

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

AMANDA COLOCA GARDENAL

**DESENVOLVIMENTO DE UM SECADOR DE BANDEJAS PARA A SECAGEM DE
FOLHAS MEDICINAIS E ANÁLISE DA SECAGEM DE RAMOS DE BARBATIMÃO
(*Stryphnodendron adstringens*)**

São Carlos
2022

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

AMANDA COLOCA GARDENAL

**DESENVOLVIMENTO DE UM SECADOR DE BANDEJAS PARA A SECAGEM DE
FOLHAS MEDICINAIS E ANÁLISE DA SECAGEM DE RAMOS DE BARBATIMÃO
(*Stryphnodendron adstringens*)**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de São Carlos, *Campus* São Carlos-SP, como parte dos requisitos de obtenção do título de Mestre em Engenharia Química.

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Maria do Carmo Ferreira

São Carlos

2022



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química

Folha de Aprovação

Defesa de Dissertação de Mestrado da candidata Amanda Coloca Gardenal, realizada em 28/03/2022.

Comissão Julgadora:

Profa. Dra. Maria do Carmo Ferreira (UFSCar)

Profa. Dra. Maisa Tonon Bitti Perazzini (UNIFEI)

Prof. Dr. Rodrigo Béttega (UFSCar)

O Relatório de Defesa assinado pelos membros da Comissão Julgadora encontra-se arquivado junto ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química.

Dedico este trabalho aos meus pais, Sueli e Jaime,
à minha irmã, Giovana, e às vítimas do COVID-19.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus e ao meu Anjo da Guarda por me darem saúde, força e me protegerem nessa jornada, permitindo que eu atingisse mais um dos meus objetivos, mesmo durante uma pandemia tão catastrófica.

Aos meus pais, Sueli e Jaime Gardenal, por sempre me darem amor e força, por nunca duvidarem do meu potencial e abraçarem meus objetivos tanto quanto eu. À minha irmã, Giovana Gardenal, por ser minha melhor amiga e me atender sempre que eu precisava “voltar para casa”, mesmo que só de coração. À Lili, por ser minha primeira aluna e melhor amiga de quatro patas. À Lilo, por me acompanhar em todos os momentos durante o *home office* e trazer luz ao meu dia a dia, ainda que em uma época tão sombria como esses últimos dois anos. Ao Mumus, Birdy e Luigi.

Aos meus amigos e familiares, por acreditarem em mim e por tornarem minha vida mais leve e prazerosa durante esta jornada, apesar da distância.

À minha orientadora, professora Maria do Carmo Ferreira, pela orientação dedicada, pelos ensinamentos e por continuamente servir de inspiração para mim. Sempre levarei seus ensinamentos comigo, obrigada por me acompanhar desde a graduação. Foi um prazer enorme ter trabalhado com a senhora.

Ao grande professor José Teixeira Freire, por me acompanhar desde o meu trabalho de conclusão de curso e servir de inspiração.

Aos professores Rodrigo Béttega e Maisa Perazzini por aceitarem gentilmente o convite de participar da banca e contribuírem com o trabalho.

Ao Edilson Milaré e Samuel Ferro, por todo apoio prestado, principalmente durante o desenvolvimento do secador. Aos meus professores que contribuíram com a minha formação ética e profissional.

Às vítimas de COVID-19 e suas famílias. Às milhares de mulheres que morrem anualmente vítimas de câncer de mama. Espero que este trabalho possa contribuir para o combate desta doença e de tantas outras. Viva o SUS!

À ciência, tão desvalorizada neste país pela própria população. A todos os professores que lutam por um Brasil melhor.

Ao CNPq pelo apoio financeiro e pela confiança no potencial do projeto.

Se você pode sonhar, você pode fazer!

Walt Disney

RESUMO

A casca de barbatimão (*Stryphnodendron adstringens*) vem sendo usada na medicina popular há anos para o tratamento de diversas doenças. Recentemente, foi constatado potencial do extrato da folha de barbatimão como agente quimiopreventivo e como um candidato promissor para o desenvolvimento de uma droga antineoplásica para o câncer de mama. Contudo, após a colheita, as folhas iniciam um processo irreversível de degradação, sendo necessário realizar secagem das mesmas para que conservem suas propriedades até o processamento. Objetivou-se, com o presente estudo, desenvolver um secador de bandejas multiestágios que operasse na configuração de bateladas em série, de modo a promover mistura de material e melhorar o aproveitamento da energia térmica do ar para a secagem de folhas medicinais. A secagem de ramos de barbatimão foi feita, inicialmente, em camada espessa utilizando-se 400 g de material *in natura*, resultando em um produto heterogêneo em termos de umidade. No geral, houve distinção da curva de cinética de secagem para diferentes temperaturas nas operações em estufa e em leito fixo; já no secador de bandejas, as curvas de decaimento da umidade durante a secagem foram obtidas individualmente para cada estágio, simulando a operação real a partir da utilização de material parcialmente seco nos estágios abaixo. Optou-se por operar o secador com 4 estágios com distância mínima entre si (11,88 cm) e ar de secagem a 60°C e 0,4 m/s. As curvas obtidas individualmente para os quatro estágios foram muito parecidas, exceto quanto ao tempo requerido para que as folhas atingissem a umidade de equilíbrio, que aumentava consideravelmente para estágios superiores. O modelo de Page melhor se adequou aos dados experimentais, sendo que a partir dele foi possível estimar o tempo de residência de 9,5 minutos para cada estágio, totalizando 38 minutos para a secagem de 100 g de ramos de barbatimão até a umidade de 10% (b.u.). Os dados experimentais foram condizentes com a curva de secagem teórica da operação em série e o produto obtido apresentou umidade menor que 10% (b.u.). A umidade do produto final mostrou-se homogênea, apesar da mistura de material no secador de bandejas durante a operação ter sido parcial, já que, apesar da divisão da bandeja em três seções, os ramos ficaram concentrados na região central. Esse problema foi mitigado com a vibração manual de todas as seções da bandeja após o despejo de material. Dessa forma, o secador

desenvolvido atendeu os objetivos propostos. As eficiências energéticas cumulativas de secagem da operação em um e quatro estágios, secando 100 g de material, foram 3,16 e 3,98% respectivamente, representando um aumento de 25,6% para o secador de bandejas. Os valores obtidos de L^* , a^* , b^* e a^*/b^* para os produtos secos nas diferentes configurações e temperaturas não apresentaram diferenciação estatisticamente relevante em relação aos valores desses parâmetros para as folhas *in natura*, sendo a manutenção da coloração inicial da folha um possível indicativo de que os bioativos tenham sido bem preservados.

Palavras-chave: Secador multiestágios. Secagem homogênea. Equipamento industrial. Fitoterápicos. Fármacos.

ABSTRACT

Barbatimão bark (*Stryphnodendron adstringens*) has been used in folk medicine for years to treat many diseases. Recently, studies indicated the potential of barbatimão leaf extract as a chemopreventive agent and as a promising candidate for the development of an antineoplastic drug for breast cancer. However, after harvesting, the leaves begin an irreversible degradation process and it is necessary to dry them to retain their properties until processing. The objective of the present study was to develop a multistage tray dryer, which operates as sequential batches, to promote material mixing and improve the use of thermal energy for drying medicinal leaves. Firstly, barbatimão branches were dried in a thick layer using 400 g of raw material, resulting in a heterogeneous product in terms of moisture. In general, the drying kinetics curves for different temperatures in oven and fixed bed operations were distinguishable; for the tray dryer, the drying curves were obtained for each stage individually, simulating the real operation by using partially dried material below each tray. It was decided to operate the dryer with 4 stages using the minimum distance between them (11.88 cm) and drying air at 60°C and 0.4 m/s. The individual curves obtained for the 4 stages were very similar, except for the required time to reach the equilibrium moisture, which was considerably higher for superior stages. Page's model was better suited to the experimental data and, by using it, it was possible to estimate a residence time of 9.5 minutes for each stage, totaling 38 minutes for drying 100 g of barbatimão branches and obtaining a product with 10% of moisture (w.b.). The experimental data were consistent with the theoretical drying curve and the product obtained had moisture content lower than 10% (w.b.). The moisture of the final product was homogeneous, even though the mixture of material in the tray during the operation was partial, since, despite the division of the tray into three sections, the branches were concentrated in the central region, creating empty spaces. This issue was mitigated by manually vibrating all tray sections after the material was dumped. Thus, the developed dryer met the proposed objectives. The cumulative drying efficiencies of the one- and four-stages operations, drying 100 g of material, were 3.16 and 3.98% respectively, representing an increase of 25.6% for the tray dryer. The values obtained for L^* , a^* , b^* and a^*/b^* for the dry products in different configurations and temperatures didn't present statistically significant differences compared to the values of these parameters for raw leaves. The

maintenance of the initial leaf color is a possible indication that the bioactives have been well preserved.

Keywords: Multistage dryer. Homogeneous drying. Industrial equipment. Herbal medicines. Medicaments.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1. Vegetação do Cerrado localizado na Universidade Federal de São Carlos.....	5
Figura 2.2. Árvore de barbatimão (<i>Stryphnodendron adstringens</i>).....	8
Figura 2.3. Folhas e flores do barbatimão (<i>Stryphnodendron adstringens</i>).....	8
Figura 2.4. Folha de barbatimão (<i>Stryphnodendron adstringens</i>).....	10
Figura 2.5. Estrutura das folhas de barbatimão: (a) estômatos, (b) tricomas tectores unicelulares, (c1) depressão estomática (seta) e (c2) mesófilo isolateral com as células paliçádicas em desenvolvimento na superfície abaxial do folíolo.	11
Figura 2.6. Típica curva de taxa de secagem em condições constantes de secagem.	16
Figura 2.7. Célula durante a secagem em camada fina de folhas inteiras de manjeriço com ar de secagem a 30°C e tempo de secagem de: (a) 0 e (b) 540 minutos.....	18
Figura 2.8. Célula de medida durante a secagem em camada espessa de folhas inteiras de manjeriço com ar de secagem a 0,4 m.s ⁻¹ e 60°C a: (a) 0 minutos e (b) 360 minutos de secagem.	18
Figura 2.9. Leitões de folhas inteiras após 200 minutos de secagem a T=60°C: (a) aglomerado de folhas e (b) interior do aglomerado de folhas.	18
Figura 2.10. Secador de esteira industrial.....	20
Figura 2.11. Secador multibandejas.....	21
Figura 2.12. Secador tipo tambor rotativo com parede perfurada desenvolvido em escala piloto.	22
Figura 2.13. Secador de bandejas industrial.	23
Figura 2.14. Espaço de cor <i>CIE L*a*b*</i>	24
Figura 4.1. Corte de ramos de barbatimão (<i>Stryphnodendron adstringens</i>).	27
Figura 4.2. Estufa com medição de massa suspensa pela balança.....	28
Figura 4.3. Linha do secador de leito fixo.....	29
Figura 4.4. Célula utilizada nos ensaios de secagem em leito fixo.	29
Figura 4.5. Cotas em centímetros: (a) secador de bandejas de alturas variáveis desenvolvido e (b) uma seção da bandeja.....	30
Figura 4.6. Enumeração dos estágios do secador de bandejas.....	31
Figura 4.7. Linha do secador de bandejas desenvolvido.	32

Figura 4.8. Espectrofotômetro CM-5 da marca Konica Minolta.....	33
Figura 4.9. Pontos de medida da espessura: (a) da haste e (b) da folha de barbatimão (<i>Stryphnodendron adstringens</i>).....	36
Figura 4.10. Esquema utilizado para o cálculo da área das hastes.	36
Figura 4.11 . Demonstração do diâmetro mínimo e máximo de Feret para uma partícula irregular.	38
Figura 4.12. Alongamento de uma elipse.....	38
Figura 4.13. Vista superior das regiões da gaveta perfurada analisadas quanto à distribuição de ar.	39
Figura 4.14. Demonstração da divisão em camadas do leito espesso para avaliação da homogeneidade do material seco.	40
Figura 4.15. Demonstração da separação de ramos de barbatimão por cores na bandeja do quarto estágio.	40
Figura 4.16. Vista superior das regiões da bandeja do primeiro estágio analisadas quanto à umidade final do produto.	43
Figura 5.1. Parâmetro L* da folha <i>in natura</i> de barbatimão para diferentes meses. .	44
Figura 5.2. Parâmetro a* da folha <i>in natura</i> de barbatimão para diferentes meses. .	45
Figura 5.3. Parâmetro b* da folha <i>in natura</i> de barbatimão para diferentes meses. .	45
Figura 5.4. Amostras de ramos de barbatimão secos a 105°C por 24h.	46
Figura 5.5. Folhas de barbatimão: (a) <i>in natura</i> e (b) após secagem a 60°C por 7 dias em estufa a vácuo.	47
Figura 5.6. Amostra de folhas de barbatimão analisadas no <i>ImageJ</i>	50
Figura 5.7. Espessura média das folhas conforme a posição da medida.	51
Figura 5.8. Linha do secador de bandejas com 4 estágios operando simultaneamente.....	53
Figura 5.9. Seção da bandeja: (a) vista frontal e (b) posterior.....	54
Figura 5.10. Parede posterior do secador: (a) furos de inserção do cabo de sustentação das seções da bandeja e (b) parafusos que evitam o contato da seção central com o termopar durante o despejo.....	55
Figura 5.11. Seções da bandeja: (a) formando um estágio para secagem e (b) movimentação das seções para despejo de material no estágio abaixo.....	55
Figura 5.12. (a) Seções da bandeja fixadas e abertura vedada: (b) vedações para estágios com ou sem bandejas e (c) fixador de bandeja.	56

Figura 5.13. Vista posterior do secador: (a) inclusão de termopares e (b) placa <i>Arduino Uno</i> com o sensor DHT22 inserido na seção de secagem.	57
Figura 5.14. Visão superior do leito fixo com uma placa metálica de 4 pol de aresta, uma camada de bolas de gude e uma de anéis de Raschig de ½ pol.	58
Figura 5.15. Experimento com traçador de fumaça colorida, visão frontal: (a) em t=0, (b) ao início do escoamento e (c) condição de escoamento pleno atingido.	59
Figura 5.16. Experimento com traçador de fumaça colorida, visão lateral: (a) em t=0 e (b) durante o escoamento.	59
Figura 5.17. Distribuição de material descarregado: do (a) quarto estágio para o (b) terceiro, do terceiro para o (c) segundo e deste para o (d) primeiro.	61
Figura 5.18. Distribuição dos ramos de barbatimão no despejo: do (a) quarto estágio para o terceiro ((b) sem vibração e (c) com vibração), do terceiro para o segundo ((d) sem vibração e (e) com vibração) e deste para o primeiro ((f) sem vibração e (g) com vibração).....	62
Figura 5.19. Cinética de secagem em estufa a 40, 50, 60 e 70°C sem recirculação de ar: MR em função do tempo.	63
Figura 5.20. Cinética de secagem em estufa a 40, 50, 60 e 70°C sem recirculação de ar: Mt/Mo em função do tempo.....	64
Figura 5.21. Cinética de secagem em leito fixo a 0,5 m/s e 50, 60 e 70°C: MR em função do tempo.....	65
Figura 5.22. Cinética de secagem em leito fixo a 0,5 m/s e 50, 60 e 70°C: Mt/Mo em função do tempo.....	66
Figura 5.23. Taxa de secagem em leito fixo a 0,5 m/s e 50, 60 e 70°C.	67
Figura 5.24. Célula de secagem do leito fixo com ramos de barbatimão: (a) <i>in natura</i> e (b) após a secagem a 0,5 m/s e 70°C.	68
Figura 5.25. Comparação da cinética de secagem em estufa sem recirculação de ar e em leito fixo a 0,5 m/s: MR em função do tempo.	68
Figura 5.26. Cesta desenvolvida para realização dos experimentos de cinética de secagem no secador de bandejas.....	70
Figura 5.27. Curvas de secagem no primeiro estágio (1S) do secador de bandejas a 0,4 m/s e 50 e 60°C: MR em função do tempo.....	71
Figura 5.28. Curvas de secagem no primeiro estágio (1S) do secador de bandejas a 0,4 m/s e 50 e 60°C: Mt/Mo em função do tempo.	71

Figura 5.29. Ramos de barbatimão: (a) <i>in natura</i> e (b) após secagem no primeiro estágio do secador de bandejas a 50°C.....	72
Figura 5.30. Curva de secagem individual de cada estágio do secador de bandejas a 0,4 m/s e 60°C: MR em função do tempo.....	74
Figura 5.31. Detalhes do período inicial das curvas de secagem individual de cada estágio do secador de bandejas a 0,4 m/s e 60°C: MR em função do tempo.....	75
Figura 5.32. Curva de secagem individual de cada estágio do secador de bandejas a 0,4 m/s e 60°C: Mt/Mo em função do tempo.....	75
Figura 5.33. Detalhes do período inicial das curvas de secagem individual de cada estágio do secador de bandejas a 0,4 m/s e 60°C: Mt/Mo em função do tempo.....	75
Figura 5.34. Curvas de cinética de secagem individuais pelo modelo de Page para diferentes estágios no secador de bandejas e variação de MR estimada na operação como bateladas em série.	79
Figura 5.35. Variação de MR estimada na operação de secagem de ramos de barbatimão até 10% (b.u.) com 4 estágios operando como bateladas em série.....	80
Figura 5.36. Curva de secagem de 100 g de ramos de barbatimão obtida na operação em 4 estágios a 60°C, $\tau_b = 9,5$ min e operando como bateladas em série: experimental em comparação à estimada.....	82
Figura 5.37. Umidade (b.u.) de ramos de barbatimão em diferentes regiões da bandeja após a secagem em 4 estágios a 60°C, $\tau_b = 9,5$ min e operando como bateladas em série.....	83
Figura 5.38. Taxa de secagem de ramos de barbatimão até umidade de 10% (b.u.) em 4 estágios a 60°C, $\tau_b = 9,5$ min e operando como bateladas em série.....	84
Figura 5.39. Curvas de eficiência instantânea de secagem (ϵ_D) de ramos de barbatimão para operações em: (a) 1 e (b) 4 estágios a 60°C.....	85
Figura 5.40. Parâmetros L^* , a^* , b^* e razão a^*/b^* da folha de barbatimão após secagem até umidade de equilíbrio no secador de bandejas para 1S-50, 1S-60, 2S-60, 3S-60 e 4S-60.	87

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1. Concentração dos fenólicos totais e taninos em mg/g de material seco (\pm desvio padrão) de barbatimão.....	12
Tabela 4.1. Correlações de secagem em camada fina.	41
Tabela 5.1. Parâmetros L^* , a^* e b^* das folhas <i>in natura</i> de barbatimão em diferentes meses e média no trimestre.	46
Tabela 5.2. Parâmetros <i>CIE L*a*b*</i> das folhas de barbatimão após a secagem em estufa a 105°C por 24h.....	47
Tabela 5.3. Valores de umidade inicial dos ramos de barbatimão utilizando dois métodos distintos.	48
Tabela 5.4. Dimensões características das folhas e hastes de barbatimão.	49
Tabela 5.5. Umidade de cada camada de 100 g de ramos de barbatimão ao final das secagens de 10, 20 e 30 minutos.....	51
Tabela 5.6. Velocidade do ar medida em diferentes posições da gaveta perfurada.	60
Tabela 5.7. Umidade relativa e temperatura do ar na base do secador, medidas pelo sensor DHT22, temperatura de entrada nos estágios e temperatura ambiente durante o ensaio.....	76
Tabela 5.8. Parâmetros do modelo de Page ajustado às curvas de cinética de secagem individuais de ramos de barbatimão no secador de bandejas.	78
Tabela 5.9. Parâmetros do modelo de Midilli e Kucuk ajustado às curvas de cinética de secagem individuais de ramos de barbatimão no secador de bandejas.	78
Tabela 5.10. Umidade (b.u.) de ramos de barbatimão em diferentes regiões da bandeja após a secagem em 4 estágios a 60°C, $\tau_b = 9,5$ min e operando como bateladas em série.	82
Tabela 5.11. Eficiência energética cumulativa de secagem (ED) de ramos de barbatimão para operações em 1 e 4 estágios a 60°C.....	86
Tabela 5.12. Parâmetros L^* , a^* , b^* e razão a^*/b^* da folha de barbatimão após secagem até umidade de equilíbrio no secador de bandejas para 1S-50, 1S-60, 2S-60, 3S-60 e 4S-60.	87

NOMENCLATURA

A	Área da superfície de troca de calor	[L ²]
A_h	Área superficial das hastes	[L ²]
A_L	Alongamento	[-]
A_p	Área projetada das folhas	[L ²]
A_s	Área superficial das folhas	[L ²]
a*_i	Parâmetro da escala de cores <i>CIE L*a*b*</i> (verde ao vermelho) inicial	[-]
a*_f	Parâmetro da escala de cores <i>CIE L*a*b*</i> (verde ao vermelho) final	[-]
b*_i	Parâmetro da escala de cores <i>CIE L*a*b*</i> (azul ao amarelo) inicial	[-]
b*_f	Parâmetro da escala de cores <i>CIE L*a*b*</i> (azul ao amarelo) final	[-]
C_H^e	Calor úmido do ar de entrada	[L ² T ⁻² θ ⁻¹]
C_H^s	Calor úmido do ar de saída	[L ² T ⁻² θ ⁻¹]
d_v	Diâmetro volumétrico	[L]
d_{Fmax}	Diâmetro de Feret máximo	[L]
d_{Fmin}	Diâmetro de Feret mínimo	[L]
d_m	Diâmetro de Feret médio	[L]
EE	Eficiência energética da secagem	[-]
E_D	Eficiência energética cumulativa da secagem	[-]
ERM	Erro relativo médio	[-]
G_a	Vazão de massa de ar	[MT ⁻¹]
h	Coeficiente de transferência de calor por convecção	[Mθ ⁻¹ T ⁻³]
h_a	Entalpia do ar a temperatura ambiente	[ML ² T ⁻²]
h_e	Entalpia do ar de entrada no secador	[ML ² T ⁻²]
H_a	Umidade do ar à temperatura ambiente (em base seca)	[-]
H_s	Umidade do ar de saída do secador (em base seca)	[-]
HR	Umidade relativa do ar	[-]
L	Comprimento da haste	[L]
L*_i	Parâmetro da escala de cores <i>CIE L*a*b*</i> (luminosidade)	[-]

	inicial	
L^*_f	Parâmetro da escala de cores <i>CIE L*a*b*</i> (luminosidade) final	[-]
L_w	Calor latente de vaporização da água	$[L^2T^{-2}]$
\dot{m}_p	Vazão mássica de ar na placa de orifício	$[MT^{-1}]$
\dot{m}_v	Vazão mássica de ar no tubo de Venturi	$[MT^{-1}]$
MM	Massa molar do ar	$[Mmol^{-1}]$
M_e	Massa de ramos no equilíbrio termodinâmico	[M]
M_f	Massa de folhas <i>in natura</i>	[M]
M_o	Massa inicial de ramos	[M]
M_{rc}	Massa de ramos compactadas	[M]
M_{rl}	Massa de ramos livres	[M]
M_t	Massa de ramos no tempo t	[M]
M_T	Massa do ramo <i>in natura</i>	[M]
N	Número de pontos coletados	[-]
P	Perímetro da folha	[L]
P_{atm}	Pressão atmosférica	$[MT^{-2}]$
q	Taxa de transferência de calor	$[ML^2T^{-3}]$
R	Constante ideal dos gases	$[L^3Mmol^{-1}\theta^{-1}T^{-2}]$
R_w	Taxa de secagem	$[MT^{-1}]$
R^2	Coefficiente de determinação	[-]
S	Número de estágios no secador	[-]
SQR	Soma dos quadrados dos resíduos	[-]
t	Tempo de secagem	[T]
T	Temperatura do ar	$[\theta]$
T_a	Ar a temperatura ambiente	$[\theta]$
T_e	Temperatura de entrada do ar	$[\theta]$
T_n	Temperatura corrigida do ar medida pelo termopar n	$[\theta]$
T_{med}	Temperatura do ar medida pelo termopar	$[\theta]$
V_f	Volume das folhas	$[L^3]$
V_h	Volume das hastes	$[L^3]$
V_p	Volume lido na proveta	$[L^3]$
w_f	Fração mássica de folhas	[-]

w_h	Fração mássica de hastes	[-]
$y_{i,exp}$	Valor obtido experimentalmente	[-]
$y_{i,mod}$	Valor predito pelo modelo	[-]
$y_{med,exp}$	Média dos valores obtidos experimentalmente	[-]
X	Umidade em base seca	[-]
$X_{(b.u.)}$	Umidade em base úmida	[-]

Símbolos gregos

ε_D	Eficiência energética instantânea da secagem	[-]
τ	Tempo de residência na seção de secagem	[T]
τ_b	Tempo de residência em cada estágio	[T]
ρ	Densidade do ar	[ML ⁻³]
ρ_{ba}	Densidade <i>bulk</i> aerada	[ML ⁻³]
ρ_{bc}	Densidade <i>bulk</i> compactada	[ML ⁻³]
δ_h	Espessura das hastes	[L]
δ_f	Espessura das folhas	[L]
ϕ	Esfericidade	[-]
ϑ	Circularidade	[-]
ΔE^*	Varição de cor <i>CIE L*a*b*</i>	[-]
Δh	Varição de entalpia do ar no secador	[ML ² T ⁻²]
ΔP	Varição de pressão na linha	[MT ⁻²]
ΔT	Diferença de temperatura	[θ]

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA	1
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1	Potencial brasileiro para produção de fitoterápicos	3
2.2	Barbatimão (<i>Stryphnodendron adstringens</i> (Mart.) Coville)	7
2.2.1	Anatomia da folha de barbatimão	9
2.2.2	Propriedades medicinais da folha de barbatimão	11
2.3	Secagem	13
2.3.1	Mecanismos de secagem	15
2.3.2	Secagem de folhas	16
2.3.3	Modelos de secadores	19
2.4	Avaliação da degradação de cores	23
2.5	Eficiência energética da secagem	24
3	OBJETIVOS	26
4	MATERIAIS E MÉTODOS	27
4.1	Materiais e equipamentos	27
4.1.1	Ramos de barbatimão	27
4.1.2	Camada espessa	28
4.1.3	Estufa e secador de leito fixo	28
4.1.4	Secador de bandejas	29
4.1.5	Escoamento do ar	32
4.1.6	Caracterização do material	32
4.1.7	Mistura e homogeneidade do produto seco	33
4.1.8	Espectrofotômetro	33
4.2	Metodologia	33
4.2.1	Caracterização do material	33
4.2.1.1	Umidade inicial	34
4.2.1.2	Densidade <i>bulk</i> compactada	34
4.2.1.3	Densidade <i>bulk</i> aerada	35
4.2.1.4	Fração mássica de hastes e folhas	35
4.2.1.5	Espessura das folhas e das hastes	35
4.2.1.6	Área da haste	36
4.2.1.7	Perímetro, área projetada e superficial da folha	36

4.2.1.8	Volume da haste e da folha	37
4.2.1.9	Esfericidade	37
4.2.1.10	Circularidade	37
4.2.1.11	Diâmetro de Feret e diâmetro médio	37
4.2.1.12	Alongamento	38
4.2.2	Homogeneização do escoamento de ar	38
4.2.3	Secagem em camada espessa	39
4.2.4	Ensaio de mistura	40
4.2.5	Cinética de secagem e ajuste a equações empíricas e semi-empíricas.....	41
4.2.6	Ensaio no secador de bandejas e eficiência energética de secagem.....	42
4.2.7	Homogeneidade do produto seco.....	43
4.2.8	Análise de degradação de cores	43
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	44
5.1	Caracterização do material	44
5.1.1	Cor das folhas <i>in natura</i>	44
5.1.2	Umidade inicial	46
5.1.3	Densidade <i>bulk</i> aerada e compactada	48
5.1.4	Fração mássica de hastes e folhas	49
5.1.5	Dimensões características.....	49
5.2	Secagem em camada espessa.....	51
5.3	Secador de bandejas desenvolvido	52
5.3.1	Homogeneização do escoamento de ar	57
5.3.2	Ensaio de mistura	60
5.4	Cinéticas de secagem.....	63
5.4.1	Estufa	63
5.4.2	Secador de leito fixo	65
5.4.3	Comparação entre estufa e secador de leito fixo	68
5.4.4	Secador de bandejas.....	69
5.5	Ajustes às equações empíricas e semi-empíricas	77
5.6	Cinética de secagem: bateladas em série no secador de bandejas	81
5.7	Homogeneidade do produto seco	82
5.8	Eficiência energética de secagem	84
5.9	Variação de cores	86
6	CONCLUSÕES.....	89

7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	91
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	92
	APÊNDICE A – Calibrações	96

1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

O Brasil é o país de maior biodiversidade do planeta, sendo o Cerrado o segundo maior bioma brasileiro em extensão (BRASIL, 2002). O barbatimão (*Stryphnodendron adstringens* (Mart.) Coville) é uma planta do Cerrado cuja casca da árvore é usada na medicina popular há anos para tratamento de infecções vaginais, hemorragia, úlceras de pele e estômago e diarreia (ALMEIA *et al.*, 1998; SILVÉRIO, 2008 *apud* FERREIRA *et al.*, 2013). Em estudos recentes, o potencial fitoterápico da folha desta espécie foi avaliado, sendo constatado em seu extrato atividade antioxidante, antimicrobiana e citotóxica contra duas linhas de células do câncer de mama humano. Isto indica o potencial do extrato da folha de barbatimão como agente quimiopreventivo e como um candidato promissor para o desenvolvimento de uma droga antineoplásica para o câncer de mama (SABINO *et al.*, 2018), além de ser uma alternativa sustentável para o tratamento contra a bactéria *S. aureus* (FERREIRA *et al.*, 2013; SABINO *et al.*, 2018).

