.69	2.62	2.54	2.51	2.50	2.47
13	4.67	3.81	3.41	3.18	3.03	2.92	2.83	2.77	2.71	2.67	2.63	2.60	2.53	2.46	2.42	2.41	2.38
14	4.60	3.74	3.34	3.11	2.96	2.85	2.76	2.70	2.65	2.60	2.57	2.53	2.46	2.39	2.35	2.34	2.31
15	4.54	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54	2.51	2.48	2.40	2.33	2.29	2.28	2.25
16	4.49	3.63	3.24	3.01	2.85	2.74	2.66	2.59	2.54	2.49	2.46	2.42	2.35	2.28	2.24	2.23	2.19
17	4.45	3.59	3.20	2.96	2.81	2.70	2.61	2.55	2.49	2.45	2.41	2.38	2.31	2.23	2.19	2.18	2.15
18	4.41	3.55	3.16	2.93	2.77	2.66	2.58	2.51	2.46	2.41	2.37	2.34	2.27	2.19	2.15	2.14	2.11
19	4.38	3.52	3.13	2.90	2.74	2.63	2.54	2.48	2.42	2.38	2.34	2.31	2.23	2.16	2.11	2.11	2.07
20	4.35	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39	2.35	2.31	2.28	2.20	2.12	2.08	2.07	2.04
21	4.32	3.47	3.07	2.84	2.68	2.57	2.49	2.42	2.37	2.32	2.28	2.25	2.18	2.10	2.05	2.05	2.01
22	4.30	3.44	3.05	2.82	2.66	2.55	2.46	2.40	2.34	2.30	2.26	2.23	2.15	2.07	2.03	2.02	1.98
23	4.28	3.42	3.03	2.80	2.64	2.53	2.44	2.37	2.32	2.27	2.24	2.20	2.13	2.05	2.01	2.00	1.96
24	4.26	3.40	3.01	2.78	2.62	2.51	2.42	2.36	2.30	2.25	2.22	2.18	2.11	2.03	1.98	1.97	1.94
25	4.24	3.39	2.99	2.76	2.60	2.49	2.40	2.34	2.28	2.24	2.20	2.16	2.09	2.01	1.96	1.96	1.92
26	4.23	3.37	2.98	2.74	2.59	2.47	2.39	2.32	2.27	2.22	2.18	2.15	2.07	1.99	1.95	1.94	1.90
27	4.21	3.35	2.96	2.73	2.57	2.46	2.37	2.31	2.25	2.20	2.17	2.13	2.06	1.97	1.93	1.92	1.88
28	4.20	3.34	2.95	2.71	2.56	2.45	2.36	2.29	2.24	2.19	2.15	2.12	2.04	1.96	1.91	1.91	1.87
29	4.18	3.33	2.93	2.70	2.55	2.43	2.35	2.28	2.22	2.18	2.14	2.10	2.03	1.94	1.90	1.89	1.85
30	4.17	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16	2.13	2.09	2.01	1.93	1.89	1.88	1.84
35	4.12	3.27	2.87	2.64	2.49	2.37	2.29	2.22	2.16	2.11	2.07	2.04	1.96	1.88	1.83	1.82	1.79
40	4.08	3.23	2.84	2.61	2.45	2.34	2.25	2.18	2.12	2.08	2.04	2.00	1.92	1.84	1.79	1.78	1.74