Após a colheita, as folhas iniciam um processo irreversível de degradação, sendo necessário realizar secagem das mesmas para que conservem suas propriedades até o processamento, garantindo maior tempo de prateleira, além de diminuir o volume e peso das mesmas, facilitando e barateando seu transporte. Porém, a secagem deste material oferece vários desafios devido à variabilidade inerente da forma e tamanho das folhas, baixa massa específica, elevadas áreas superficiais e alta capacidade de deformação e encolhimento. Tais características não favorecem um bom contato com o ar e, dependendo da configuração de secagem utilizada, podem resultar em produtos secos de maneira não uniforme e com umidade heterogênea. Portanto, faz-se necessário o estudo de diferentes métodos e condições de secagens para diferentes espécies, visando à produção de extratos de melhor qualidade.

Os secadores de leito fixo apresentam configurações bastante simples e, por isso, têm baixo custo de implementação e são de fácil operação. Nesse tipo de secador, o ar aquecido percola através de um leito estacionário de partículas, trocando calor por convecção e removendo parte da umidade. Segundo Prado (2004), os estudos de secagem em leito fixo são muito importantes porque constituem a base para a compreensão dos fenômenos fundamentais que permeiam os estudos em outros leitos particulados (LIMA, 2013). Porém, utilizando-se essa configuração de secagem, há a possibilidade de formação de canais preferenciais e

grandes gradientes de temperatura e umidade ao longo do leito, contribuindo para uma secagem heterogênea.

Em geral, a secagem de folhas em configurações de leito fixo requer que o material seja misturado ao longo do processo, para reduzir a formação de gradientes de umidade. Mujumdar (2006) apresentou o secador de grelhas, no qual há o despejo de material para a camada abaixo ao virar as grelhas manualmente. Esse movimento é feito em diferentes direções para obter uma secagem mais uniforme. Dessa forma, neste trabalho foi proposto o desenvolvimento de um secador de bandejas que opere como bateladas em série, promovendo a mistura de material ao longo da secagem.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Potencial brasileiro para produção de fitoterápicos

A utilização de plantas com fins medicinais para tratamento, cura e prevenção de doenças é uma das mais antigas formas de prática medicinal, sendo tão antiga quanto a civilização humana. Na Idade Média, a corporação de boticários portuguesa era representada por indivíduos que comercializavam drogas, geralmente de origem vegetal. Muitos dispunham de pequenos jardins botânicos, onde cultivavam plantas medicinais. A partir delas eram preparados pós, extratos e infusos destinados à execução das receitas prescritas pelo médico. Ao chegarem ao Brasil, se depararam com uma comunidade que buscava na floresta raízes, folhas e sementes como solução para problemas de saúde (DIEZ DEL CORRAL, 2009). Durante o processo de formação da nação brasileira, esses conhecimentos foram gradativamente sendo apropriados e utilizados pelas populações aqui estabelecidas durante o processo de colonização (NETO, 2019).

Segundo a Organização Mundial da Saúde (OMS, 1991), fitoterápicos são remédios acabados e rotulados que contêm como ingredientes ativos, partes aéreas ou subterrâneas de plantas ou outros materiais de origem vegetal, inclusive combinações disso, tanto no estado cru ou como produto. O número de espécies de plantas medicinais vem sendo estimado na ordem de quarenta a setenta mil, o que significa que quase 25% de todas as espécies de plantas têm algum tipo de uso médico em algum lugar do mundo. Em adição, a estatística a respeito do desenvolvimento de novas drogas nas últimas décadas mostra que produtos naturais são a maior inspiração para o desenvolvimento de novos fármacos: 70% das novas moléculas apresentadas ao mercado no período de 1981 a 2006 eram produtos naturais ou relacionados a eles (RAMAWAT, 2009). Segundo um relatório produzido pela Fundação Oswaldo Cruz, biofármacos representaram 24% dos novos componentes farmacêuticos desenvolvidos em 2015 (DIAS; DE CARVALHO, 2017). Nesse contexto, a OMS tem reconhecido a importância de plantas medicinais como recursos terapêuticos e incentivou o resgate do conhecimento de plantas tradicionalmente utilizadas para ampliar o alcance da fitoterapia e o desenvolvimento de novos medicamentos (LEITE; CAMARGOS; CASTILHO, 2021).

Segundo o Ministério do Meio Ambiente (BRASIL, 2002), o Brasil é o país de maior biodiversidade do planeta, representando de 15 a 20% do total de espécies catalogadas e estudadas pela ciência em nível mundial. A vastidão territorial do país

gera gradientes climáticos que levam a grandes variações ecológicas, representadas nos diversos biomas presentes no território: a Floresta Amazônica, o Pantanal, o Cerrado, a Caatinga, os Pampas e a Mata Atlântica. Possui a flora mais rica do mundo, com cerca de 55 mil espécies de plantas superiores, o que corresponde a aproximadamente 22% do total já descoberto pelo homem. Além disso, dispõe de grande diversidade étnica e cultural que detém conhecimento tradicional associado ao uso de plantas medicinais, o que propicia o desenvolvimento de pesquisas com resultados em tecnologias e terapêuticas apropriadas.

Aproximadamente 22% do território nacional são cobertos pelo Cerrado, configurando-o como segundo maior bioma brasileiro. Ele abriga mais de onze mil espécies vegetais, das quais quatro mil e quatrocentas são endêmicas, sendo considerada a savana mais rica do mundo (MEDEIROS, 2011). A típica vegetação do Cerrado, apresentada na Figura 2.1, é caracterizada por troncos tortuosos, pequeno porte, ramos retorcidos, cascas espessas e folhas grossas, sendo bastante diversificada. Apesar de sua grande importância, apenas 0,85% de sua área é integralmente protegida na forma de unidades federais de conservação, como são os casos do Parque Nacional da Chapada dos Veadeiros e do Parque Nacional das Emas no estado de Goiás (BRASIL, 2010). O Cerrado é *hotspot* de biodiversidade, ou seja, um dos biomas mais ricos e ameaçados do planeta. Ele perdeu 46% de sua área nativa de cobertura vegetal e apenas 19,8% permanece intacta. Entre 2002 e 2011, taxas de desmatamento no Cerrado, sendo de 1% ao ano, foram 2,5 vezes maiores que na Amazônia (STRASSBURG *et al.*, 2017).

Figura 2.1. Vegetação do Cerrado localizado na Universidade Federal de São Carlos.



Fonte: Acervo pessoal.

Segundo o conceito de bioeconomia, introduzido por Georgescu-Roegen, a natureza atua como limitante do processo econômico e, apesar de reconhecer a importância do processo tecnológico, capaz de descobrir e de controlar novas fontes de energias, a tecnologia é apresentada como incapaz de encontrar, continuamente, um substituto para um recurso escasso. Para o autor, uma tecnologia só seria viável caso se mantivesse sem reduzir o estoque de recursos não renováveis (DIAS; DE CARVALHO, 2017). Setores tradicionalmente nocivos pelo uso de recursos biológicos escassos poderiam, com uso de biotecnologias, tanto melhorar a produção industrial, como gerar resíduos menos prejudiciais para o meio ambiente e para a saúde humana. Os avanços da bioeconomia juntamente com a biotecnologia serão fundamentais para a conservação e manutenção da diversidade biológica e da economia para as próximas décadas, uma vez que a própria exaustão da capacidade dos ecossistemas suportarem a pressão das atividades econômicas tenderá a restringir o crescimento desta (BARBA; DOS SANTOS, 2020).

Uma alternativa para o crescimento sustentável é economia verde que é definida pelo Programa das Nações Unidas para o Meio Ambiente (Unep) como uma forma de “melhoria do bem-estar humano e equidade social, ao mesmo tempo em que reduz significativamente os riscos ambientais e a escassez ecológica”. Estudos vêm sendo desenvolvidos para valorizar os múltiplos usos do meio ambiente, principalmente a economia das florestas. Tendo em vista a abundância de áreas

florestais no território brasileiro, é necessário reconhecer não só sua grande importância para a preservação e garantia da qualidade ambiental, como também seu papel provedor às populações tradicionais ali inseridas, que dependem diretamente dos recursos naturais existentes nessas áreas. As Unidades de Conservação de Uso Sustentável (UCUS) presentes no Brasil se atentam tanto à preservação e conservação ambiental, como também à utilização racional da terra, por meio das práticas do extrativismo vegetal e da agricultura tradicional para produção de medicamentos e cosméticos, por exemplo (FIGUEREDO *et al.*, 2017).

Embora o Brasil possua um vasto território com uma flora muito rica da qual diversas populações locais retiram sustento, a produção majoritária do país está desalinhada com os conceitos de bioeconomia e economia verde, contribuindo para a devastação de ecossistemas e afastamento dessas populações da economia do país. Empreendimentos de povos e comunidades tradicionais e de agricultores familiares representam uma alternativa para a inclusão produtiva com geração de emprego e renda, ao passo que corroboram para a conservação e uso sustentável da biodiversidade brasileira. Nesse contexto, produtos de origem vegetal obtidos pelo extrativismo estariam alinhados a essa proposta, além de representarem um montante considerável na economia mundial.

Segundo o Centro de Comércio Internacional, as importações e exportações globais de plantas e partes de plantas totalizaram, no ano de 2018, o montante de US\$3,3 bilhões e US\$3,2 bilhões, respectivamente. Entre os maiores importadores, destacam-se: Estados Unidos (14%), Alemanha (10%), Hong Kong (9%), Japão (8%) e Taiwan (5%). Enquanto os maiores exportadores foram: China (25%), Índia (10%), Alemanha (6%), Estados Unidos (6%) e Canadá (4%) (MOURA NETO, 2019). Em 2006, o Brasil importou o equivalente a US\$9,7 bilhões de plantas medicinais e suas partes, enquanto exportou US\$6,6 bilhões. Já a importação e exportação de fármacos a partir de plantas representaram US\$1,1 bilhões e US\$318,7 milhões, respectivamente (RODRIGUES; NOGUEIRA, 2008). Também em 2006, dois marcos que efetivamente implantariam a fitoterapia no Brasil foram desenvolvidos: a Política Nacional de Plantas Medicinais e Fitoterápicos e Política Nacional de Integração e Práticas Complementares. Atualmente, governo brasileiro tem tomado medidas para incentivar a adoção da fitoterapia no Sistema Único de Saúde (SUS) a fim de aumentar o acesso do público a esta forma de tratamento e torná-lo mais seguro (LEITE; CAMARGOS; CASTILHO, 2021).

O objetivo geral da Política e Programa Nacional de Plantas Medicinais e Fitoterápicos do Ministério de Saúde (2016) é garantir à população brasileira o acesso seguro e o uso racional de plantas medicinais e fitoterápicos, promovendo o uso sustentável da biodiversidade, o desenvolvimento da cadeia produtiva e da indústria nacional, além de ter como objetivos específicos: ampliar as opções terapêuticas aos usuários, com garantia de acesso a plantas medicinais, fitoterápicos e serviços relacionados à fitoterapia, com segurança, eficácia e qualidade; construir o marco regulatório para produção, distribuição e uso de plantas medicinais e fitoterápicos a partir dos modelos e das experiências existentes no Brasil e em outros países; promover pesquisa, desenvolvimento de tecnologias e inovações em plantas medicinais e fitoterápicos, nas diversas fases da cadeia produtiva; promover o desenvolvimento sustentável das cadeias produtivas de plantas medicinais e fitoterápicos e o fortalecimento da indústria farmacêutica nacional neste campo; promover o uso sustentável da biodiversidade e a repartição dos benefícios decorrentes do acesso aos recursos genéticos de plantas medicinais e ao conhecimento tradicional associado.

A falta de boas práticas na produção e comercialização de plantas medicinais e fitoterápicos, associada à ausência de vigilância desses produtos, contribui para a produção de fitoterápicos de menor qualidade. Para que isso não aconteça, são necessárias adequadas práticas de identificação, de cultivo, de coleta, de manipulação, de secagem, de armazenamento e de transporte dos mesmos, como o indicado na Resolução RDC nº 306, de 07 de dezembro de 2004 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), o que não acontece com produtos comercializados popularmente (BARBOSA *et al.*, 2010).

Portanto, apesar da notória riqueza da flora brasileira, é necessário incentivar a produção de produtos derivados de plantas nativas com controle exigido pelas farmacopeias e o estudo de operações que visam à produção em escala industrial. Desta forma, será possível contribuir com avanço econômico de comunidades de maneira sustentável a partir da economia verde.

2.2 Barbatimão (*Stryphnodendron adstringens* (Mart.) Coville)

A espécie *Stryphnodendron adstringens* (Mart.) Coville, conhecida popularmente como barbatimão, barbatimão-verdadeiro, barba-de-timão, charãozinho-roxo ou casca-da-virgindade, pertence à família Leguminosae e sub-

família Mimosoideae. É uma espécie nativa e endêmica do Cerrado, ou seja, só ocorre nesta região. A árvore tem altura entre 4 e 5 metros (Figura 2.2), com tronco de 20 a 30 centímetros de diâmetro, com folhas compostas bipinadas, com 5 a 8 jugas (pares de pinas) e folíolos em número de 6 a 8 pares por pina (LORENZI, 1992). As folhas e flores do barbatimão estão indicadas na Figura 2.3.

Figura 2.2. Árvore de barbatimão (*Stryphnodendron adstringens*).



Fonte: <https://sites.unipampa.edu.br/programaarborizacao/barbatimao/>

Figura 2.3. Folhas e flores do barbatimão (*Stryphnodendron adstringens*).



Fonte: Acervo pessoal.

O barbatimão é uma planta decídua (caduca), heliófita (adaptada à exposição direta da luz) e seletiva xerófita (capaz de viver em climas semiáridos e

desérticos). Apresenta preferência por solos arenosos com drenagem rápida, como por exemplo, os situados em encostas suaves e topos de morros. Além disso, a espécie produz anualmente grande quantidade de sementes viáveis (LORENZI, 1992).

Há anos, o chá da casca do barbatimão e o extrato alcoólico vêm sendo usados na medicina popular para o tratamento de infecções vaginais, hemorragia, úlceras de pele e estômago, diarreia, disenteria (ALMEIA *et al.*, 1998; SILVÉRIO, 2008 *apud* FERREIRA *et al.*, 2013). Segundo o Memento Fitoterápico da Farmacopeia Brasileira (2016), as principais classes químicas presentes são taninos, proantocianidinas, ácidos fenólicos e flavonoides. Analisando os pedidos de patentes depositados nos bancos de dados do Instituto Nacional de Propriedade Industrial (INPI), *European Patent Office* (EPO), *United States Patent and Trademark Office* (USPTO) e *World Intellectual Property Organization* (WIPO), foram constatados 18 documentos (descartando as duplicatas) tratando-se do uso de *Stryphnodendron adstringens*. (Mart.) Coville para fins medicinais, para preparação de cosméticos ou produtos de higiene pessoal, para composição de detergentes e adesivos à base de compostos macromoleculares naturais. O Brasil é detentor de 94,45% dessas patentes, o que indica a busca por novas alternativas de tratamento por meio da grande diversidade de espécies vegetais presente no país (NASCIMENTO *et al.*, 2019).

Apesar do conhecido uso das cascas pela medicina popular e para a fabricação de determinados fármacos, cosméticos, para construção civil e curtimento de couro, não se tinha conhecimento sobre as propriedades presentes nas folhas desta espécie. Desta forma, a tendência era que elas fossem descartadas. Contudo, estudos recentes revelam grande potencial desta para produção de fármacos com propriedades contra o câncer de mama humano (FILHO *et al.*, 2011; SABINO *et al.*, 2018), bem como efeito bactericida e fungicida (PINHO *et al.*, 2012 *apud* FERREIRA *et al.*, 2013).

2.2.1 Anatomia da folha de barbatimão

Uma folha de barbatimão foi colocada contra a luz, o que permitiu a visualização clara da anatomia da mesma. Na Figura 2.4, é possível notar no folíolo a nervura central, as nervuras secundárias e o limbo, também conhecido como lâmina foliar. Em análise macroscópica, Sanches (2007) afirmou que os folíolos de

Stryphnodendron adstringens apresentam coloração semelhante em ambas as faces e mostraram-se glabros, ou seja, sem tricomas.

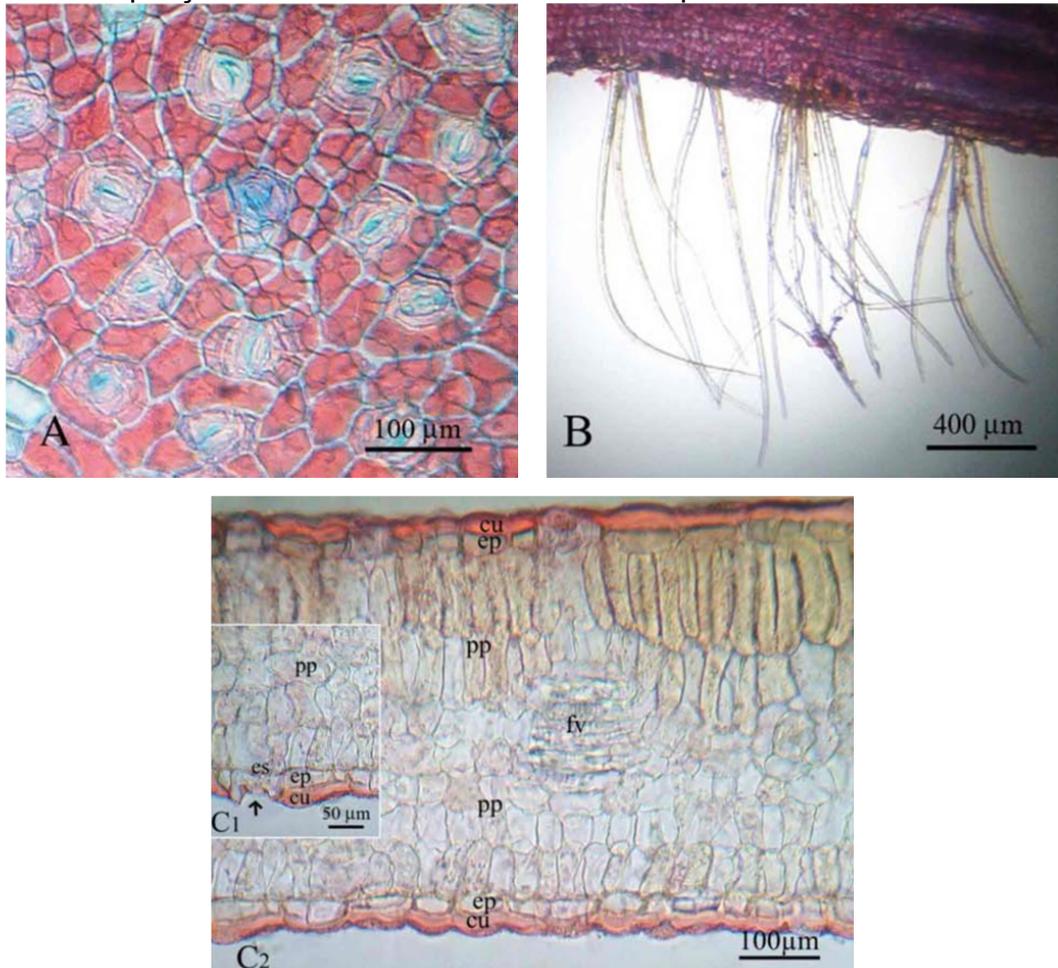
Figura 2.4. Folha de barbatimão (*Stryphnodendron adstringens*).



Fonte: Acervo pessoal.

Utilizando um fotomicroscópio, Oliveira, Elias e Figueiredo (2007) identificaram estômatos, em sua maioria anomocíticos, e alguns paracíticos e anisocíticos, conforme a Figura 2.5 (a), sendo os folíolos anfiestomáticos, ou seja, apresentam estômatos nas duas faces (adaxial e abaxial). Os estômatos presentes situados em pequenas depressões, vide a Figura 2.5 (c1), representam uma adaptação a ambientes secos. Apenas na base da superfície abaxial do folíolo de *S. adstringens*, perto do pecíolo, ocorre grande quantidade de tricomas tectores unicelulares (Figura 2.5 (b)). Na Figura 2.5 (c2), as seguintes abreviações correspondem respectivamente a: cu, cutícula; ep, epiderme; pp, parênquima paliçádico; fv, feixe vascular; es, estômato; be, bainha esclerenquimática. A cutícula é espessa e o mesófilo é homogêneo, sendo formado, em média, por quatro ou cinco camadas de parênquima paliçádico. A presença de estruturas anatômicas xeromorfas, como estômatos em pequenas depressões, folíolos anfiestomáticos, tricomas tectores unicelulares, cutícula espessa e feixe vascular envolto por bainha esclerenquimática, contribui para a prevenção de perda de água pela folha.

Figura 2.5. Estrutura das folhas de barbatimão: (a) estômatos, (b) tricomas tectores unicelulares, (c1) depressão estomática (seta) e (c2) mesófilo isolateral com as células paliçádicas em desenvolvimento na superfície abaxial do folíolo.



Fonte: Oliveira; Elias; Figueiredo, 2007.

2.2.2 Propriedades medicinais da folha de barbatimão

Os taninos são compostos fenólicos responsáveis pela propriedade adstringente de muitos produtos vegetais. As propriedades desses compostos podem estar ligadas a três características gerais que todos os grupos taninos possuem, em maior ou menor grau: complexação de íons metálicos (ferro, manganês, vanádio, cobre, alumínio, cálcio etc), atividades antioxidantes e sequestradoras de radicais livres e habilidade de formar complexos com outras moléculas, como proteínas e polissacarídeos (HASLAM, 1996 *apud* MEIRA, 2013). Eles estão presentes em toda a planta do barbatimão, estando concentrados principalmente na casca, que possui coloração avermelhada em seu interior, com cerca de 25 a 30% em extrato aquoso (PANIZZA *et al.*, 1988 *apud* MEIRA, 2013).

Acreditava-se que o grande potencial fitoterápico do barbatimão se encontrava apenas nas cascas desta planta, porém estudos recentes indicaram propriedades de grande interesse medicinal também em suas folhas. Santos *et al.* (2002) constataram que após a extração de folhas e cascas de barbatimão secas e moídas, a quantidade de fenólicos totais, taninos condensados, ésteres de ácido gálico e precipitação de proteínas obtida foi tal como apresentado na Tabela 2.1. Desta forma, é notório que a quantidade de fenólicos presentes na folha é próxima à da casca e, apesar da quantidade de taninos condensados ser menor na folha, seu percentual continua relevante.

Tabela 2.1. Concentração dos fenólicos totais e taninos em mg/g de material seco (\pm desvio padrão) de barbatimão.

Material da planta	Rendimento da extração (%)	Fenólicos totais	Taninos condensados	Ésteres de ácido gálico	Precipitação de proteína
Casca	26,2	158,7 \pm 4,0	914,6 \pm 51,0	72,3 \pm 3,0	140,4 \pm 0,8
Folhas	28,8	138,9 \pm 7,7	535,5 \pm 52,0	70,5 \pm 4,2	114,5 \pm 4,1

Fonte: SANTOS *et al.*, 2002.

Pinho *et al.* (2012) avaliaram o perfil fitoquímico de extratos hidroalcoólicos padrão (EAPs) obtidos a partir de folhas de barbatimão. Foi constatado que estas tinham potencial para inibir o crescimento da bactéria *S. aureus*, sendo uma alternativa sustentável e acessível para tratamento antimicrobiano (*apud* FERREIRA *et al.*, 2013).

Recentemente, o potencial antígeno-tóxico e antioxidante das folhas de barbatimão têm sido estudados. Em uma das linhas de pesquisa, foram preparados a partir das folhas secas extratos aquosos (AEB), fração de água (WFB) e extrato etanólico (EEB). Estes apresentaram alto conteúdo de compostos fenólicos, flavonoides e proantocianidinas. O estudo foi feito utilizando ratos Wistar machos, com comida e água à vontade e ciclos claro-escuro de 12h, divididos em 8 grupos contendo 6 ratos cada. O grupo de controle recebeu água; o grupo CP recebeu ciclofosfamida, um agente antineoplásico cujos metabólitos podem se ligar ao DNA causando danos que podem resultar em quebras de cromossomos, formação de micronúcleos e morte celular; grupos que receberam os extratos; e grupos que receberam extratos+CP. Tanto a fração de água (WFB) quanto o extrato etanólico

(EEB) inibiram a genotoxicidade induzida pela ciclofosfamida. WFB inibiu a formação de lesão ao DNA e tanto EEB quanto WFB diminuíram significativamente a formação de micronúcleos. Todos os extratos também demonstraram, pelo método DPPH, alta atividade de eliminação de radicais livres e alto poder de redução. Ou seja, todos os extratos apresentaram atividade antioxidante e, além disso, a fração de água e o extrato etanólico protegeram as células da genotoxicidade induzida pela ciclofosfamida nas células de medula óssea dos ratos, indicando potencial das folhas de barbatimão como agente anticarcinogênico (FILHO *et al.*, 2011).

Câncer de mama é a segunda doença que mais mata mulheres no mundo. Devido à resistência à quimioterapia e as limitações intrínsecas à terapia quimio-endócrina convencional a todos os tipos de câncer de mama, vem sendo pesquisada a eficácia de fitoquímicos naturais e fitoterápicos. Em pesquisa recente, foi avaliado o potencial antioxidante e anticarcinogênico do extrato aquoso das folhas de barbatimão nas linhas de células de adenocarcinoma da mama humana, MCF-7 (ER+) e MDA-MB-435 (triplo negativo). O grupo de controle também foi obtido de células do fêmur de ratos Wistar e ciclofosfamida foi utilizada para o controle positivo. Uma fração isolada do extrato aquoso das folhas de barbatimão era composta por ácido gálico, dímero de procianidina B1 (epicatequina- (4 β \rightarrow 8) - catequina) e (-)-epicatechin-3-o-gallate e apresentou atividade antioxidante e citotóxica contra as linhas de células de câncer de mama, MCF-7 e MDA-MB-435. A fração induziu a morte celular, de células cancerígenas e não de células normais, e o seu mecanismo de ação aparentemente inclui a indução de apoptose e de autofagia. Os resultados obtidos indicam potencial da fração de extrato de folhas de barbatimão como agente quimiopreventivo e um candidato para desenvolvimento de drogas antineoplásicas (SABINO *et al.*, 2018).

2.3 Secagem

Secagem é uma operação unitária que pode ser definida como o processo de remoção térmica de substâncias voláteis, comumente sendo água, para obtenção de um produto sólido. Quando um sólido úmido é exposto à secagem térmica, dois processos ocorrem simultaneamente: transferência de calor das redondezas para evaporar a umidade superficial e transferência de massa com a migração da umidade interna para superfície do sólido para que haja evaporação da mesma (MUJUMDAR, 2006).

A transferência de calor pode ser por convecção, condução, radiação ou uma combinação destes. O processo mais comum é o convectivo (principalmente por convecção forçada), no qual o calor é transferido para a superfície do sólido úmido por meio de uma corrente de gás quente e, após a evaporação, a umidade é removida pelo gás de secagem, geralmente ar. A taxa de transferência de energia por convecção é dada pela Equação 2.1, conhecida como “lei de resfriamento de Newton” (WELTY *et al.*, 2008).

$$q = A.h.\Delta T \quad (2.1)$$

O coeficiente de transferência de calor por convecção depende da natureza de escoamento do fluido, das propriedades termodinâmicas e de transporte específicas do fluido e da geometria do sistema de interesse. O aumento da velocidade do fluido, e conseqüente aumento de turbulência, tende a gerar um coeficiente de transferência de calor maior, tornando a troca de calor por convecção mais efetiva (WELTY *et al.*, 2008).

Concomitante a esse processo, há a transferência de massa de água do interior do sólido para superfície por mecanismos combinados, que incluem a difusão, e depois para a corrente de fluido de secagem. Este fenômeno depende da natureza física do sólido, temperatura e umidade do mesmo. Umidade fracamente ligada ao substrato por meio de combinações químicas, que atua como solvente do sólido e está presente como solução líquida ou presa na microestrutura do mesmo, é chamada de umidade ligada. Ela apresenta pressão de vapor menor que a do líquido puro na mesma temperatura, sendo, portanto, menos volátil. Já a umidade não ligada (ou livre) em um material não higroscópico é a umidade em excesso, além do equilíbrio correspondente à umidade de saturação do ar (MUJUMDAR, 2006).

O processo de secagem pode ser controlado ou afetado por condições externas e internas ao sólido. Em um processo de secagem convectiva, as principais variáveis que afetam a transferência de calor e massa externa ao sólido são temperatura, umidade, direção e velocidade do ar, bem como a forma física do sólido. As condições externas da secagem são especialmente importantes durante o início da secagem quando a umidade não ligada é removida. As condições internas dizem respeito, principalmente, aos gradientes de temperatura e umidade presentes

dentro do sólido. Elas devem ser avaliadas quando estes gradientes são fatores controladores da secagem, o que ocorre, geralmente, em processos em que é necessário obter um produto com umidade muito baixa (MUJUMDAR, 2006).

A umidade de um sólido pode ser expressa em base seca ou em base úmida, tal como indicado pelas Equações 2.2 e 2.3, respectivamente.

$$X = \frac{\text{massa de água}}{\text{massa de material seco}} \quad (2.2)$$

$$X_{bu} = \frac{\text{massa de água}}{\text{massa de material seco} + \text{massa de água}} \quad (2.3)$$

A umidade também pode ser expressa como umidade adimensionalizada (MR), Equação 2.4, que varia de 0 (limite da secagem com ar) a 1 (início da secagem).

$$MR = \frac{M_t - M_e}{M_o - M_e} \quad (2.4)$$

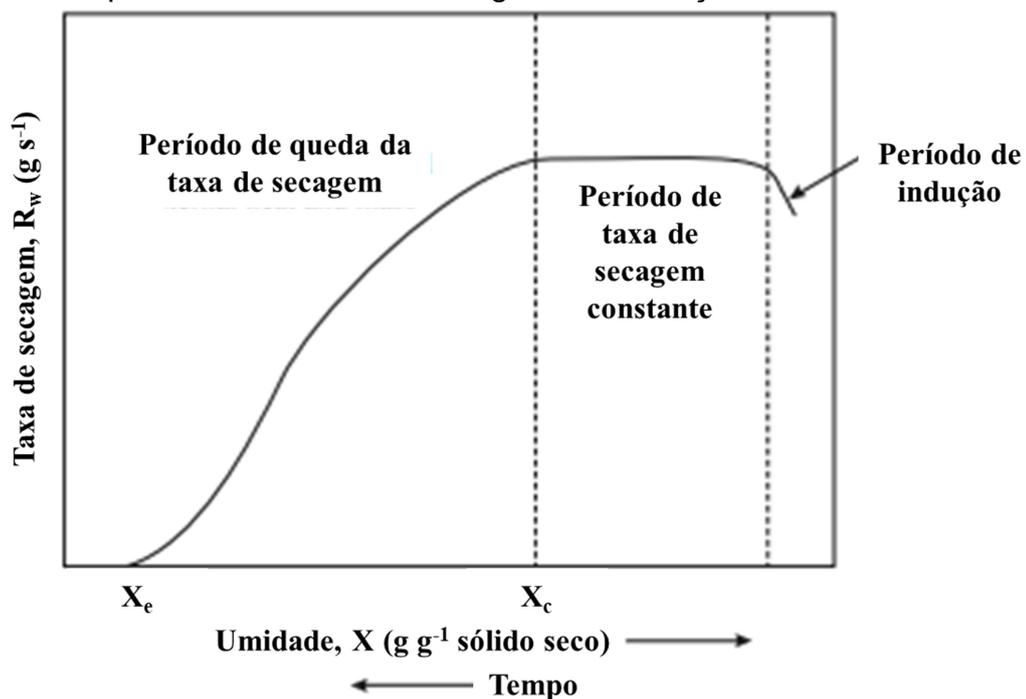
2.3.1 Mecanismos de secagem

A taxa de secagem se refere à quantidade de massa de água evaporada em um determinado intervalo de tempo, calculando-a para diferentes instantes da secagem é possível obter experimentalmente um gráfico tal como ilustrado na Figura 2.6. O formato desta curva depende da natureza do material, seu tamanho e espessura, bem como das condições de secagem.

Ao início da secagem, o conteúdo de umidade no sólido ainda é alto. Depois de um aquecimento inicial, também chamado como período de indução, a água que começa a evaporar é proveniente da superfície do sólido úmido que está em contato direto com a corrente de ar de secagem. Se a água presente no sólido possuir uma taxa de transferência de massa suficientemente alta, a superfície do sólido permanecerá saturada com água e, com isso, a taxa de secagem será constante. Por conseguinte, as resistências à transferência de calor e massa estão localizadas dentro da camada limite externa de gás que circunda o material. A umidade crítica (X_c) é atingida ao diminuir o conteúdo de umidade do sólido continuamente. A partir deste ponto, a taxa de secagem começa a diminuir, o que reflete uma mudança nas

condições de transferência de calor e massa no sistema. No início do período de queda da taxa de secagem, a superfície do sólido se torna parcialmente insaturada e não há mais um filme contínuo de água na superfície. Gradualmente, toda a superfície se torna seca, o que faz com que o calor seja transferido à água no interior do sólido por condução. Como, no geral, o sólido seco próximo à superfície é um mal condutor de calor, a taxa de transferência de calor cai progressivamente. Na medida em que a transferência de calor e massa é totalmente controlada por resistências internas, a taxa de secagem continua a decair e o processo é caracterizado como difusivo. A umidade do sólido diminui até atingir a umidade de equilíbrio (X_e) com a umidade do ar de secagem. A umidade de equilíbrio é a umidade mais baixa que pode ser obtida na temperatura e umidade relativa do ar usado no processo de secagem (DORAN, 2012).

Figura 2.6. Típica curva de taxa de secagem em condições constantes de secagem.



Fonte: Modificado de Doran, 2012.

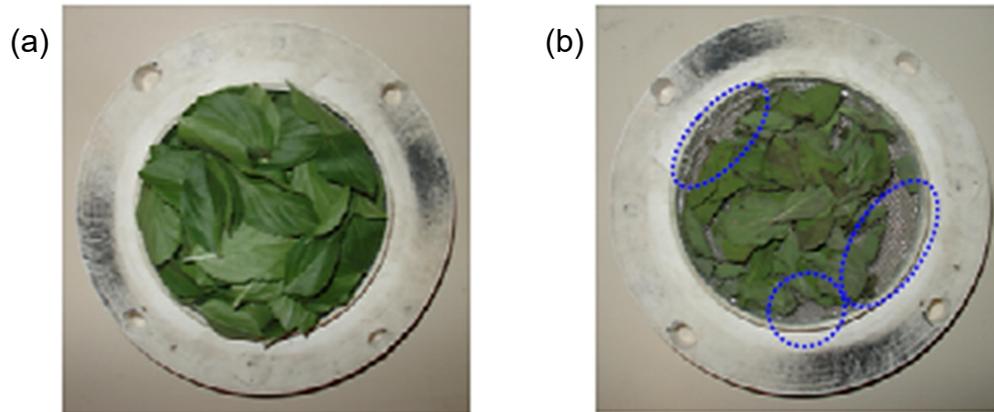
2.3.2 Secagem de folhas

A secagem de folhas medicinais é uma prática necessária para viabilizar a utilização dessa matéria-prima em escala industrial, mas ainda são poucos os estudos na literatura que investigam aspectos fundamentais dessa operação. Considerando o processo de secagem por convecção de uma única folha, tem-se

que a energia necessária para a remoção da água contida na folha é obtida a partir do calor disponível na corrente de ar. Com o passar do tempo, a umidade da folha diminui e da corrente de ar aumenta. Em princípio, esta operação pode ser muito simples para muitos tipos de materiais, contudo, tendo em vista a composição e morfologia das folhas, o processo pode tornar-se muito mais complexo.

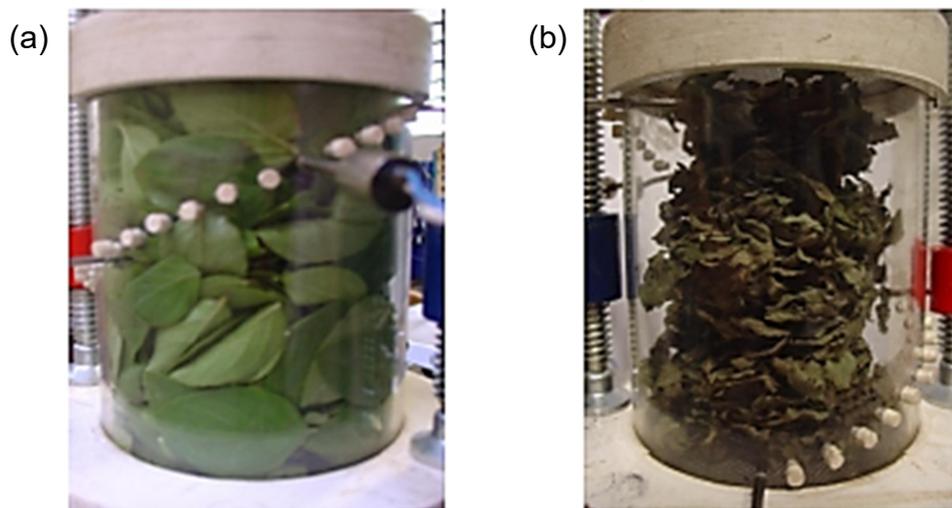
A secagem com fins comerciais exige o processamento de grandes volumes e, portanto, as folhas são agrupadas dentro de um secador formando um leito constituído de material *in natura* e volumes vazios nos interstícios (ROSANOVA, 2017). O tempo de residência das folhas no secador e sua configuração, bem como as características morfológicas de cada espécie, podem contribuir para a formação de canais preferenciais devido à aglomeração e fenômenos como enrolamento e encolhimento das folhas, por exemplo. Sendo assim, a secagem pode ser heterogênea, gerando produtos fora da especificação estabelecida pela Farmacopeia Brasileira IV (1988), cujos limites de umidade em base úmida são de 8 a 14% para as matérias-primas vegetais em geral. Lima (2013) relatou que tanto para a secagem convectiva em camada fina (Figura 2.7) quanto para a secagem convectiva em camada espessa de folhas de manjerição (Figura 2.8), houve distribuição não uniforme do ar aquecido através do leito estático, o que resultou em uma secagem heterogênea (Figura 2.9), sendo mais acentuada em camada espessa. Além disso, a autora concluiu que o encolhimento sofrido pelo material não seguiu um padrão em diferentes ensaios, o que evidencia a dificuldade de se obter dados reprodutíveis e uma secagem uniforme para esse tipo de material. Com leitos de diferentes configurações, as interações fluido-partícula, determinantes do processo, se alteram e, como consequência, há variações nas curvas de cinética de secagem. Por esse motivo, parâmetros obtidos a partir de ajustes matemáticos aos dados experimentais de cinética de secagem de folhas nem sempre são reprodutíveis ou confiáveis.

Figura 2.7. Célula durante a secagem em camada fina de folhas inteiras de manjeriço com ar de secagem a 30°C e tempo de secagem de: (a) 0 e (b) 540 minutos.



Fonte: Lima, 2013.

Figura 2.8. Célula de medida durante a secagem em camada espessa de folhas inteiras de manjeriço com ar de secagem a 0,4 m.s-1 e 60°C a: (a) 0 minutos e (b) 360 minutos de secagem.



Fonte: Lima, 2013.

Figura 2.9. Leitos de folhas inteiras após 200 minutos de secagem a T=60°C: (a) aglomerado de folhas e (b) interior do aglomerado de folhas.



Fonte: Lima, 2013.

Não foram encontradas pesquisas a respeito da secagem de folhas de barbatimão na literatura. Tendo em vista o grande potencial fitoterápico desta espécie endêmica do Brasil, a especificidade de diferentes espécies de folhas frente à secagem e a necessidade de preservar as folhas e seus componentes bioativos no processamento, torna-se de grande interesse uma pesquisa sobre a viabilidade da aplicação desse processo, bem como quais as condições mais adequadas para a operação.

2.3.3 Modelos de secadores

A secagem de folhas pode ser realizada em diversos modelos de secadores, contudo é interessante priorizar modelos que favoreçam a manutenção da qualidade das folhas após a operação, que sejam de fácil operação e manutenção e que minimizem o consumo energético. Produções com capacidade acima de 100 kg/h geralmente exigem um secador contínuo, mas a escolha entre um em batelada e um contínuo também depende de diversas características do processo. Em uma indústria, o ideal é coletar os seguintes dados antes da escolha de um secador: capacidade de produção, conteúdo de umidade inicial, distribuição do tamanho de partícula, curva de secagem, temperatura máxima permitida ao produto, características de explosão, propriedades toxicológicas, isoterms de umidade, possível contaminação, aspectos corrosivos e dados físicos dos materiais (LAND, 1991).

Mujumdar (2006) cita os principais modelos de secador utilizados para secagem de folhas de chá: secador de esteira, secador de leiteo fluidizado, secador multibandejas e secador tipo grelha. No Brasil, é muito comum a técnica de secagem utilizando a luz do sol, por ser uma energia disponível gratuitamente. Porém, esse processo possui diversas limitações como necessidade de grande área disponível, falta de controle do processo de secagem, possível degradação pelo processo bioquímico ou reações microbiológicas, infestação de insetos, entre outros.

O secador de esteira (Figura 2.10) pode operar em regime contínuo e tem grande importância no cenário industrial por ser um equipamento relativamente fácil de ser operado e com baixo custo de manutenção. O material a ser seco é disposto na esteira que se movimentada lentamente pela seção de secagem, onde o gás quente, geralmente ar, passa por ela perpendicularmente. Nele, é possível controlar a temperatura e velocidade do ar de secagem, bem como o tempo de residência do

material na seção de secagem, variando-se a velocidade de deslocamento da esteira. Apesar de suas vantagens, é um modelo com baixa eficiência energética quando configurado como um estágio por não haver reaproveitamento do ar de secagem, ainda quente, ao sair da seção de secagem. Além disso, por não haver mistura do material, há a formação de canais preferenciais devido à baixa massa específica e elevada área superficial das folhas, podendo favorecer uma secagem heterogênea. Esses são problemas relacionados, em geral, aos secadores de leito fixo.

Figura 2.10. Secador de esteira industrial.



Fonte: <http://www.pharmao.com/dryer/belt-dryer.htm>

No secador multibandejas (Figura 2.11), as folhas úmidas são colocadas na bandeja superior e o produto seco é obtido na bandeja inferior. A movimentação das bandejas é realizada manualmente geralmente de cima para baixo à medida que a secagem prossegue. Para que a secagem seja mais rápida, pode-se inserir o ar de secagem diretamente em cada camada. Apesar do reaproveitamento do calor sensível do ar, o material não é misturado durante a operação, o que pode gerar uma secagem heterogênea (MUJUMDAR, 2006).

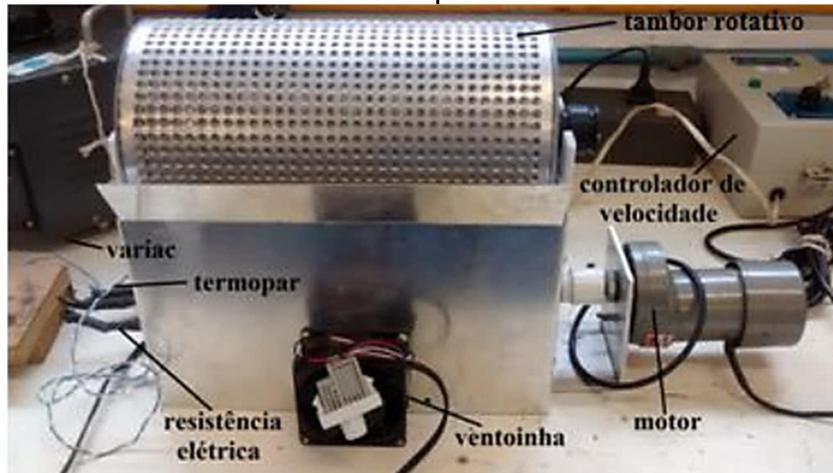
Figura 2.11. Secador multibandejas.



Fonte: <https://www.indiamart.com/proddetail/tray-oven-dryer-machines-3791119355.html>

Em geral, a secagem de folhas em configurações de leito fixo requer que o material seja misturado ao longo do processo, para reduzir a formação de gradientes de umidade. De forma a melhorar o contato do ar de secagem com as folhas e promover uma secagem homogênea, Rosanova (2017) investigou o uso de tambor rotativo convencional para secagem de ramos de hortelã em regime de cascadeamento. Contudo, durante a operação, constatou-se que o movimento dos ramos no interior do secador não era característico desse regime e que a redução de umidade do material foi muito lenta e não uniforme. As folhas aderiram às paredes do secador e formaram aglomerados, houve encolhimento expressivo dos ramos fazendo com que a carga inicial de 10% de volume fosse rapidamente reduzida, bem como houve arraste do material ao longo do comprimento do secador, de modo que grande parte ficasse concentrada na extremidade oposta à alimentação do ar. A autora concluiu que o tambor rotativo convencional não é o equipamento mais indicado para a secagem de plantas e propôs o desenvolvimento de um tambor rotativo com parede perfurada cuja alimentação era realizada na direção perpendicular ao eixo de rotação (Figura 2.12).

Figura 2.12. Secador tipo tambor rotativo com parede perfurada desenvolvido em escala piloto.



Fonte: Rosanova, 2017.

Apesar de o equipamento promover boa mistura do material e homogeneidade do produto seco, o curto tempo de residência do ar quente em contato com o leito faz com que haja perda significativa de calor sensível na corrente de saída, o que não é interessante do ponto de vista ambiental e econômico.

Uma alternativa interessante de secador de leito fixo, que inspirou o equipamento desenvolvido neste trabalho, é o secador de múltiplas bandejas dotado de dispositivo que permite a descarga de material entre os diferentes estágios. Além do melhor aproveitamento do calor sensível do ar de secagem, o deslocamento do material entre as diferentes bandejas promove sua mistura e contribui para a redução do desenvolvimento de gradientes de umidade nas camadas de leito fixo. Um modelo que segue este esse princípio de funcionamento, indicado na Figura 2.13, é usado em algumas indústrias alimentícias, pois também evita contaminação cruzada. O ar entra pelo inferior do secador enquanto o material é alimentado na bandeja superior. Em operação plena, o calor recebido na bandeja superior será menor que o da bandeja inferior, mesmo com isolamento das paredes do secador, uma vez que o leito da primeira bandeja usará parte do calor sensível do ar para secagem. Assim, o ar quente chegará às bandejas superiores com menor temperatura e maior umidade, de forma que o ar mais frio estará em contato com o material *in natura*, que possui alto conteúdo de umidade não ligada. Ao ser despejado para as bandejas inferiores, o material parcialmente seco entrará em contato com ar a uma temperatura mais alta, o que favorecerá a retirada da umidade mais fortemente ligada.

Figura 2.13. Secador de bandejas industrial.

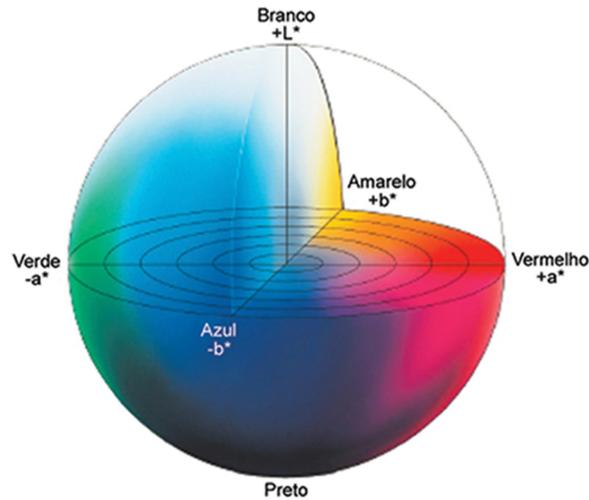


Fonte: <https://www.geelencounterflow.com/en/batch-dryer>

2.4 Avaliação da degradação de cores

Quando as cores são ordenadas em uma escala, elas podem ser expressas em termos de tonalidade, luminosidade e saturação, deixando de ser um critério subjetivo. O espaço de cor $CIE L^*a^*b^*$ baseia-se na teoria de cores opostas, em que duas cores não podem ser verdes e vermelhas ao mesmo tempo, ou amarelas e azuis ao mesmo tempo. O parâmetro L^* representa luminosidade (valores menores representam amostras mais escuras), a^* representa a coordenada vermelho ($a > 0$) e verde ($a < 0$) e b^* representa coordenada amarelo ($b > 0$) e azul ($b < 0$), conforme a Figura 2.14. A análise da alteração da cor das folhas devido ao processo de secagem é considerada um bom indicativo inicial da qualidade do produto seco, uma vez que o escurecimento e perda da cor verde são associados ao estresse térmico e à degradação da clorofila.

Figura 2.14. Espaço de cor CIE L*a*b*.



Fonte: <http://sensing.konicaminolta.com.br/2015/11/control-de-cor-de-leite-em-po/>

2.5 Eficiência energética da secagem

É de grande interesse ambiental o menor gasto de energia possível, tornando o processo mais sustentável e, conseqüentemente, do ponto de vista econômico, mais rentável. Estima-se que a secagem seja uma das operações unitárias mais caras industrialmente, devido principalmente ao alto calor latente de vaporização da água (MENSHUTINA *et al.*, 2004). Sendo assim, surge o conceito de eficiência energética, que pode ser aplicado ao processo como um todo e a equipamentos específicos.

Há diversas formas de se avaliar eficiência energética para secadores convectivos. Kudra (2012) definiu a eficiência energética como a razão entre a energia requerida para evaporar o fluido pela energia para aquecer o ar na alimentação, considerando que toda energia usada no secador é apenas para aquecer o ar, sendo calculada pela Equação 2.5.

$$E_E = \frac{\Delta h \cdot (H_s - H_a)}{h_e - h_a} \quad (2.5)$$

Nos processos em batelada, a eficiência energética pode variar ao longo do tempo, uma vez que a taxa de secagem não é constante. Menshutina *et al.* (2004) definiram a eficiência instantânea de secagem, apresentada na Equação 2.6. A sua integração em um determinado intervalo de tempo, equivalente à faixa de teor de

umidade retirada pela secagem, fornece a eficiência energética cumulativa de secagem, indicada na Equação 2.7.

$$\varepsilon_D = \frac{\text{energia requerida para evaporação no tempo } t}{(\text{energia na entrada} - \text{energia na saída do gás}) \text{ no tempo } t} \quad (2.6)$$

$$E_D = \frac{1}{t} \int_0^t \varepsilon_D(t) dt \quad (2.7)$$

A eficiência instantânea de secagem (ε_D) é calculada a partir da Equação 2.8, na qual a taxa de secagem (R_w) é obtida a partir da razão entre massa de água evaporada no intervalo de tempo considerado e o valor deste intervalo.

$$\varepsilon_D = \frac{R_w \cdot L_w}{G_a [C_H^e \cdot (T_e - T_a) - C_H^s \cdot (T_e - T_s)]} \quad (2.8)$$

A Equação 2.8 não considera o trabalho mecânico necessário para a operação, o calor sensível usado para aquecimento da estrutura do secador e de acessórios e nem eventuais perdas térmicas entre o secador e o ambiente. O denominador considera a parcela de energia fornecida que foi efetivamente utilizada para a secagem, ao subtrair a energia do ar de exaustão da energia fornecida pela corrente de entrada. Assim, embora considere apenas o consumo energético para a vaporização de água, ela permite a comparação entre as eficiências energéticas de secagem em secadores de um ou mais estágios.

A seleção da temperatura de secagem adequada deve considerar tanto a qualidade do processo como o consumo energético. Uma temperatura muito alta pode causar perda de bioativos, enquanto que temperaturas muito baixas podem acelerar o processo de decomposição promovido pela atividade enzimática da própria planta ou favorecer ataques microbianos (MUJUMDAR, 2006).

3 OBJETIVOS

Objetivou-se, com o presente estudo, desenvolver um secador tipo bandejas que opere na configuração de bateladas em série, de modo a promover mistura de material e melhorar o aproveitamento da energia térmica do ar para a secagem de folhas medicinais. A fim de avaliar o desempenho do secador, foram utilizados ramos de *Stryphnodendron adstringens*, submetidos a diferentes condições de secagem, avaliando-se a qualidade do produto obtido e o ganho no aproveitamento energético do ar de secagem no secador de múltiplos estágios em comparação com um secador de um único estágio operando em condições equivalentes.

Entre os objetivos específicos do trabalho, destacam-se:

- Caracterização dos ramos de barbatimão;
- Avaliação da secagem de ramos de barbatimão em camada espessa;
- Desenvolvimento um secador de bandejas que opere como bateladas em série para secagem de folhas medicinais;
- Análise da mistura de material no secador de bandejas durante a operação como bateladas em série;
- Realização das cinéticas de secagem dos ramos de barbatimão em estufa e leito fixo para avaliação do efeito da temperatura e da velocidade do ar na secagem;
- Realização das cinéticas de secagem dos ramos de barbatimão nas bandejas, ajuste às equações empíricas e estimativa do tempo de residência em cada estágio para obtenção de produto de acordo com a umidade estabelecida pela Farmacopeia;
- Realização da cinética de secagem no secador de bandejas operando como bateladas em série;
- Análise da umidade final, homogeneidade e degradação de cores do produto obtido;
- Cálculo da eficiência energética cumulativa de secagem.

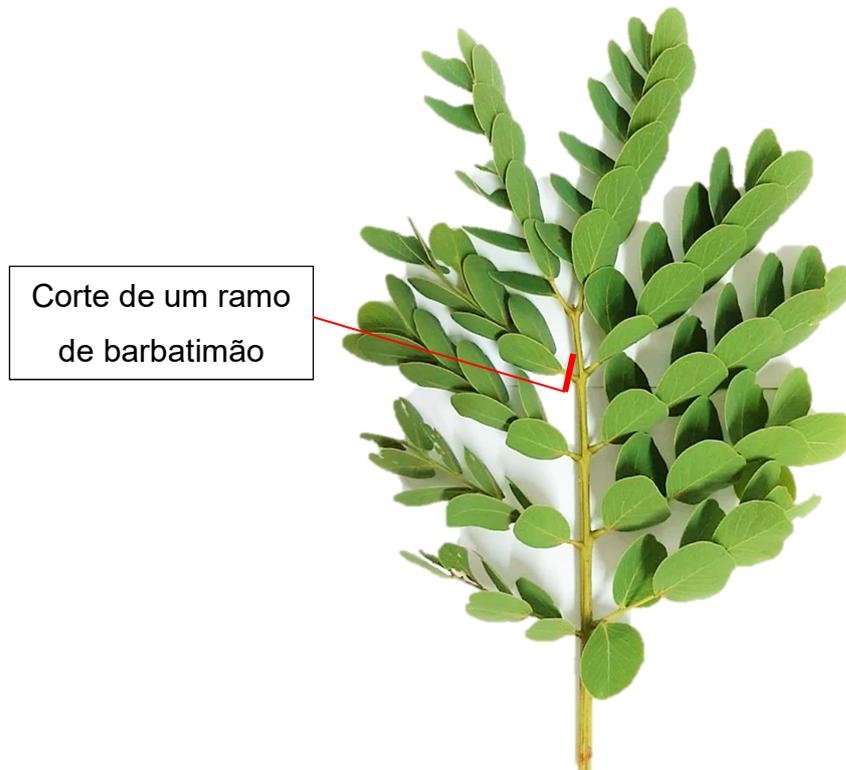
4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais e equipamentos

4.1.1 Ramos de barbatimão

Neste trabalho foram utilizados galhos de barbatimão (*Stryphnodendron adstringens*) que foram coletados no Cerrado da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar). Considerando o trabalho manual para retirada de cada folha e a praticidade do ponto de vista operacional, optou-se por trabalhar com ramos de barbatimão, que foram cortados como indicado na Figura 4.1. Ramos visivelmente deteriorados ou com alguma doença foram descartados.

Figura 4.1. Corte de ramos de barbatimão (*Stryphnodendron adstringens*).



Fonte: Acervo pessoal.

A fim de preservar as condições *in natura* do material, eles foram armazenados em ambiente refrigerado por no máximo uma semana. Ao término dos experimentos, os ramos secos foram mantidos em sacos fechados de 40 cm de largura, 60 cm de altura e espessura de 0,006 μm em uma caixa de fechamento hermético em ambiente escuro.

4.1.2 Camada espessa

Nos ensaios de secagem em camada espessa foi utilizada uma coluna em material aramado com mesma área de secagem de uma bandeja do secador proposto, além de uma balança semi-analítica *Ohaus AR3130* de precisão 0,001g conectada a um estabilizador de corrente *EVS Line* da *TS Shara* e estufa a 105°C para obtenção da umidade final.

4.1.3 Estufa e secador de leito fixo

Para os ensaios preliminares, foram utilizados uma estufa TE-394/I da Tecnal e um secador de leito fixo, representados nas Figuras 4.2 e 4.3, respectivamente. A célula de secagem utilizada nos experimentos em leito fixo está indicada na Figura 4.4. Em ambas as linhas utilizaram-se balanças com precisão de no mínimo 0,001 g.

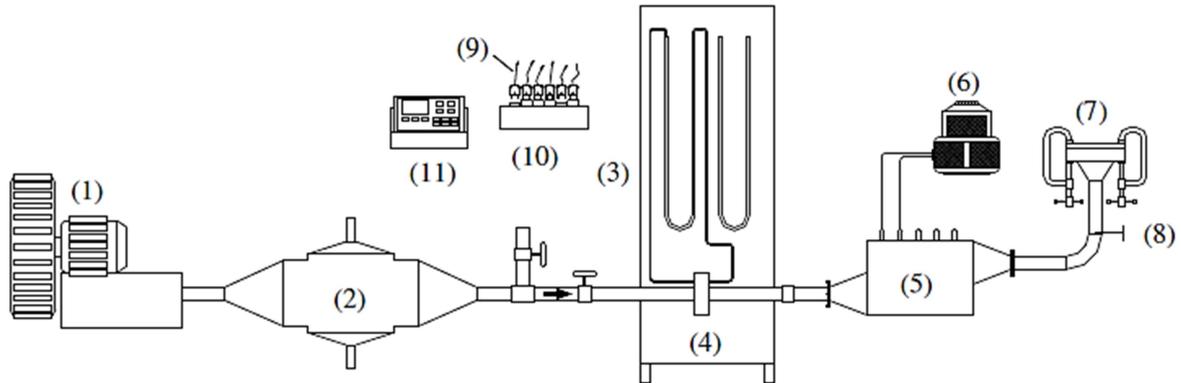
Figura 4.2. Estufa com medição de massa suspensa pela balança.



Fonte: Acervo pessoal.

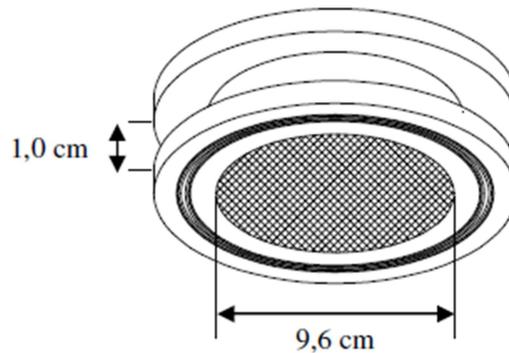
Figura 4.3. Linha do secador de leite fixo.

- | | | |
|-----------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| (1) Soprador de ar | (5) Aquecedor | (8) Válvula |
| (2) Resfriador | (6) Variador de voltagem | (9) Termopar |
| (3) Manômetro | (7) Local de acoplamento da | (10) Chave seletora |
| (4) Placa de orifício | célula de secagem | (11) Leitor de temperaturas |



Fonte: Lima, 2013.

Figura 4.4. Célula utilizada nos ensaios de secagem em leite fixo.



Fonte: Lima, 2013.

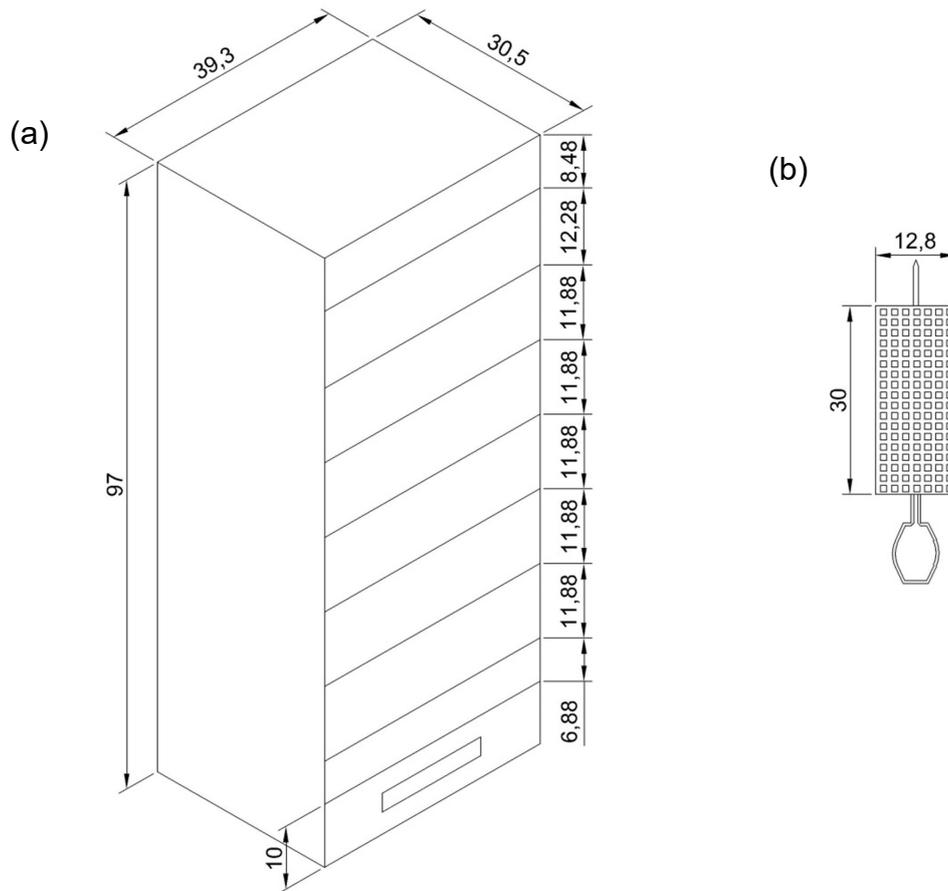
4.1.4 Secador de bandejas

Foi desenvolvido um secador de bandejas para a secagem de folhas medicinais e condimentares que opera na configuração de bateladas em série e sua construção se deu na Oficina Mecânica do Departamento de Engenharia Química da UFSCar. O secador, construído a partir de chapas de ferro, possui uma câmara de secagem vertical com 97 cm de altura, 39,3 cm de largura e 30,5 cm de profundidade e sete fendas distribuídas verticalmente para o posicionamento de bandejas removíveis, o que permite operar variando-se a distância entre elas. A distância mínima entre as fendas é de 11,88 cm.

Em cada estágio, uma bandeja é seccionada em três partes, sendo que cada parte possui um eixo central, possibilitando a sua rotação para descarregar o produto nas bandejas inferiores sem interferência externa. As bandejas foram

confeccionadas com placas de metal perfuradas, de forma a permitir o escoamento do ar, e possuem dimensões de 30 cm de profundidade e 12,8 cm de largura. As três seções combinadas ocupam toda a área da seção transversal ao escoamento. Uma representação do secador desenvolvido e de uma das seções de bandeja, juntamente com suas cotas, está ilustrada na Figura 4.5.

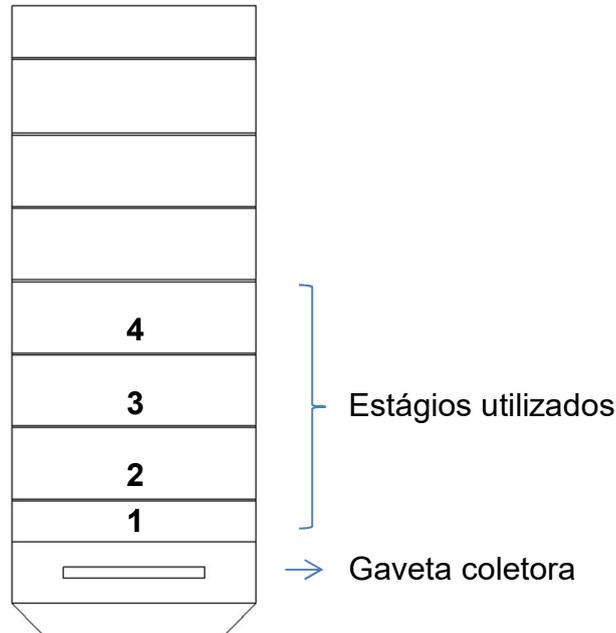
Figura 4.5. Cotas em centímetros: (a) secador de bandejas de alturas variáveis desenvolvido e (b) uma seção da bandeja.



Fonte: Acervo pessoal.

Embora em princípio quanto mais estágios, maior o ganho em termos de aproveitamento energético, o número de estágios em operação simultânea foi limitado a quatro por questões operacionais. Na base, há uma gaveta de chapa perfurada com 10 cm de altura para a coleta do material seco. Para fins de notação, os estágios foram enumerados a partir da base até o topo, onde há a alimentação de material, tal como na Figura 4.6. A gaveta coletora não é considerada um estágio.

Figura 4.6. Enumeração dos estágios do secador de bandejas.

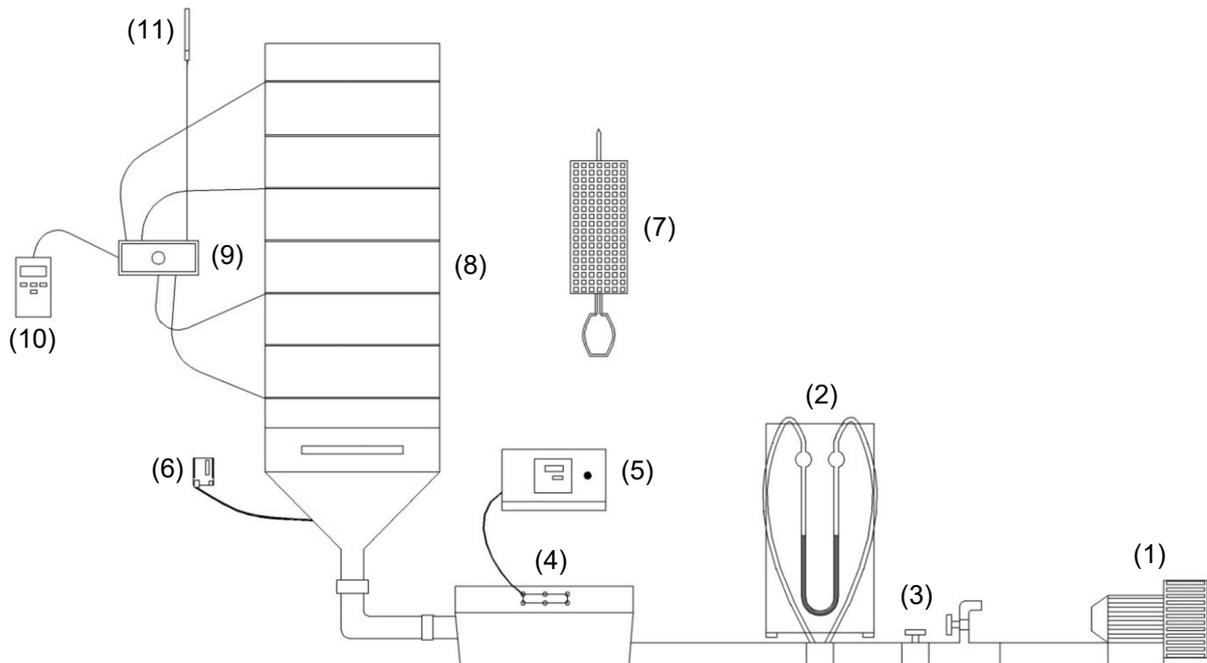


Fonte: Acervo pessoal.

A unidade experimental, cujo esquema é indicado na Figura 4.7, é composta por um soprador de capacidade máxima de $8,2 \text{ m}^3/\text{min}$ da marca *Elam*, manômetro de mercúrio, placa de orifício, caixa com três resistências, controlador de temperatura da *Flyever* (modelo FE50RPN), *Arduino UNO* e sensor DHT22, uma chave seletora de termopares com dez canais, leitor de temperatura *digi-sense* da *Cole Parmer* e 7 termopares encapsulados do tipo T. Em adição, também foram utilizadas uma balança semi-analítica *Ohaus AR3130* de precisão $0,001\text{g}$ conectada a um estabilizador de corrente *EVS Line* da *TS Shara*. Os termopares foram calibrados com um bloco de calibração de temperatura DB-35L da *Techne*, enquanto a placa de orifício foi calibrada com tubo de Venturi padrão, cuja equação da vazão de ar era conhecida.

Figura 4.7. Linha do secador de bandejas desenvolvido.

- | | | |
|-----------------------|--------------------------------|----------------------------|
| (1) Soprador | (5) Controlador de temperatura | (9) Chave seletora |
| (2) Manômetro de Hg | (6) Arduino UNO e sensor DHT22 | (10) Leitor de temperatura |
| (3) Placa de orifício | (7) Bandeja seccionada | (11) Termopar |
| (4) Aquecedor | (8) Secador de bandejas | |



Fonte: Acervo pessoal.

4.1.5 Escoamento do ar

A fim de homogeneizar o escoamento de ar, foram utilizados diferentes recheios para compor um leito fixo entre a entrada de ar e a gaveta de chapa perfurada. Foram testados anéis de *Raschig* de ½ pol, bolas de gude de 1,7 cm de diâmetro e uma chapa metálica quadrada de 4 pol de aresta.

Para acompanhar visualmente a distribuição de ar, foram usados bastões sinalizadores de fumaça colorida e uma câmera. Já para a constatação da distribuição de velocidades, foi usado um anemômetro de fio quente modelo AK833 da AKSO com resolução de 0,01 m/s para a faixa de velocidade utilizada.

4.1.6 Caracterização do material

A caracterização morfológica do material foi realizada utilizando-se um paquímetro digital da *Messen*, o programa *ImageJ*, uma proveta de 2000 mL, estufa a 105°C, estufa a vácuo TE-395 da *Tecnal* e a balança semi-analítica *Ohaus*

AR3130 de precisão 0,001 g conectada a um estabilizador de corrente *EVS Line* da *TS Shara*.

4.1.7 Mistura e homogeneidade do produto seco

A análise da mistura promovida pela operação de bateladas em série no secador de bandejas foi feita com o uso de tintas *spray* de duas cores diferentes; já a verificação da homogeneidade do produto, utilizando-se a estufa a 105°C, balança semi-analítica *Ohaus* AR3130 de precisão 0,001g conectada a um estabilizador de corrente *EVS Line* da *TS Shara* e uma pá.

4.1.8 Espectrofotômetro

A análise e comparação da qualidade do produto obtido foi feita a partir da variação de cor das folhas *in natura* e secas obtida por um espectrofotômetro CM-5 da marca Konica Minolta, indicado na Figura 4.8.

Figura 4.8. Espectrofotômetro CM-5 da marca Konica Minolta.



Fonte: <https://sensing.konicaminolta.us/br/products/espectrofotometro-cm-5/>

4.2 Metodologia

4.2.1 Caracterização do material

Para determinar a coloração das folhas de barbatimão, os parâmetros L^* , a^* e b^* do sistema *CIE L*a*b** foram medidos para as folhas *in natura* nos meses de junho, julho e agosto de 2021, sendo cada amostra formada por 20 indivíduos. A umidade inicial dos ramos foi calculada a partir da Equação 2.3. Obtiveram-se as densidades *bulk* compactada (ρ_{bc}) e aerada (ρ_{ba}) dos ramos de barbatimão a partir das Equações 4.1 e 4.2, respectivamente. As frações mássicas das hastes (w_h) e folhas (w_f) foram obtidas com as Equações 4.3 e 4.4, respectivamente.

Por fim, foram determinadas as seguintes dimensões características das folhas, hastes e ramos de barbatimão (*Stryphnodendron adstringens*): comprimentos (L) e espessura (δ) das hastes e das folhas, área (A) da haste, área projetada (A_p) e superficial da folha (A_s), perímetro da folha (P), volume (V) da haste e da folha, esfericidade (ϕ), circularidade (ϑ), diâmetro de Feret (dF), diâmetro médio (dm) e índice de alongamento (A_L) da folha. No total, foram utilizados 80 indivíduos na amostra para obtenção de um valor médio.

O comprimento das hastes e as espessuras das hastes e das folhas foram obtidos com auxílio do paquímetro digital. A área superficial das folhas e os volumes das folhas e das hastes foram calculados com auxílio de uma planilha do *Excel*. As demais dimensões características foram obtidas com auxílio do programa *ImageJ*.

4.2.1.1 Umidade inicial

A determinação da umidade dos ramos *in natura* foi feita pelo método gravimétrico, após secagem em estufa a 105°C durante 24h, segundo norma da *Association of official analytical chemists* (AOAC, 1990) e também após a secagem em estufa a vácuo (-660 mmHg) a 60°C por uma semana. Foram utilizadas cerca de 10 g de ramos por placa de Petri e todos os ensaios foram realizados em triplicata, no mínimo. Após a secagem, a umidade inicial em base úmida foi obtida a partir da Equação 2.3.

4.2.1.2 Densidade *bulk* compactada

A densidade *bulk* compactada (ρ_{bc}) é obtida quando o material inserido é compactado no recipiente, sendo forçada a acomodação dos sólidos (ABDULLAH; GELDART, 1999). Isso é possível se a proveta for erguida e solta em uma superfície acolchoada a uma pequena altura, de 100 a 200 vezes.

Neste procedimento, a proveta de 2000 mL foi preenchida com ramos e a compactação do material foi promovida constantemente. A partir do momento em que o procedimento de compactação não produziu alteração perceptível na altura do material, o volume ocupado foi medido, bem como a massa dos ramos, e a densidade *bulk* compactada foi calculada pela Equação 4.1. O experimento foi realizado em triplicata.

$$\rho_{bc} = \frac{M_{rc}}{V_p} \quad (4.1)$$

4.2.1.3 Densidade *bulk* aerada

A densidade *bulk* aerada (ρ_{ba}) é determinada ao permitir que o material se acomode livremente no recipiente, apenas sob a influência da gravidade (ABDULLAH; GELDART, 1999).

Aproximadamente 60 g de ramos de barbatimão, obtidos conforme a Figura 4.1, foram inseridos e soltos verticalmente na altura da boca da proveta de 2000 mL e então a densidade *bulk* aerada foi calculada pela Equação 4.2. O ensaio foi realizado em triplicata usando sempre os mesmos procedimentos para inserção do material.

$$\rho_{ba} = \frac{M_{rl}}{V_p} \quad (4.2)$$

4.2.1.4 Fração mássica de hastes e folhas

As frações mássicas de hastes e folhas *in natura* foram calculadas a partir das Equações 4.3 e 4.4, respectivamente.

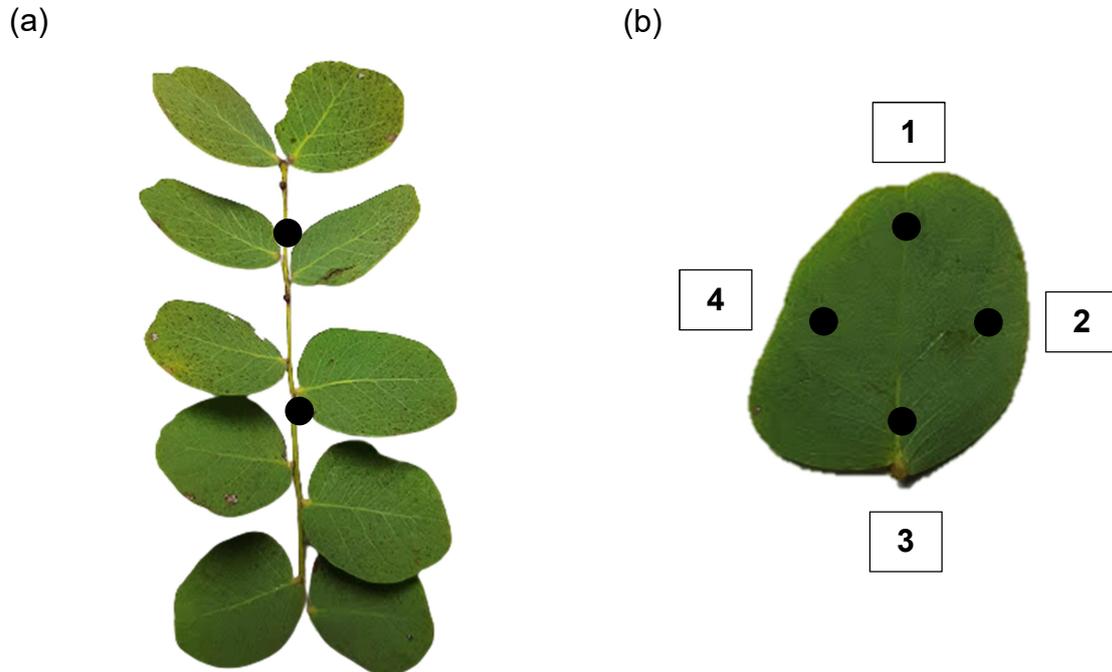
$$w_h = \frac{M_h}{M_T} \cdot 100 \quad (4.3)$$

$$w_f = \frac{M_f}{M_T} \cdot 100 \quad (4.4)$$

4.2.1.5 Espessura das folhas e das hastes

A espessura das folhas (δ_f) e das hastes (δ_h) foi obtida com o auxílio de um paquímetro digital. As medidas foram feitas em dois pontos distintos para a haste (Figura 4.9 (a)) e quatro pontos para as folhas (Figura 4.9 (b)), considerando-se como valor final a média obtida para cada parte.

Figura 4.9. Pontos de medida da espessura: (a) da haste e (b) da folha de barbatimão (*Stryphnodendron adstringens*).



Fonte: Acervo pessoal.

4.2.1.6 Área da haste

A área da haste (A_h) foi calculada a partir do comprimento (L) e espessura da haste (δ_h), obtidos com o paquímetro, e aproximando a haste por um cilindro, tal como Figura 4.10. O cálculo foi feito pela Equação 4.5.

Figura 4.10. Esquema utilizado para o cálculo da área das hastes.



Fonte: Acervo pessoal.

$$A_h = \pi \cdot \delta_h \cdot \left(L + \frac{\delta_h}{2} \right) \quad (4.5)$$

4.2.1.7 Perímetro, área projetada e superficial da folha

O perímetro (P) e a área projetada (A_p), que considera apenas uma face da folha, foram obtidos pelo programa *ImageJ*. A área superficial da folha foi calculada pela Equação 4.6.

$$A_s = 2.A_p + P.\delta_f \quad (4.6)$$

4.2.1.8 Volume da haste e da folha

O volume das hastes (V_h) e das folhas (V_f) foi calculado a partir das Equações 4.7. e 4.8, respectivamente.

$$V_h = \frac{1}{4}L.\pi.\delta_h^2 \quad (4.7)$$

$$V_f = A_s.\delta_f \quad (4.8)$$

4.2.1.9 Esfericidade

A esfericidade (ϕ) é definida por Gomide (1983) como a relação entre a superfície externa da esfera de mesmo volume que a partícula e a superfície externa da partícula (A_s), que no caso, é a folha. O diâmetro volumétrico (d_v), definido como sendo o diâmetro da esfera com mesmo volume da partícula (V_f), é calculado pela Equação 4.9, enquanto a esfericidade é calculada por 4.10.

$$d_v = \left(\frac{6}{\pi}V_f\right)^{1/3} \quad (4.9)$$

$$\phi = \frac{\pi.d_v^2}{A_s} \quad (4.10)$$

4.2.1.10 Circularidade

A circularidade (ϑ), também definida como arredondamento por Cox (1927), foi obtida diretamente pelo programa *ImageJ*. Sua faixa de valores varia de 0 (polígono infinitamente alongado) a 1 (círculo perfeito). O cálculo é feito pela Equação 4.11 (CANABARRO, 2019; RIBEIRO; BONETTI, 2013).

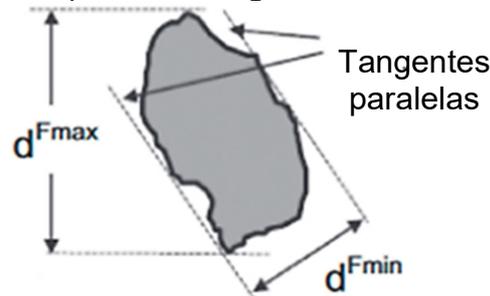
$$\vartheta = 4.\pi \frac{A_p}{P^2} \quad (4.11)$$

4.2.1.11 Diâmetro de Feret e diâmetro médio

O diâmetro de Feret é medido entre duas tangentes paralelas, apresentando um valor mínimo (dF_{\min}) e um valor máximo (dF_{\max}) para cada partícula, conforme a

Figura 4.11. Esses valores foram obtidos diretamente pelo *ImageJ*, sendo diâmetro médio (d_m) calculado pela Equação 4.12.

Figura 4.11 . Demonstração do diâmetro mínimo e máximo de Feret para uma partícula irregular.



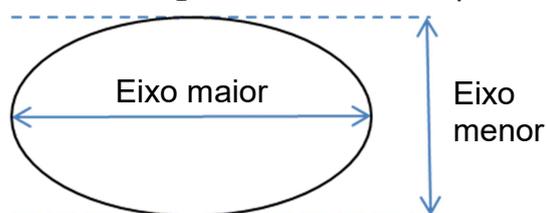
Fonte: <https://www.sympatec.com/en/particle-measurement/glossary/particle-shape/>

$$d_m = \frac{dF_{\min} + dF_{\max}}{2} \quad (4.12)$$

4.2.1.12 Alongamento

O índice de alongamento (A_L) diz respeito à proporção da elipse ajustada à partícula (Figura 4.12), calculado a partir da Equação 4.13.

Figura 4.12. Alongamento de uma elipse.



Fonte: Acervo pessoal.

$$A_L = \frac{\text{Eixo maior}}{\text{Eixo menor}} \quad (4.13)$$

4.2.2 Homogeneização do escoamento de ar

Diversas opções de recheio para o leito fixo localizado abaixo da gaveta de chapa perfurada foram testadas de forma a viabilizar a homogeneização do escoamento de ar na entrada do secador. Primeiramente, o teste foi feito pelo tato, analisando se as regiões laterais também estavam recebendo parte da vazão de ar. Para tornar o processo menos subjetivo, a opção que apresentou melhores resultados na primeira etapa foi analisada com auxílio de fumaça colorida, que foi

liberada na entrada de ar do soprador, sendo seu escoamento dentro do secador acompanhado por uma filmagem.

Por fim, foi utilizado um anemômetro de fio quente em 9 regiões da gaveta (Figura 4.13), a fim de confirmar se, de fato, a distribuição de ar estava uniforme. Isso foi feito comparando-se as velocidades do ar em cada seção, que foram medidas em triplicata.

Figura 4.13. Vista superior das regiões da gaveta perfurada analisadas quanto à distribuição de ar.

7	8	9
4	5	6
1	2	3

FRENTE DO SECADOR

Fonte: Acervo pessoal.

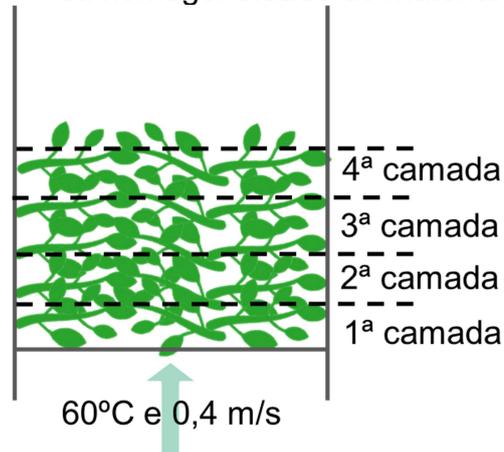
4.2.3 Secagem em camada espessa

Considerando-se uma carga fixa de material, a operação de secagem em múltiplas bandejas só seria justificável se houvesse a formação de gradientes significativos de umidade na secagem em um único leito de camada espessa, inviabilizando a secagem uniforme de material. Dessa forma, para avaliar o comportamento dos ramos de barbatimão frente a esse tipo de secagem, foram efetuados testes de secagem em camada espessa utilizando 400 g de material acomodados em uma coluna construída de material aramado com mesma área de secagem de uma bandeja do secador proposto, que foi inserida na estrutura do mesmo. O ar de secagem apresentava temperatura de 60°C e velocidade de 0,4 m/s.

Para avaliação da homogeneidade do material seco, o leito espesso foi dividido em quatro camadas (Figura 4.14), cada uma com aproximadamente 100 g

de material *in natura*. A umidade (Equação 2.3) de cada uma dessas camadas foi obtida ao final de secagens de 10, 20 e 30 minutos.

Figura 4.14. Demonstração da divisão em camadas do leito espesso para avaliação da homogeneidade do material seco.

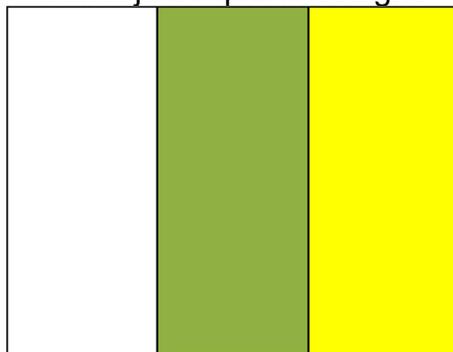


Fonte: Acervo pessoal.

4.2.4 Ensaios de mistura

O ensaio de mistura foi realizado no próprio secador de bandejas a fim de analisar como o despejo de material influenciava na mistura. O leito de 100 g de ramos de barbatimão foi dividido em três partes, sendo dois deles pintados com tintas *spray* de cores distintas. Os ramos referentes a cada cor foram posicionados acima de cada seção da bandeja (Figura 4.15), respectivamente. A uniformidade da distribuição do material em cada estágio após as descargas foi avaliada por meio de fotos.

Figura 4.15. Demonstração da separação de ramos de barbatimão por cores na bandeja do quarto estágio.



Fonte: Acervo pessoal.

4.2.5 Cinética de secagem e ajuste a equações empíricas e semi-empíricas

Os ensaios de cinética de secagem foram conduzidos em estufa, em leito fixo com escoamento do ar perpendicular à amostra e no secador de bandejas desenvolvido. Cada amostra seca na estufa e no leito fixo continha cerca de 10 g de ramos de barbatimão e, em contrapartida, no secador desenvolvido, devido suas proporções, a amostra era formada por cerca de 100 g de ramos. As curvas de cinética de secagem foram traçadas utilizando a umidade adimensionalizada (MR) e a razão de massa de ramos no tempo t e da massa inicial de ramos (M_t/M_0) em função do tempo (t). O cálculo de MR está indicado na Equação 2.4.

Foi medida a massa dos ramos antes de começar a secagem e, posteriormente, a medição ocorreu em um intervalo fixo até que a diferença entre duas medidas consecutivas fosse menor que a incerteza associada à balança ou que duas medidas consecutivas de M_t/M_0 tivessem diferença menor que 0,001.

As temperaturas do ar de secagem utilizadas foram de 40, 50, 60 e 70°C, conforme utilizadas pela literatura para outras espécies. As velocidades do ar analisadas foram de 0,4 e 0,5 m/s para operações com convecção forçada.

Por fim, as cinéticas de secagem foram ajustadas às equações empíricas e semi-empíricas indicadas na Tabela 4.1, em que a , b , c , n são constantes empíricas dos modelos e k , k_0 e k_1 são os coeficientes empíricos dos modelos (LIMA, 2013).

Tabela 4.1. Correlações de secagem em camada fina.

Modelo	Equação	
Lewis (LEWIS, 1921)	$MR = \exp(-k.t)$	(4.14)
Page (PAGE, 1949)	$MR = \exp(-k.t^n)$	(4.15)
Henderson e Pabis (HENDERSON; PABIS, 1961)	$MR = a.\exp(-k.t)$	(4.16)
Logarítmico (CHANDRA; SINGH, 1995)	$MR = a.\exp(-k.t) + c$	(4.17)
Dois termos (HENDERSON, 1974)	$MR = a.\exp(-k_0.t) + b.\exp(-k_1.t)$	(4.18)
Midilli e Kucuk (LAHSASNI <i>et al.</i> , 2004)	$MR = a.\exp(-k.t^n) + b.t$	(4.19)

Fonte: Lima, 2013.

O coeficiente de determinação (R^2), a soma dos quadrados dos resíduos (SQR) e erro relativo médio (ERM), calculados por meio das Equações 4.20, 4.21 e 4.22 respectivamente, foram utilizados para comparar a adequação dos modelos investigados aos pontos experimentais.

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (y_{i,\text{mod}} - y_{\text{med,exp}})^2}{\sum_{i=1}^N (y_{i,\text{exp}} - y_{\text{med,exp}})^2} \quad (4.20)$$

$$\text{SQR} = \sum_{i=1}^N (y_{i,\text{exp}} - y_{i,\text{mod}})^2 \quad (4.21)$$

$$\text{ERM} = \frac{100}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{y_{i,\text{exp}} - y_{i,\text{mod}}}{y_{i,\text{exp}}} \right| \quad (4.22)$$

Valores de R^2 próximos de 1 e valores de SQR abaixo de 10%, associados com uma distribuição de resíduos aleatória, indicam bom ajuste do modelo aos dados experimentais (AKPINAR, 2006 *apud* LIMA, 2013).

4.2.6 Ensaio no secador de bandejas e eficiência energética de secagem

A placa de orifício e os termopares utilizados na linha do secador foram calibrados e as equações obtidas estão apresentadas no Apêndice A. Definiu-se que a massa de ramos de barbatimão utilizada em cada estágio seria de 100 g. Foram analisadas as secagens no primeiro estágio a 50 e 60°C e, a partir dos resultados obtidos, foram definidos a quantidade de estágios operando simultaneamente, a distância entre eles e a temperatura do ar de secagem na entrada. Com esses parâmetros, foi possível realizar a cinética de secagem em cada estágio, simulando a operação em série. Essas curvas foram ajustadas às equações empíricas e semi-empíricas indicadas na Tabela 4.1.

Tendo em vista a configuração escolhida e os ajustes das cinéticas de secagem aos modelos para cada estágio, foi possível estimar o tempo de residência do leito em cada estágio, bem como uma curva teórica da cinética de secagem para operação em série. Com o tempo de residência obtido, a secagem foi conduzida até se atingir a umidade requerida pela Farmacopeia, de 8 a 14% (b.u.). Posteriormente,

foram realizadas as análises de qualidade do produto obtido e o cálculo da eficiência energética cumulativa de secagem, a partir das Equações 2.12 e 2.13.

4.2.7 Homogeneidade do produto seco

Operando a secagem como bateladas em série com os parâmetros obtidos, a umidade final (Equação 2.3) do produto foi analisada por regiões da última bandeja de secagem, ou seja, primeiro estágio. A bandeja foi dividida em seis regiões, conforme a Figura 4.16, para realização dessa análise.

Figura 4.16. Vista superior das regiões da bandeja do primeiro estágio analisadas quanto à umidade final do produto.



Fonte: Acervo pessoal.

4.2.8 Análise de degradação de cores

Após a realização dos experimentos, a qualidade do produto foi analisada a partir da variação de cor das folhas secas em relação às folhas *in natura*, sendo os resultados expressos em função do sistema de cores *CIE L*a*b** obtidos por espectrofotômetro.

Os valores de L^* , a^* , b^* e a^*/b^* obtidos foram comparados, bem como a variação de cor (ΔE^*) foi determinada a partir da Equação 4.23.

$$\Delta E^* = \sqrt{(L_f^* - L_i^*)^2 + (a_f^* - a_i^*)^2 + (b_f^* - b_i^*)^2} \quad (4.23)$$

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

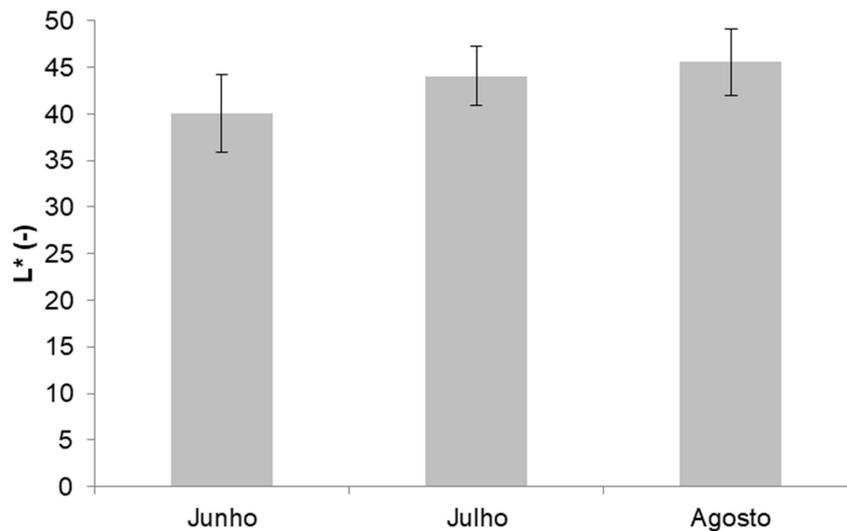
5.1 Caracterização do material

5.1.1 Cor das folhas *in natura*

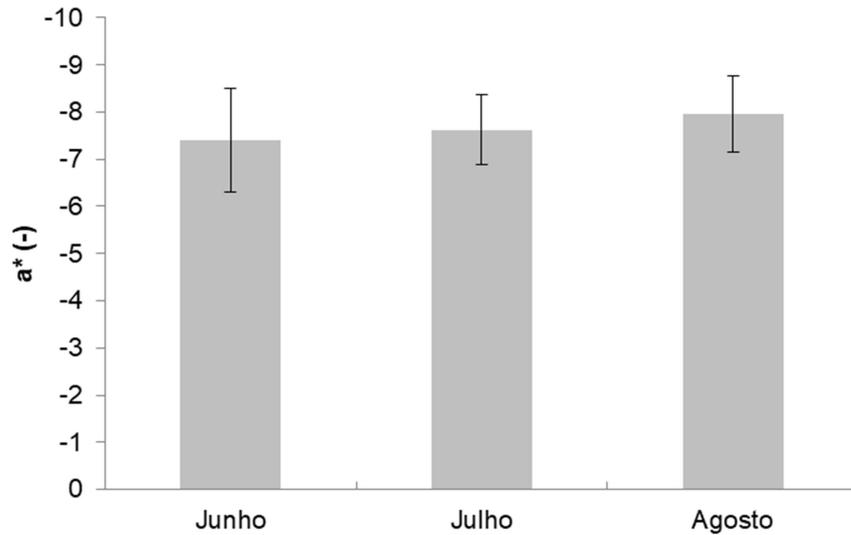
A fim de calcular a variação de cores das folhas após a secagem pelo sistema $CIE L^*a^*b^*$, foi preciso medir os parâmetros L^* , a^* e b^* para as folhas *in natura*. As medidas foram feitas com amostras obtidas em junho, julho e agosto de 2021.

Os parâmetros L^* , a^* e b^* para os diferentes meses estão indicados nas Figuras 5.1, 5.2 e 5.3, respectivamente, bem como seus valores médios estão apresentados na Tabela 5.1.

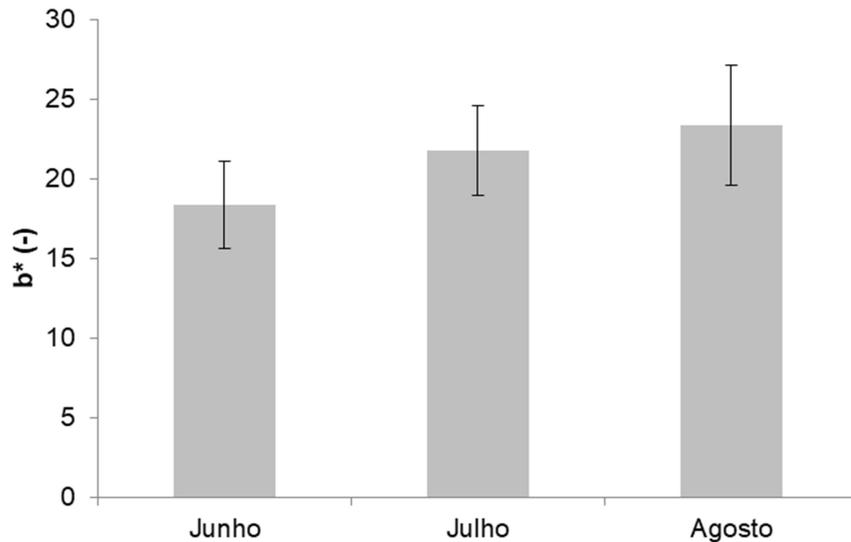
Figura 5.1. Parâmetro L^* da folha *in natura* de barbatimão para diferentes meses.



Fonte: Acervo pessoal.

Figura 5.2. Parâmetro a^* da folha *in natura* de barbatimão para diferentes meses.

Fonte: Acervo pessoal.

Figura 5.3. Parâmetro b^* da folha *in natura* de barbatimão para diferentes meses.

Fonte: Acervo pessoal.

Nenhum dos parâmetros apresentou diferença estatisticamente relevante nos meses analisados, portanto é possível utilizar um valor médio que os represente de forma apropriada. Os altos valores de L^* indicam que o material apresenta luminosidade, $a^* < 0$ indica coloração verde e $b^* > 0$, coloração amarela, conforme esperado para a folha.

Tabela 5.1. Parâmetros L*, a* e b* das folhas *in natura* de barbatimão em diferentes meses e média no trimestre.

	L* (-)	a* (-)	b* (-)
Junho	40,06 ± 4,18	-7,41 ± 1,10	18,38 ± 2,73
Julho	44,10 ± 3,20	-7,62 ± 0,74	21,79 ± 2,83
Agosto	45,57 ± 3,60	-7,96 ± 0,81	23,41 ± 3,78
Trimestre	43,24 ± 4,31	-7,66 ± 0,91	21,19 ± 3,75

Fonte: Acervo pessoal.

5.1.2 Umidade inicial

A umidade inicial foi obtida *a priori* pelo método de estufa a 105°C por 24h (AOAC, 1990). Contudo, ao retirar o material, era notório o escurecimento das folhas, apresentando tonalidade marrom, conforme a Figura 5.4. Os parâmetros medidos no sistema *CIE L*a*b** também demonstraram grande variação das cores em relação às folhas *in natura*, conforme a Tabela 5.2. Houve uma queda do valor de L*, indicando escurecimento da amostra, a*>0 indicando coloração vermelha em detrimento da verde e o valor de b* diminuiu, indicando diminuição no tom amarelo e aproximação com o azul. Isso poderia ser um indício de que houve um estresse térmico, favorecendo perda de outros compostos voláteis, além da água.

Figura 5.4. Amostras de ramos de barbatimão secos a 105°C por 24h.



Fonte: Acervo pessoal.

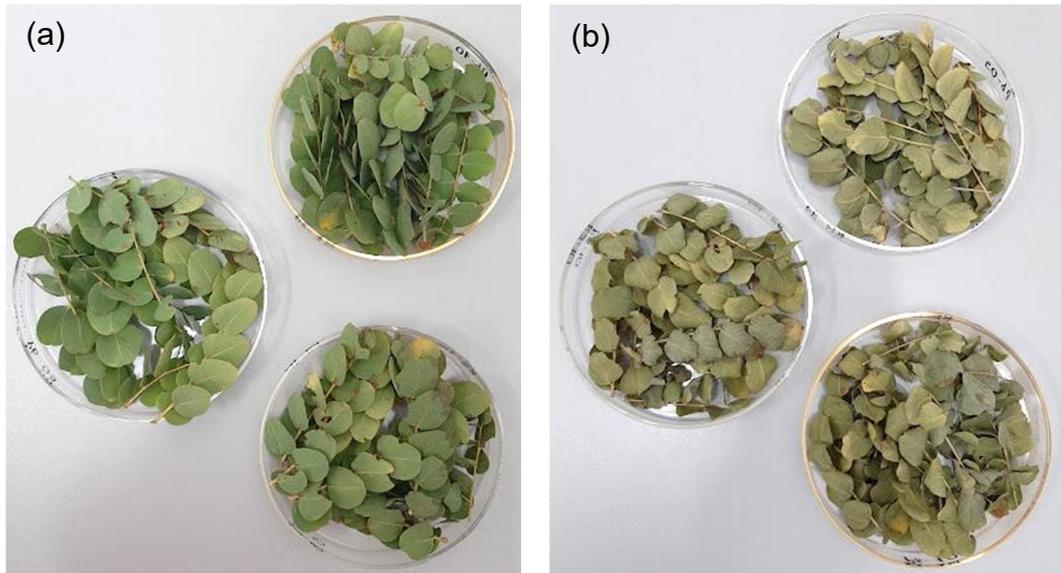
Tabela 5.2. Parâmetros *CIE L*a*b** das folhas de barbatimão após a secagem em estufa a 105°C por 24h.

Método	L* (-)	a* (-)	b* (-)
105°C/24h	23,35 ± 5,17	4,98 ± 1,14	10,80 ± 2,30

Fonte: Acervo pessoal.

Objetivando-se comparar os resultados com uma condição de secagem que preserve a estrutura celular da folha, bem como sua coloração verde, a secagem para determinação da umidade da folha *in natura* também foi realizada em uma estufa a vácuo. Para estabelecer o período de retenção no secador, três amostras de cerca de 10 g cada foram acompanhadas a cada 24h e o processo foi encerrado ao atingir, entre dois dias, uma diferença de massa equivalente a cerca de 0,1% de umidade em base úmida. Assim, determinou-se que o período de secagem seria de 7 dias a 60°C com vácuo de -660 mmHg. As folhas secas neste processo apresentaram coloração mais próxima da original, conforme as Figuras 5.5 (a) e (b).

Figura 5.5. Folhas de barbatimão: (a) *in natura* e (b) após secagem a 60°C por 7 dias em estufa a vácuo.



Fonte: Acervo pessoal.

Recomenda-se que as placas de Petri contendo as amostras sejam depositadas no fundo da estufa, pois, quando próximas à porta, durante a despressurização para abertura, é possível que parte das amostras seja arrastada para fora da placa devido ao baixo peso dos ramos.

As umidades iniciais obtidas com o método de estufa a 105°C por 24h e estufa a vácuo a 60°C por 7 dias estão indicadas na Tabela 5.3.

Tabela 5.3. Valores de umidade inicial dos ramos de barbatimão utilizando dois métodos distintos.

Método	X (% b.u.)
105°C/24h	49,7 ± 1,2
60°C/7d (Vácuo de -660 mmHg)	48,2 ± 0,7

Fonte: Acervo pessoal.

Apesar das grandes diferenças quanto aos parâmetros de variação de cores do *CIE L*a*b**, as umidades iniciais para os dois métodos não apresentaram distinções significativas. Devido à manutenção da coloração, foi considerado o valor de 48,2 ± 0,7% (b.u.) para fins de cálculo.

5.1.3 Densidade *bulk* aerada e compactada

A densidade *bulk* aerada (ρ_{ba}) e compactada (ρ_{bc}) dos ramos de barbatimão foram iguais a 0,033 ± 0,001 e 0,165 ± 0,003 g/cm³, respectivamente.

A densidade *bulk* aerada caracteriza o empacotamento de um material acomodado livremente, porém, devido à morfologia dos ramos de barbatimão, os ramos foram inseridos verticalmente por conta do maior comprimento, e assim permaneciam dentro da proveta. Observou-se, contudo, que esse arranjo não caracteriza o empacotamento do leite nas bandejas do secador, onde os ramos de acomodam horizontalmente. Como esperado, a densidade *bulk* compactada dos ramos de barbatimão foi consideravelmente superior à aerada.

Os ramos de hortelã *in natura* apresentaram densidade *bulk* aerada de 0,064 ± 0,004 g/cm³ (ROSANOVA, 2017), sendo superior à dos ramos de barbatimão (0,033 ± 0,001 g/cm³). Além das diferenças de tamanho, formato e morfologia entre os dois materiais, a umidade inicial dos ramos de hortelã é consideravelmente superior à do barbatimão, o que o torna mais flexível e permite melhor acomodação. No caso dos ramos de barbatimão, observou-se que o leite utilizado para cálculo da densidade *bulk* aerada continha muitos espaços vazios.

5.1.4 Fração mássica de hastes e folhas

As frações mássicas de hastes (w_H) e de folhas (w_F) foram iguais a $13,6 \pm 0,4$ e $86,4 \pm 0,4\%$, respectivamente. A fração mássica das folhas nos ramos é consideravelmente superior à das hastes, sendo, portanto, o leito formado majoritariamente de folhas.

5.1.5 Dimensões características

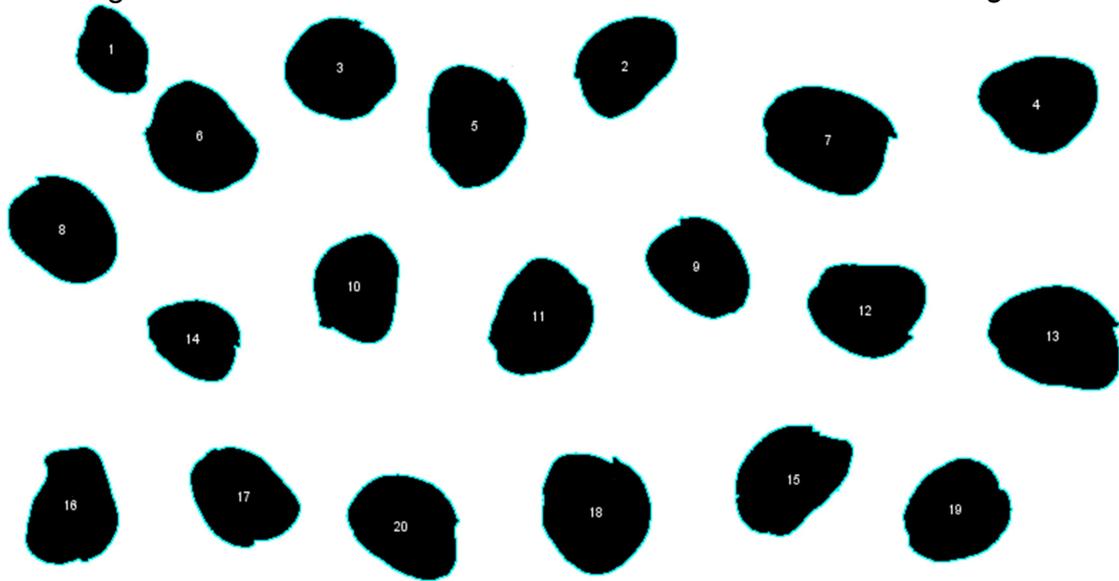
As dimensões características das folhas e hastes de barbatimão estão apresentadas na Tabela 5.4. Para as folhas, esses valores foram obtidos com o auxílio do programa *ImageJ*, por análise de imagem, conforme ilustrado pela Figura 5.6.

Tabela 5.4. Dimensões características das folhas e hastes de barbatimão.

	Folhas	Hastes
dF_{\max} (cm)	$2,51 \pm 0,42$	-
dF_{\min} (cm)	$1,94 \pm 0,31$	-
d_m (cm)	$2,23 \pm 0,36$	-
P (cm)	$7,67 \pm 1,27$	-
A_p (cm ²)	$3,87 \pm 1,24$	-
δ (mm)	$0,21 \pm 0,09$	$0,80 \pm 0,22$
A_s (cm ²)	$7,89 \pm 2,50$	$2,31 \pm 0,43$
L (cm)	-	$8,29 \pm 1,57$
V (cm ³)	$0,17 \pm 0,05$	$0,05 \pm 0,01$
ϕ (-)	$0,19 \pm 0,02$	-
ϑ (-)	$0,81 \pm 0,04$	-
A_L (-)	$1,26 \pm 0,09$	-

Fonte: Acervo pessoal.

Figura 5.6. Amostra de folhas de barbatimão analisadas no *ImageJ*.

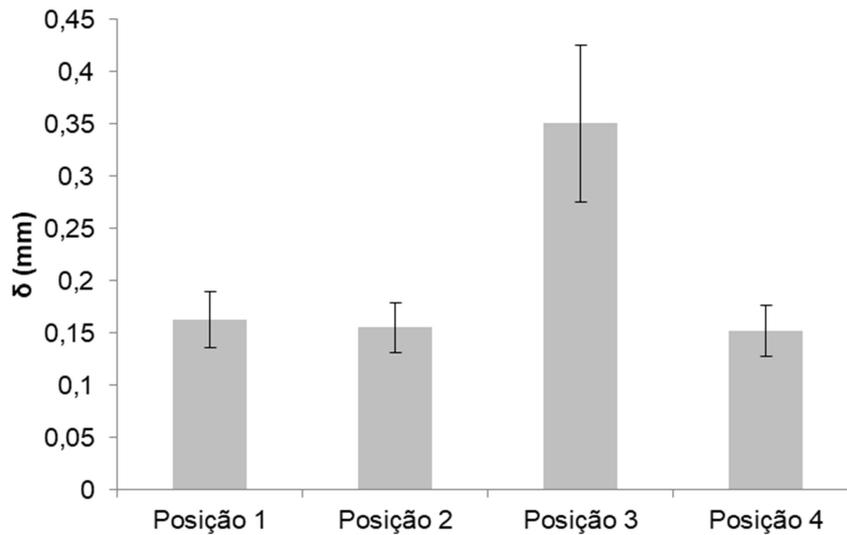


Fonte: Acervo pessoal.

As folhas de barbatimão apresentaram uma baixa esfericidade ($0,19 \pm 0,02$) e elevada área superficial ($7,89 \pm 2,50 \text{ cm}^2$) em comparação ao seu pequeno volume ($0,17 \pm 0,05 \text{ cm}^3$). A área superficial das hastes ($2,31 \pm 0,43 \text{ cm}^2$) foi inferior à área superficial de uma única folha. A esfericidade das folhas de barbatimão foi superior à das folhas de pitangueira (0,12), hortelã ($0,12 \pm 0,01$) e oliveira ($0,10 \pm 0,01$) (CANABARRO, 2019; ROSANOVA, 2017). A circularidade das folhas de barbatimão ($0,808 \pm 0,039$) se aproximou de 1, que representa um círculo perfeito. Por fim, a proporção aparente também foi próxima de 1 ($1,256 \pm 0,090$), sendo o eixo maior da folha cerca de 26% maior que o eixo menor.

A espessura das folhas variou quanto à posição de medida, diferentemente da haste que apresentou média equivalente estatisticamente. A espessura da folha na posição 3, vide Figura 4.9 (b), é aproximadamente o dobro das demais, pois é onde há o encontro do pecíolo e da nervura central. As espessuras por posição de medida na folha estão indicadas na Figura 5.7.

Figura 5.7. Espessura média das folhas conforme a posição da medida.



Fonte: Acervo pessoal.

5.2 Secagem em camada espessa

Uma camada espessa de 400 g de ramos de barbatimão *in natura* foi dividida em quatro camadas de 100 g cada para facilitar a análise, sendo essas enumeradas a partir da base da coluna. Dessa forma, a camada 1 estava diretamente em contato com o ar de secagem na entrada do secador, enquanto a camada 4 estava no topo e também em contato com o ambiente. A umidade de cada camada de 100 g de ramos ao final das secagens de 10, 20 e 30 minutos está apresentada na Tabela 5.5.

Tabela 5.5. Umidade de cada camada de 100 g de ramos de barbatimão ao final das secagens de 10, 20 e 30 minutos.

X (b.u.) (%)				
T (min)	Camada 1	Camada 2	Camada 3	Camada 4
10	41,9 ± 0,7	48,7 ± 0,8	50,9 ± 0,8	51,7 ± 0,1
20	33,1 ± 1,3	42,2 ± 1,2	43,9 ± 1,5	48,8 ± 1,2
30	25,1 ± 0,0	37,0 ± 1,5	43,1 ± 1,3	43,9 ± 0,1

Fonte: Acervo pessoal.

Houve uma grande diferença entre as umidades de camadas distintas, evidenciando a formação de gradientes de umidade significativos ao longo da altura do leito. A menor umidade encontrada foi referente à camada 1, que tem contato direto com ar de secagem na entrada do secador, onde apresenta maior temperatura

e menor umidade. À medida que o ar escoava através do leito e recebe umidade das folhas, sua temperatura diminuiu, assim como a força motriz para a transferência de calor e massa. Nos primeiros 10 minutos de secagem, já foi observada diferença significativa entre os valores de umidade de todas as camadas, especialmente entre a primeira e a quarta. Depois de 30 minutos de secagem, a camada 1 teve sua umidade reduzida para cerca de 25% (b.u.), enquanto as camadas 3 e 4 permaneceram com umidade acima de 40% (b.u.). A configuração de secagem em camada espessa por si só favorece o desenvolvimento de gradientes de umidade. No caso do leito formado por folhas, esse efeito tende a se agravar, pelo fato do leito ser muito heterogêneo, devido às características morfológicas das folhas. As diferenças de umidade atingiram valores de até 18,8% (b.u.), caracterizando, portanto, uma secagem extremamente heterogênea que não atende os padrões de qualidade estabelecidos.

A utilização de camada espessa para secagem de ramos de barbatimão não é aconselhada devido à heterogeneidade do produto obtido, sendo justificado testar configurações que promovam a secagem de forma homogênea.

5.3 Secador de bandejas desenvolvido

O secador de bandejas desenvolvido pode ser operado em regime de bateladas em série, de forma a tentar aproximar ao máximo o processo de uma operação contínua. Há sete fendas posicionadas verticalmente, permitindo a variação da quantidade de bandejas em operação simultânea, bem como a alteração da distância entre os estágios. Isso é interessante do ponto de vista de flexibilidade operacional, permitindo aplicações futuras do secador para diversos materiais. *A priori*, o interesse principal é utilizá-lo para secagem de folhas, mas nada impede que seja utilizado para outras matérias-primas, sendo necessária avaliação prévia, considerando, por exemplo, o mecanismo de despejo de material, o tamanho deste em relação às perfurações das bandejas e eventual risco de fluidização.

Na Figura 5.8, o secador está configurado para operação com quatro estágios simultaneamente, utilizando a distância mínima entre as bandejas (11,88 cm). Para uma quantidade fixa de material, quanto menor essa distância, maior o aproveitamento de energia, uma vez que a superfície lateral do secador será menor, e, conseqüentemente, haverá menor perda de energia por convecção para o

exterior. Sendo assim, o ar de secagem que sai de um determinado estágio atinge o estágio acima com temperatura maior. Vale ressaltar que a distância entre as bandejas limita a espessura da camada de folhas e a carga do material, devido ao mecanismo de despejo das bandejas de estágios acima.

Figura 5.8. Linha do secador de bandejas com 4 estágios operando simultaneamente.



Fonte: Acervo pessoal.

Cada estágio em operação contém uma bandeja, que, por sua vez, é dividida em três seções, conforme a Figura 5.9. A divisão foi uma estratégia para melhorar a distribuição do material quando ele é descarregado para o estágio abaixo, evitando acúmulo em uma determinada região. Se a bandeja fosse dividida em duas seções, a tendência seria que o material formasse um monte no centro ou nas laterais da bandeja inferior.

O encaixe da bandeja no secador é feito com o auxílio do cabo de sustentação localizado na parte posterior de cada seção (Figura 5.9 (b)). Toda a seção da bandeja é inserida por uma das fendas verticais do secador e encaixada em pequenos furos localizados na parede posterior do mesmo, conforme a Figura 5.10 (a). Os três furos ao fundo do secador permitem o encaixe das bandejas e consequente variação de posição dos estágios. Abaixo do furo central de cada

estágio em operação foi posicionado um termopar para medição da temperatura de entrada do ar de secagem.

Figura 5.9. Seção da bandeja: (a) vista frontal e (b) posterior.



Fonte: Acervo pessoal.

O despejo de material para o estágio abaixo é feito girando-se cada seção no sentido desejado. Não é necessário que a rotação seja de 90° , pois em ângulos menores o material, de baixa massa específica, já é totalmente despejado. Foram instalados dois parafusos ao lado do termopar de cada estágio, conforme a Figura 5.10 (b), de modo a impedir que a seção central da bandeja entre em contato com o termopar durante esse processo, o que poderia conduzir a leituras incorretas de temperatura do ar. Tanto os termopares quanto os parafusos de proteção podem ser removidos durante experimentos de cinética de secagem e os furos de inserção são vedados durante a operação.

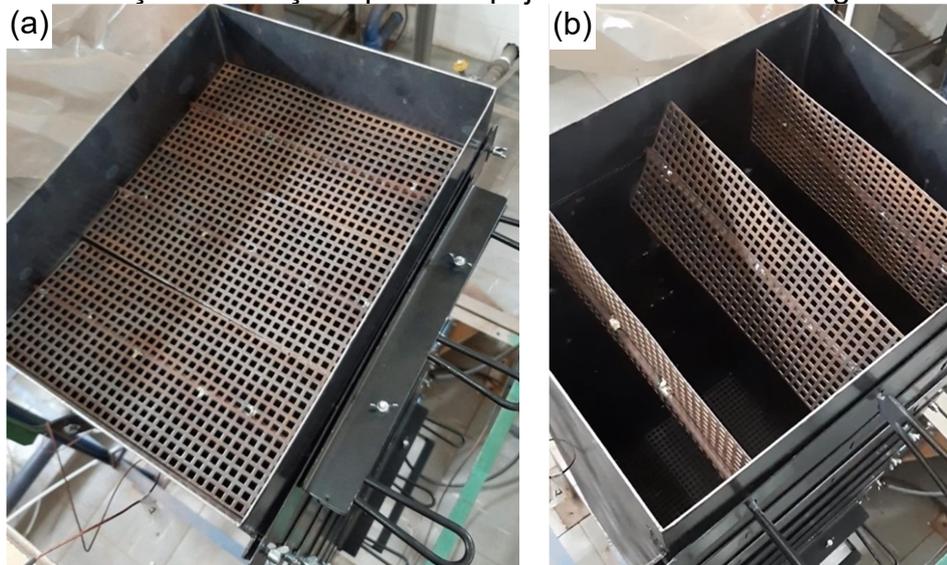
Figura 5.10. Parede posterior do secador: (a) furos de inserção do cabo de sustentação das seções da bandeja e (b) parafusos que evitam o contato da seção central com o termopar durante o despejo.



Fonte: Acervo pessoal.

A Figura 5.11 (a) ilustra as seções posicionadas para formar a bandeja de cada estágio, permitindo depósito do material para secagem. Já a rotação das mesmas, provocando o despejo de material para estágios inferiores, é mostrada na Figura 5.11 (b), na qual, para fins de visualização, foi feita em ângulo maior que o necessário para o processo.

Figura 5.11. Seções da bandeja: (a) formando um estágio para secagem e (b) movimentação das seções para despejo de material no estágio abaixo.



Fonte: Acervo pessoal.

As seções da bandeja, se encaixadas nas fendas de forma livre, tendem a se equilibrar em ângulo de 90°. Então, para viabilizar o depósito de material para a secagem, elas são presas em posição horizontal por um fixador de bandejas (Figura

5.12 (c)). Para evitar que parte da vazão de ar seja perdida ao ambiente pelas fendas de inserção das seções da bandeja, foram construídas vedações para cada fenda, conforme a Figura 5.12 (b). Se a fenda estiver em uso, utiliza-se a vedação com os espaços para encaixe dos cabos de sustentação das seções, caso contrário, utiliza-se a vedação contínua. Dessa forma, o escoamento se mantém uniforme por todo o secador.

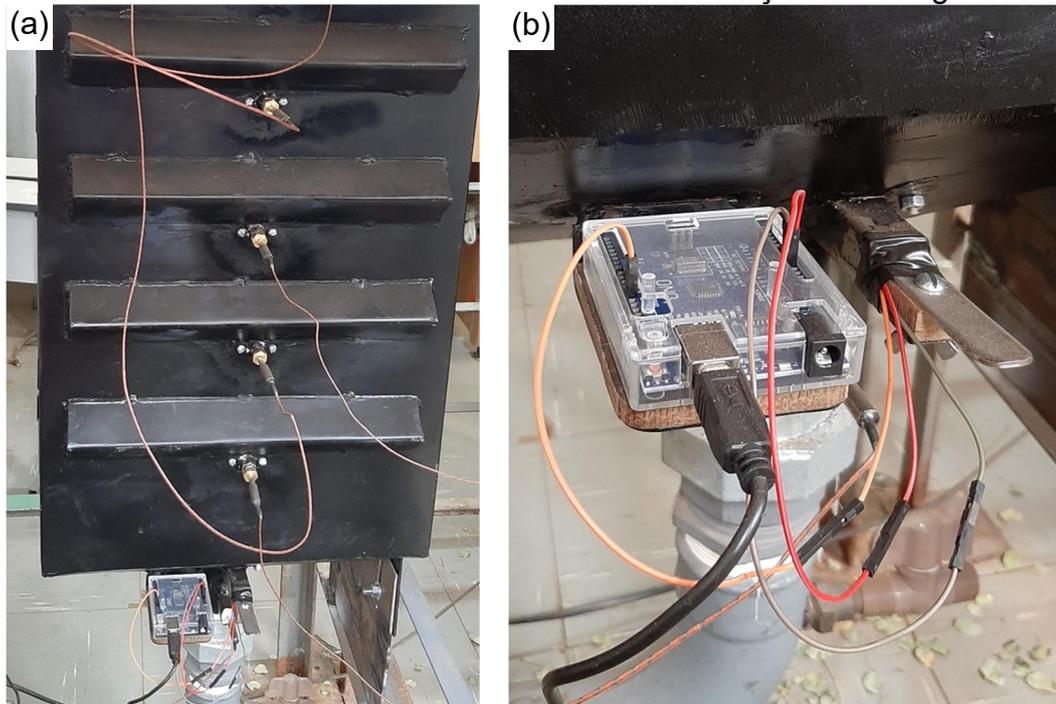
Figura 5.12. (a) Seções da bandeja fixadas e abertura vedada: (b) vedações para estágios com ou sem bandejas e (c) fixador de bandeja.



Fonte: Acervo pessoal.

Na parte posterior do secador, foram inseridos termopares para medida da temperatura do ar de secagem na entrada de cada estágio, bem como seus parafusos de proteção, conforme a Figura 5.13 (a). Na base do secador foi posicionada uma placa de *Arduino Uno* conectada a um sensor DHT22 (Figura 5.13 (b)), para medida de umidade e temperatura do ar de secagem. O sensor é inserido perpendicularmente ao escoamento de ar, posicionado ao centro de sua seção transversal, e pode ser removido do secador em casos de mau contato dos *jumpers* ou possível falha.

Figura 5.13. Vista posterior do secador: (a) inclusão de termopares e (b) placa *Arduino Uno* com o sensor DHT22 inserido na seção de secagem.



Fonte: Acervo pessoal.

5.3.1 Homogeneização do escoamento de ar

Os testes preliminares indicaram que o aumento gradual de área na seção de entrada localizada logo abaixo da gaveta perfurada não proporcionou uma distribuição uniforme do escoamento de ar. Devido à alta vazão de ar utilizada, o escoamento foi canalizado para a região central, seguindo o percurso da tubulação de 2 polegadas conectada à base do secador. Dessa forma, foi necessário avaliar alternativas que melhorassem a distribuição de ar, a fim de promover uma secagem uniforme por toda bandeja.

Foram testados diferentes leitos fixos na seção de alimentação localizada entre a gaveta de coleta de material e a entrada de ar na base do secador. Para que o recheio não entrasse na tubulação, uma tela metálica foi fixada alguns centímetros acima da entrada de ar no secador. *A priori*, testou-se o preenchimento de toda a região com anéis de Raschig de ½ pol, totalizando mais de 2 kg, o que, apesar de melhorar a distribuição, não resolveu totalmente o problema. Então, avaliou-se um recheio composto por uma camada de de bolas de gude de diâmetro de 1,7 cm, contendo cerca de 728 g, e o restante por anéis de Raschig de ½ pol. O resultado foi semelhante ao testado anteriormente. Com isso, notou-se que, apesar de o recheio favorecer a homogeneização do ar, ele não era capaz de suprimir o efeito da alta

vazão. Para melhorar a distribuição do ar na entrada, optou-se por instalar uma placa defletora. Dessa forma, foi posicionada uma chapa metálica quadrada de 4 pol de aresta e, acima desta, foi inserida a camada de bolas de gude e anéis de Raschig anteriormente descrita, conforme a Figura 5.14. Sensorialmente, essa configuração apresentou melhores resultados, o que foi confirmado visualmente com o auxílio de um traçador de escoamento e, quantitativamente, com auxílio do anemômetro de fio quente.

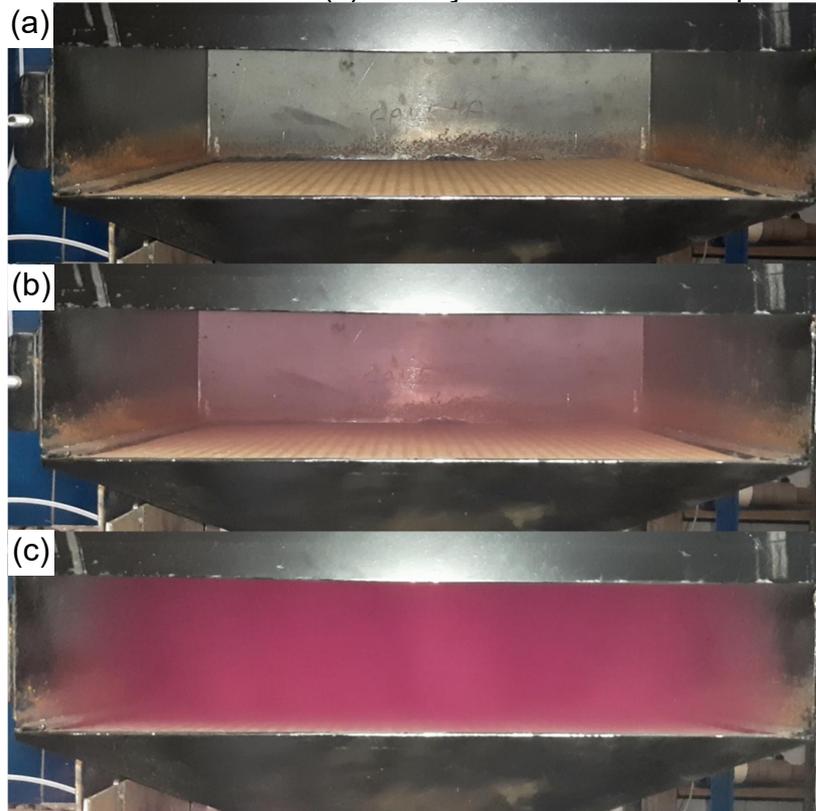
Figura 5.14. Visão superior do leito fixo com uma placa metálica de 4 pol de aresta, uma camada de bolas de gude e uma de anéis de Raschig de ½ pol.



Fonte: Acervo pessoal.

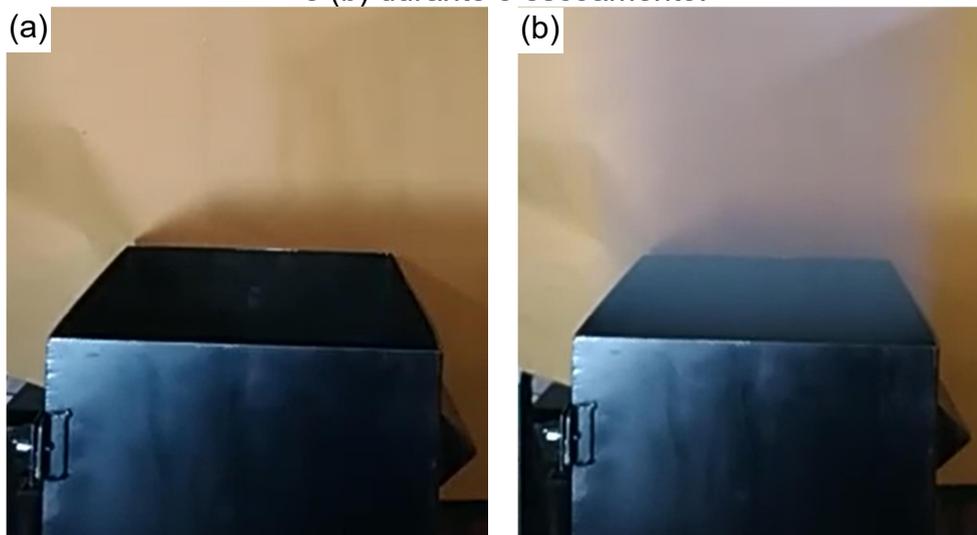
Com o auxílio de um sinalizador de fumaça colorida, foi possível observar as linhas de corrente de escoamento de ar e verificar se ele era homogeneamente distribuído por toda bandeja. Esse acompanhamento foi feito na parte frontal do secador (Figura 5.15), removendo-se a gaveta perfurada, e na lateral superior (Figura 5.16). O ponto crítico seria a região da gaveta, pois a tendência é que, com a ascensão do ar e choque com os estágios acima, a distribuição homogênea do escoamento fosse favorecida. As imagens capturadas indicaram uma ótima distribuição do ar nas bandejas, tanto em relação à largura quanto à profundidade do secador.

Figura 5.15. Experimento com traçador de fumaça colorida, visão frontal: (a) em $t=0$, (b) ao início do escoamento e (c) condição de escoamento pleno atingido.



Fonte: Acervo pessoal.

Figura 5.16. Experimento com traçador de fumaça colorida, visão lateral: (a) em $t=0$ e (b) durante o escoamento.



Fonte: Acervo pessoal.

Por fim, foi realizada a medição da velocidade do ar em diferentes posições da gaveta. Os valores obtidos estão indicados na Tabela 5.6.

Tabela 5.6. Velocidade do ar medida em diferentes posições da gaveta perfurada.

Posição	1	2	3
v (m/s)	0,49 ± 0,10	0,66 ± 0,039	0,50 ± 0,15
Posição	4	5	6
v (m/s)	0,52 ± 0,16	0,57 ± 0,05	0,47 ± 0,17
Posição	7	8	9
v (m/s)	0,43 ± 0,14	0,55 ± 0,17	0,52 ± 0,09

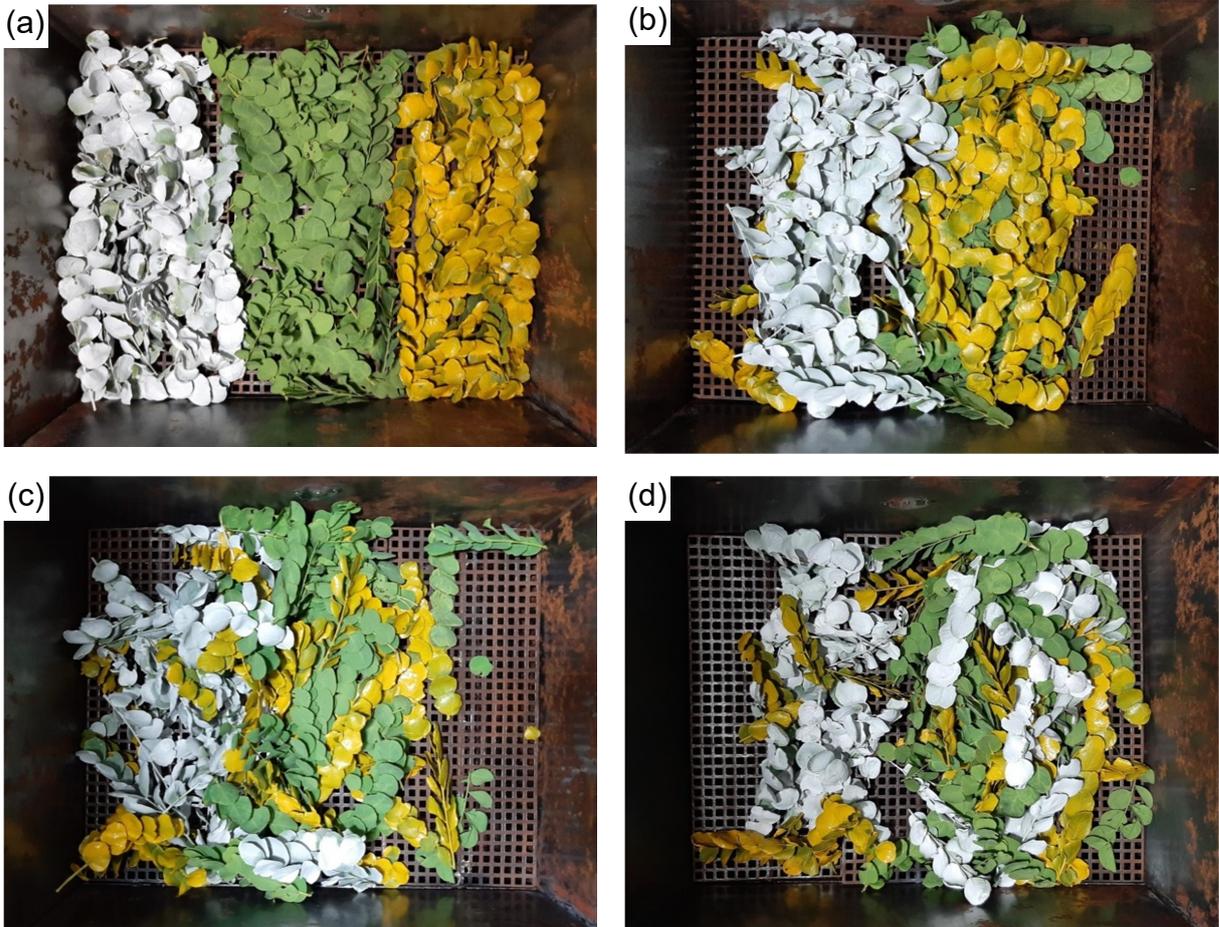
Fonte: Acervo pessoal.

Os valores obtidos indicam que, de fato, a distribuição de ar por toda bandeja foi homogênea, apresentando valores de velocidade próximos a 0,5 m/s, considerando os desvios padrões.

5.3.2 Ensaios de mistura

Para avaliar se o mecanismo de descarga do material das bandejas superiores às inferiores é efetivo para promover uma boa mistura, os ramos foram pintados para que fosse avaliada sua distribuição a partir da quantidade de ramos de cada cor espalhados pela bandeja. O resultado de um ensaio típico é mostrado na Figura 5.17, na qual é possível notar que a mistura foi parcial e, apesar da divisão da bandeja em três seções, o material ficou concentrado na região central das bandejas, formando espaços vazios que favorecem a canalização do escoamento, especialmente nas regiões próximas às paredes do secador.

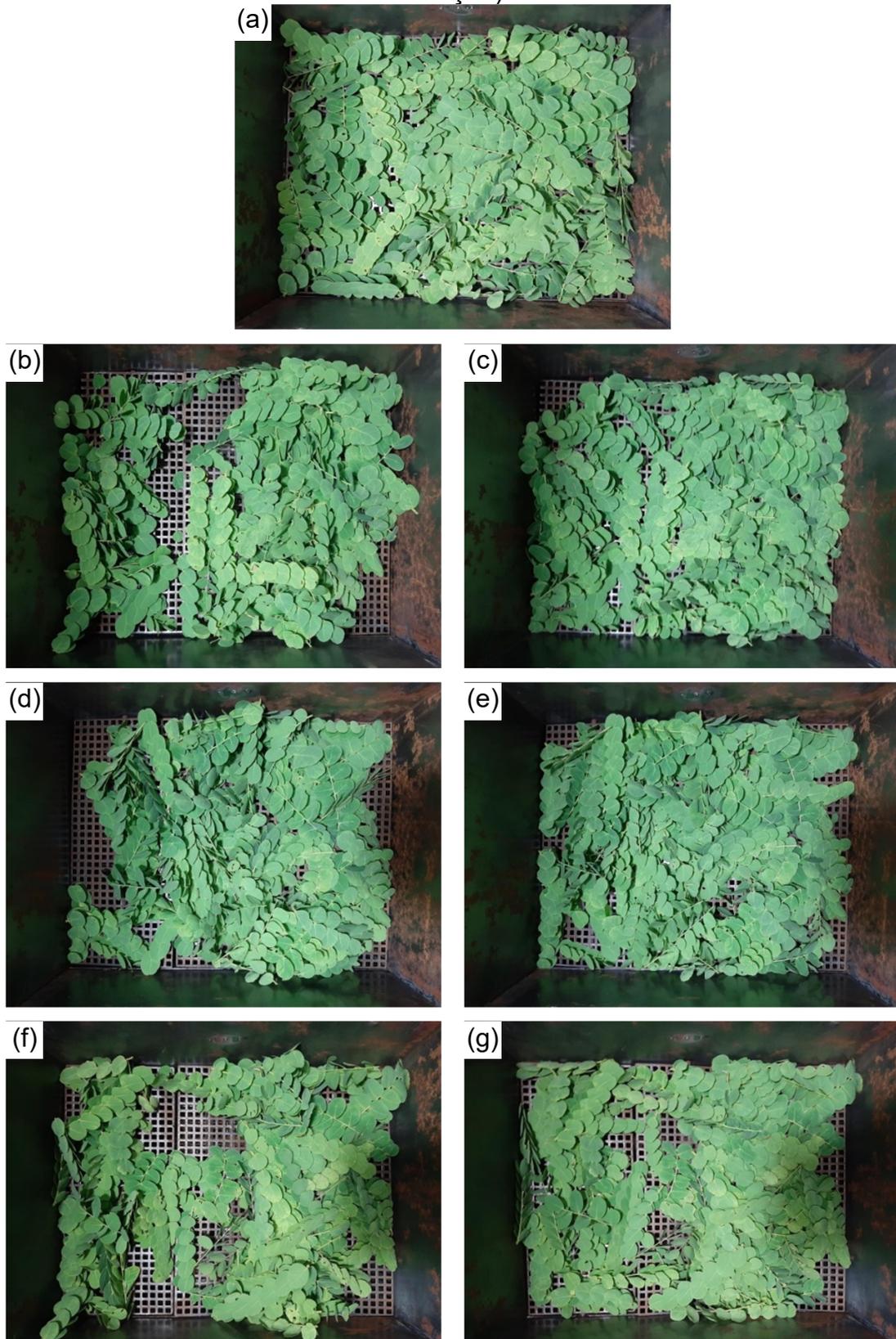
Figura 5.17. Distribuição de material descarregado: do (a) quarto estágio para o (b) terceiro, do terceiro para o (c) segundo e deste para o (d) primeiro.



Fonte: Acervo pessoal.

Sendo assim, a fim de promover uma melhor distribuição dos ramos de barbatimão no secador, foram realizados, manualmente, movimentos vibratórios em todas as seções da bandeja após o despejo de material do estágio acima. Esse processo pode ser automatizado posteriormente. Essa prática trouxe resultados satisfatórios, pois a área vazia na bandeja diminuiu consideravelmente, conforme a Figura 5.18.

Figura 5.18. Distribuição dos ramos de barbatimão no despejo: do (a) quarto estágio para o terceiro ((b) sem vibração e (c) com vibração), do terceiro para o segundo ((d) sem vibração e (e) com vibração) e deste para o primeiro ((f) sem vibração e (g) com vibração).



Fonte: Acervo pessoal.

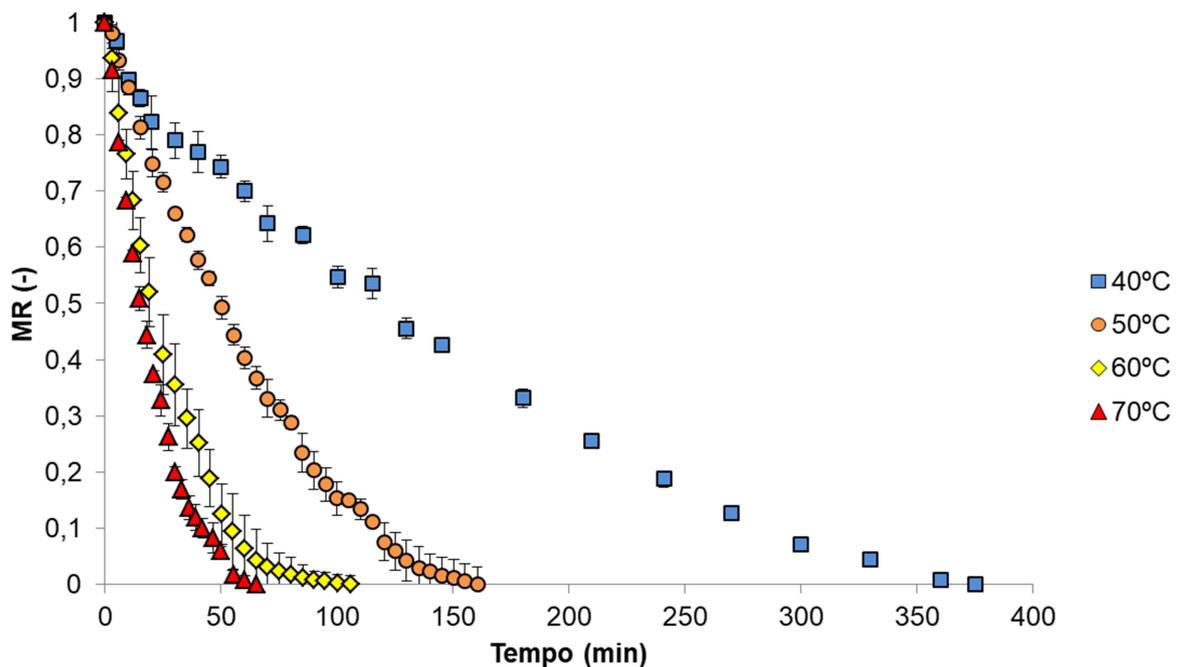
5.4 Cinéticas de secagem

As cinéticas de secagem para os ramos de barbatimão foram conduzidas em estufa, sem renovação de ar, em um secador de leito fixo e, por fim, no secador de bandejas desenvolvido.

5.4.1 Estufa

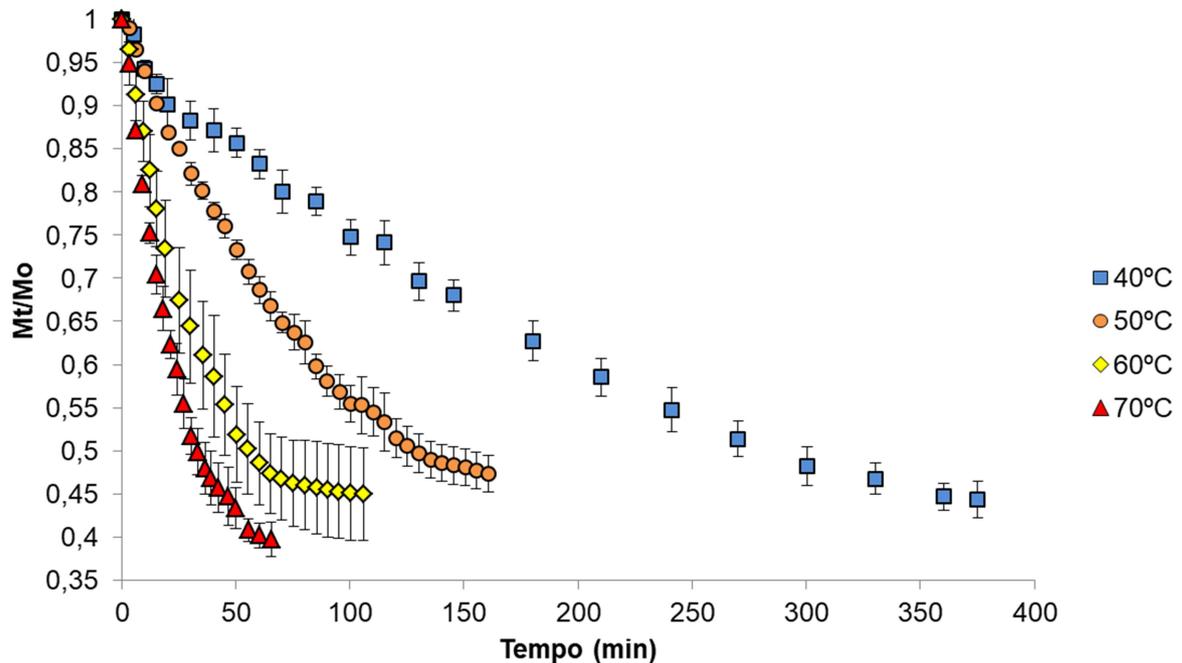
Na estufa, os ensaios foram realizados sem renovação de ar e com a velocidade da circulação forçada do ar nula e temperaturas do ar de secagem iguais a 40, 50, 60 e 70°C. As Figuras 5.19 e 5.20 indicam as cinéticas de secagem obtidas nesse equipamento, sendo apresentadas em relação à MR e M_t/M_o , respectivamente.

Figura 5.19. Cinética de secagem em estufa a 40, 50, 60 e 70°C sem recirculação de ar: MR em função do tempo.



Fonte: Acervo pessoal.

Figura 5.20. Cinética de secagem em estufa a 40, 50, 60 e 70°C sem recirculação de ar: Mt/Mo em função do tempo.



Fonte: Acervo pessoal.

O aumento de temperatura culminou em menores tempos de secagem, conforme o esperado. Na estufa, houve distinção da curva de cinética de secagem para diferentes temperaturas, no geral. Apenas para as temperaturas de 60 e 70°C não houve diferenciação estatisticamente relevante, tendo em vista a sobreposição das curvas e dos desvios padrões na Figura 5.19. Isto pode ser consequência de que, a altas temperaturas como 70°C, estruturas internas das folhas possivelmente já foram deterioradas, o que alteraria os mecanismos de migração de água e facilitaria a remoção de umidade. No estudo conduzido por Canabarro (2019), para a temperatura de 70°C, os tricomas estriados antes presentes nas folhas de pitangueira não foram mais visualizados, enquanto que para a folha de oliveira, a camada formada por tricomas peltados, responsáveis pelo aumento da resistência à perda de umidade, foi parcialmente rompida. Isso se deve ao estresse sofrido à alta temperatura.

A 40°C, o tempo de secagem foi maior que o dobro do tempo a 50°C e, apesar de haver indícios de que, a menores temperaturas, os bioativos das folhas tendem a serem mais preservados, um tempo de secagem prolongado tende a deteriorar esses mesmos compostos. Além disso, a temperatura de 40°C é difícil de ser estabilizada em um país tropical como o Brasil, sendo necessário um trocador de

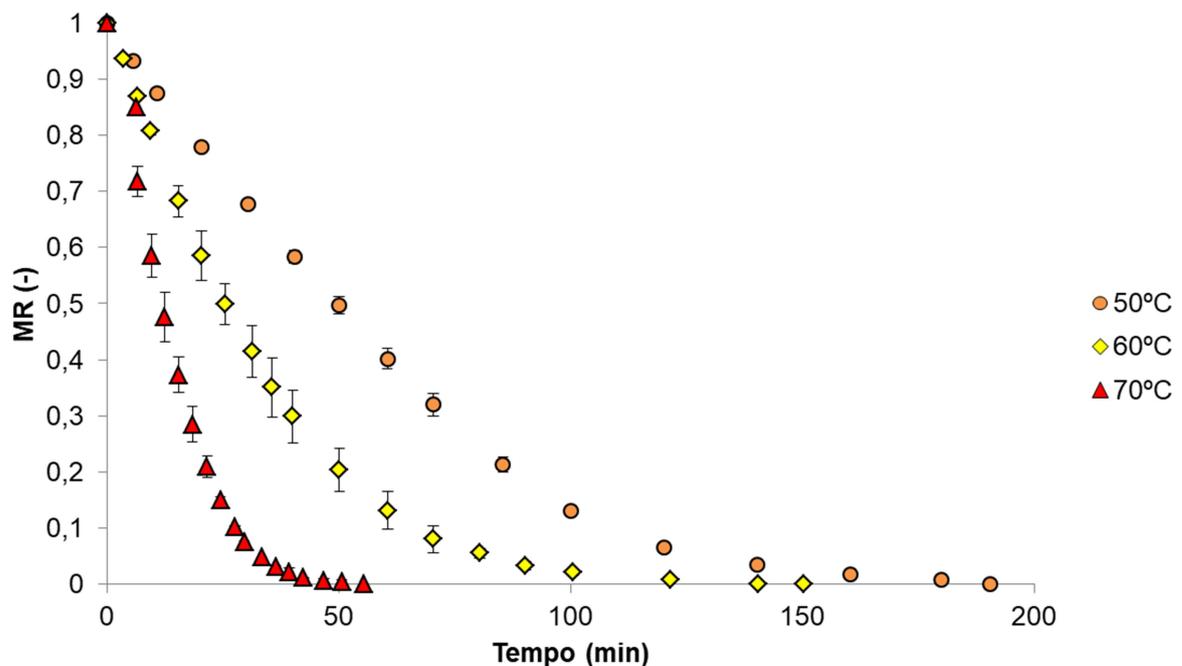
calor para resfriar a linha. Dessa forma, para os ensaios efetuados nos demais equipamentos, essa temperatura foi descartada.

5.4.2 Secador de leito fixo

Os ensaios foram conduzidos em secador de leito fixo com velocidade do ar de 0,5 m/s e temperaturas de 50, 60 e 70°C, com o objetivo de avaliar uma possível influência do escoamento nas taxas de secagem. A camada de 1 cm de espessura utilizada nos ensaios visa reduzir a formação de eventuais gradientes de temperatura e umidade. Observa-se, contudo, que as condições que caracterizam uma camada fina de secagem dificilmente são alcançadas com as folhas devido às características morfológicas e estruturais do material e ao encolhimento e deformação sofridos ao longo do processo. Por exemplo, na secagem em leito fixo uma camada de 1 cm de folhas de manjeriço, Lima (2013) observou gradientes de umidade significativos, conforme discussão apresentada no tópico 2.3.2.

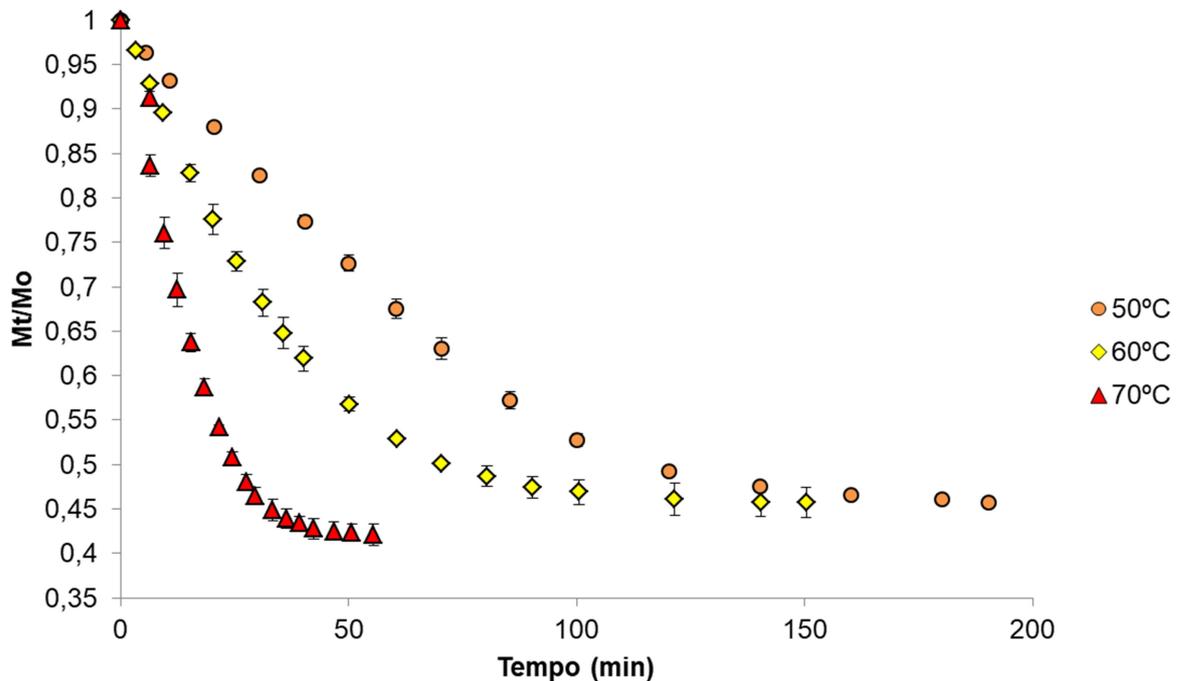
As Figuras 5.21 e 5.22 indicam as cinéticas de secagem obtidas nesse leito, sendo apresentadas em relação à MR e M_t/M_0 , respectivamente.

Figura 5.21. Cinética de secagem em leito fixo a 0,5 m/s e 50, 60 e 70°C: MR em função do tempo.



Fonte: Acervo pessoal.

Figura 5.22. Cinética de secagem em leito fixo a 0,5 m/s e 50, 60 e 70°C: M_t/M_o em função do tempo.



Fonte: Acervo pessoal.

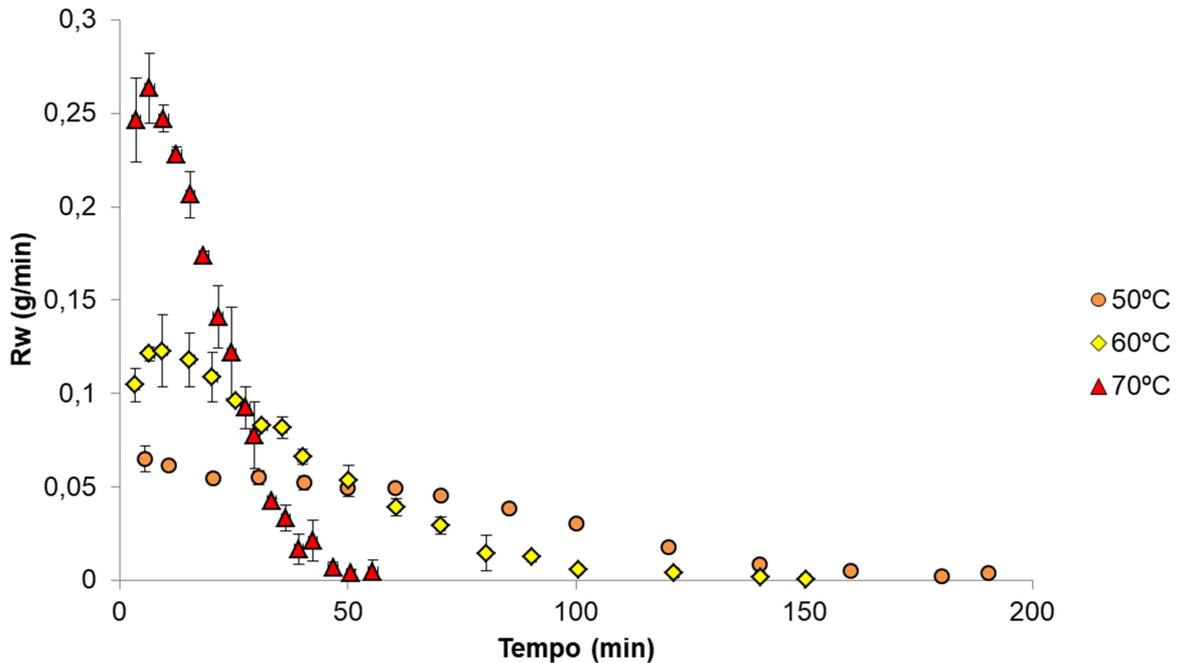
O aumento de temperatura também gerou menores tempos de secagem nesse equipamento. A diferenciação entre as curvas das temperaturas de 50, 60 e 70°C é nítida, sendo o tempo de secagem a 70°C consideravelmente menor que a 60 e 70°C, representando entre um terço e um quarto do tempo das demais.

O valor de M_t/M_o atingido em 70°C foi menor comparativamente, o que pode ser fruto do desprendimento de outros materiais voláteis, além da umidade, como por exemplo, bioativos de interesse. Essa temperatura, apesar de contribuir para um menor tempo de residência no secador, também expõe o material a condições mais lesivas para sua estrutura.

As curvas de taxa de secagem dos ramos de barbatimão em leito fixo apresentaram comportamentos diferentes entre si, conforme a Figura 5.23. A 50°C, a taxa de secagem foi praticamente constante durante os primeiros 50 minutos e decaiu posteriormente. As taxas foram decrescentes a 60°C e 70°C, porém nesta temperatura o valor foi consideravelmente maior. A taxa de secagem constante indica que as resistências à transferência de calor e massa estão localizadas dentro da camada limite externa de gás que circunda o leito, enquanto a taxa decrescente indica que os mecanismos internos de transferência de massa controlam o processo. Para baixas temperaturas de secagem, a umidade do interior do material migra para

a superfície a uma velocidade suficientemente alta para repor a umidade evaporada, mantendo a taxa de secagem constante em um intervalo de tempo relativamente longo.

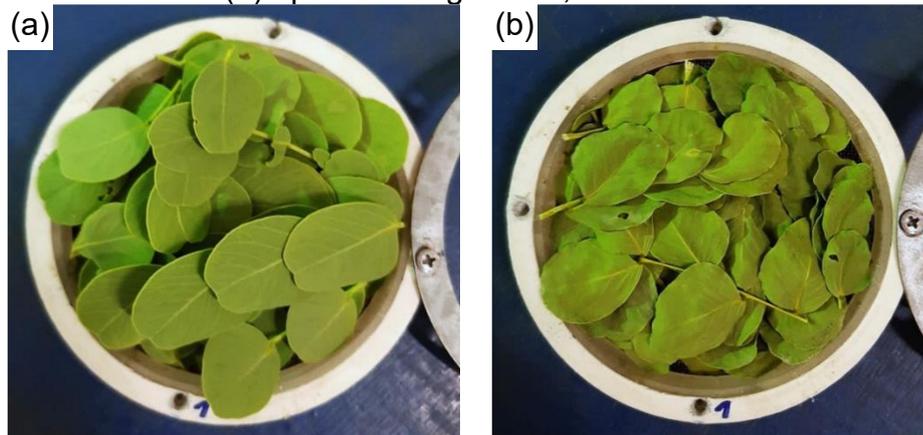
Figura 5.23. Taxa de secagem em leito fixo a 0,5 m/s e 50, 60 e 70°C.



Fonte: Acervo pessoal.

Na Figura 5.24 (b), é mostrada a célula de secagem em leito fixo após o processo a 70°C. Visualmente, não se observa formação significativa de canais preferenciais e as folhas não aparentaram encolhimento, apenas se apresentaram mais frágeis e quebradiças. Ainda assim, é evidente que se trata de um empacotamento não convencional, com folhas sobrepostas e espaços vazios e que não favorece um contato uniforme de cada folha com o ar de secagem. A variação de cores será discutida em seção posterior do trabalho.

Figura 5.24. Célula de secagem do leito fixo com ramos de barbatimão: (a) *in natura* e (b) após a secagem a 0,5 m/s e 70°C.

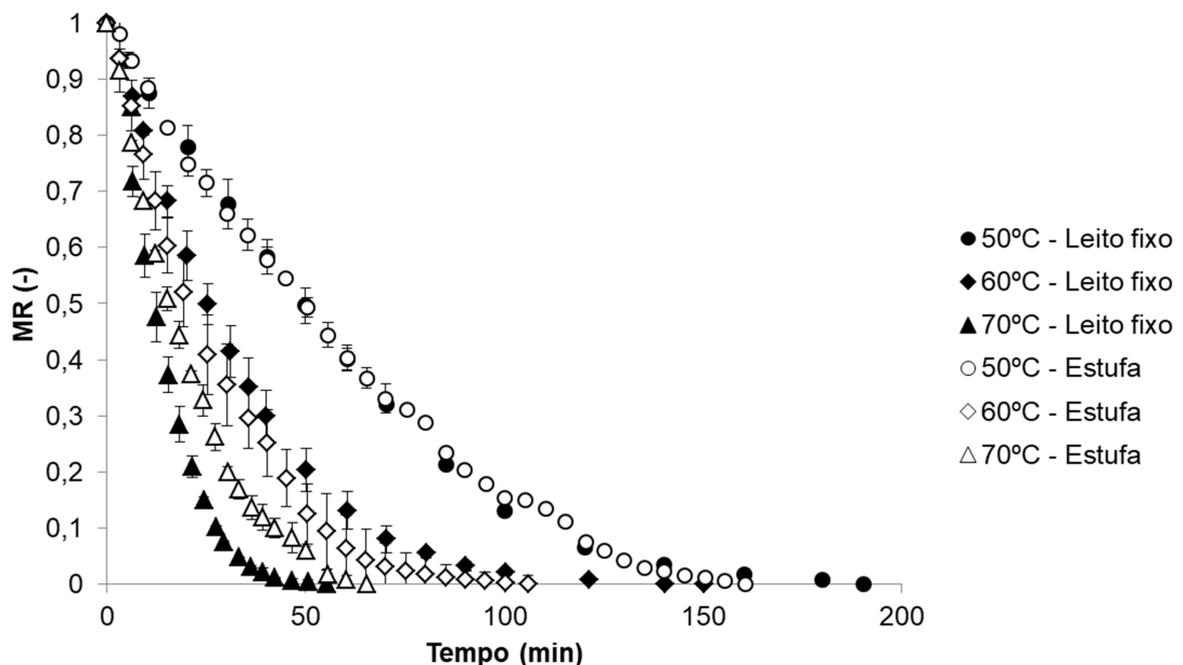


Fonte: Acervo pessoal.

5.4.3 Comparação entre estufa e secador de leito fixo

As secagens conduzidas em estufa, sem recirculação de ar e com convecção natural no interior, e em leito fixo foram comparadas na Figura 5.25.

Figura 5.25. Comparação da cinética de secagem em estufa sem recirculação de ar e em leito fixo a 0,5 m/s: MR em função do tempo.



Fonte: Acervo pessoal.

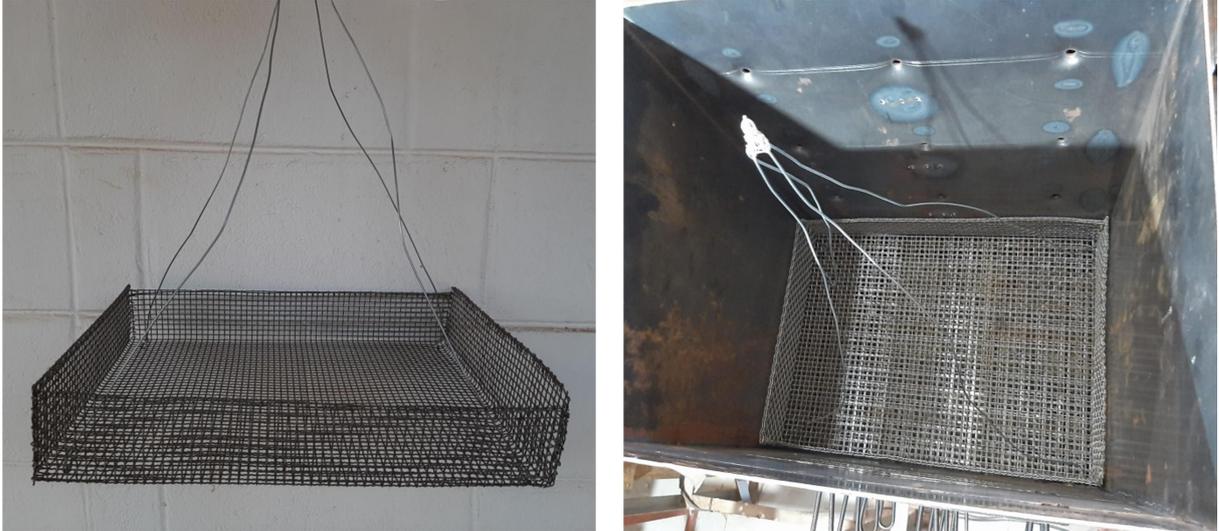
Analisando-se a Figura 5.25, é notório que para as temperaturas de 50 e 60°C, apesar das diferenças intrínsecas aos métodos, não houve diferença

significativa entre as curvas de cinética de secagem, diferentemente do que ocorreu para 70°C. Para esta temperatura, a secagem foi mais lenta na estufa, onde a troca de energia ocorre por convecção natural, uma vez que não há circulação forçada de ar dentro do equipamento, nem recirculação de ar. O ar aquecido entra em contato preferencialmente com as folhas localizadas na superfície exposta do leito. A troca de calor pode ocorrer em todas as direções, porém não é favorecida pela diminuição da camada limite. Já no leito fixo, com convecção forçada e escoamento de ar perpendicular à célula de secagem, o ar percola todo o leito de folhas, facilitando a transferência de umidade devido à maior área de contato entre as fases, e o aumento da velocidade do escoamento tende a diminuir a resistência à troca de calor. Estes fatores podem gerar diferenças nas cinéticas de secagem conduzidas à mesma temperatura. O fato de diferença entre as curvas de cinética de secagem ter sido significativa apenas para a temperatura de 70°C sugere que o estresse térmico pode ter danificado as estruturas foliares, diminuindo a resistência à remoção de umidade, e que, nesse caso, o processo foi facilitado pela alteração na configuração do escoamento. Portanto, é preferível secar a temperaturas abaixo de 70°C para preservar as estruturas internas da folha.

5.4.4 Secador de bandejas

O secador de bandejas foi desenvolvido para operar como bateladas em série, de forma a se aproximar ao máximo de uma operação contínua. Por conta disso, sua configuração não contribui para obtenção de cinéticas de secagem, nas quais o material precisa constantemente ser retirado e inserido na mesma posição. Assim, foi construída uma cesta de tela metálica (Figura 5.26) com dimensões pouco menores que a largura e profundidade originais do secador, de forma que fosse possível sua movimentação ao longo do comprimento do mesmo e a coleta de amostras nos diferentes estágios. Para que seja possível a utilização da cesta, é necessário remover todas as bandejas, termopares e parafusos de proteção acima do estágio analisado.

Figura 5.26. Cesta desenvolvida para realização dos experimentos de cinética de secagem no secador de bandejas.



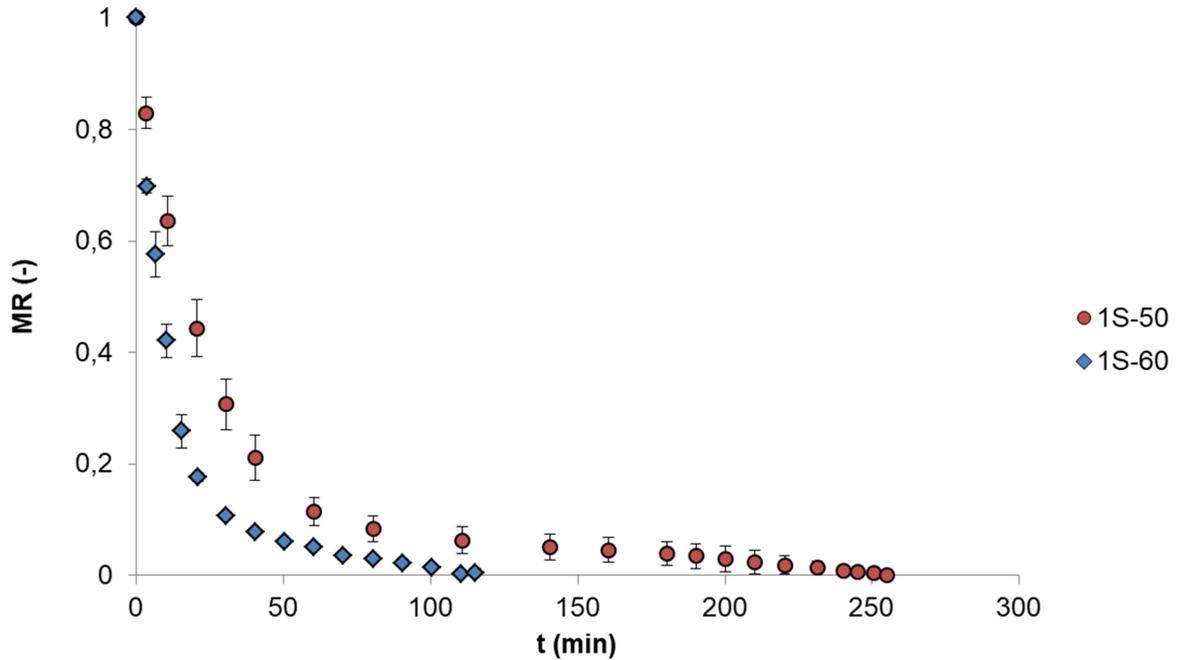
Fonte: Acervo pessoal.

Obteve-se inicialmente a curva de umidade em função do tempo para a operação no primeiro estágio, observando que esses dados caracterizam uma secagem em leito fixo de um único estágio. Considerando que a temperatura de 70°C tende a destruir e romper estruturas internas da folha, descaracterizando o caminho da difusão ao longo do tempo, optou-se por testar inicialmente as temperaturas de 50 e 60°C no primeiro estágio.

As amostras foram indicadas como NS-T-ExpM, sendo N o estágio (S representando *stage*), T a temperatura do ar de secagem utilizada (em °C) e M, qual das triplicatas. A média dos valores é representada por NS-T.

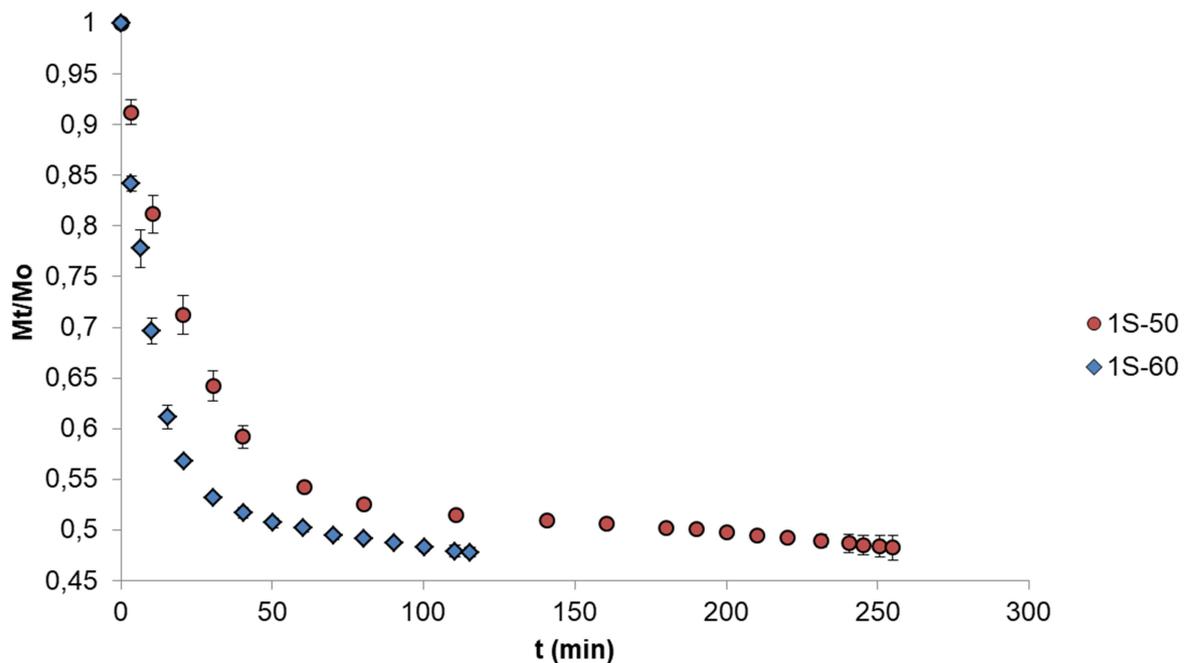
Em todas as curvas de secagem, foi utilizada a vazão máxima de ar da linha, correspondendo a 0,4 m/s, e espessura do leito de 100 g de ramos de barbatimão *in natura* igual a aproximadamente 6 cm, sendo eles inseridos na bandeja sem nenhum tipo de compactação. As curvas de secagem estão apresentadas nas Figuras 5.27 e 5.28, em relação à MR e M_t/M_o , respectivamente.

Figura 5.27. Curvas de secagem no primeiro estágio (1S) do secador de bandejas a 0,4 m/s e 50 e 60°C: MR em função do tempo.



Fonte: Acervo pessoal.

Figura 5.28. Curvas de secagem no primeiro estágio (1S) do secador de bandejas a 0,4 m/s e 50 e 60°C: M_t/M_o em função do tempo.

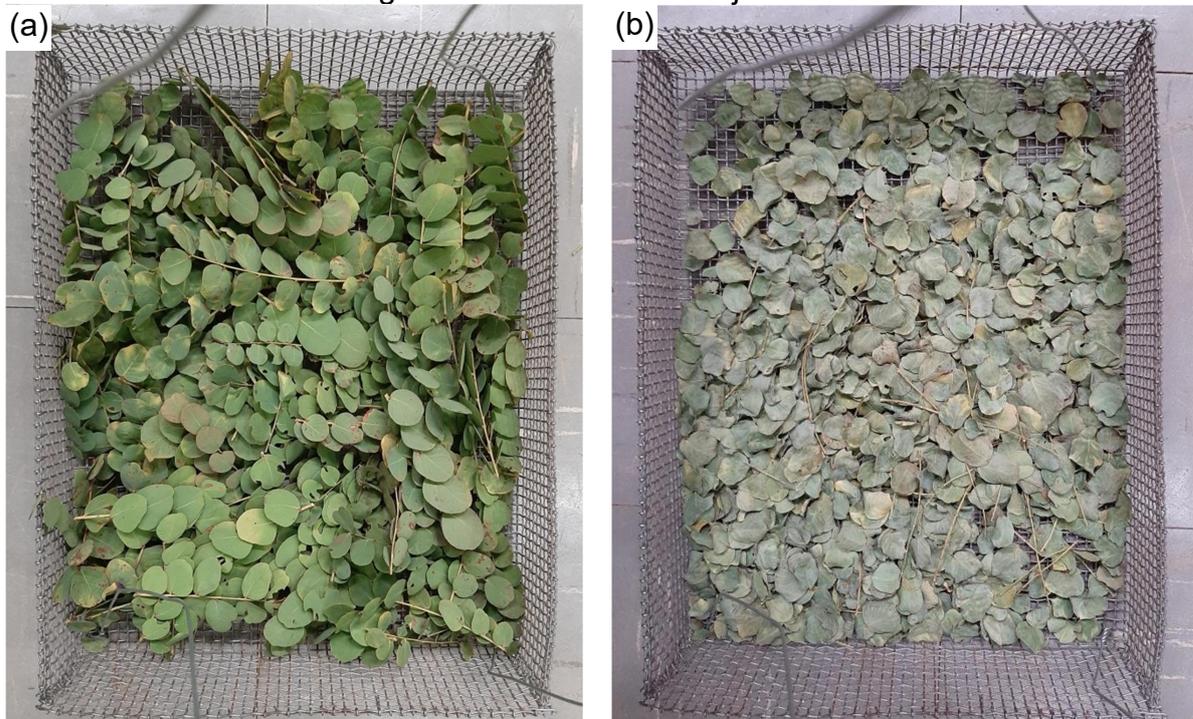


Fonte: Acervo pessoal.

As curvas de cinética no primeiro estágio indicaram que nessa configuração a temperatura também afetou o tempo de secagem, sendo o tempo de residência a

50°C quase o dobro em relação à 60°C. Com o passar do tempo, os ramos de barbatimão estavam muito mais frágeis e as folhas estavam mais quebradiças do que o material *in natura*. Por isso, o simples processo manual de retirada dos ramos para pesagem promovia separação das hastes e das folhas. Parte das hastes foi perdida no transporte até a balança, mas as perdas foram inferiores a 5%, não interferindo significativamente nos resultados finais. A variação de cores será discutida posteriormente. A amostra de uma das triplicatas do 1S-50 está ilustrada na Figura 5.29.

Figura 5.29. Ramos de barbatimão: (a) *in natura* e (b) após secagem no primeiro estágio do secador de bandejas a 50°C.



Fonte: Acervo pessoal.

Considerando que quanto maior o tempo de contato das folhas com o ar de secagem, maior tende a ser a degradação e perda de bioativos, e que o intuito prioritário era avaliar o desempenho do secador e a qualidade do produto seco, optou-se por efetuar os ensaios para os demais estágios a 60°C.

No geral, espera-se que quanto mais alto o estágio, maior o tempo de secagem do material, pois, além do ar aquecido ceder parte do calor para a remoção de umidade nos estágios anteriores, uma parte é perdida pelas paredes do secador, reduzindo a temperatura de entrada nas bandejas superiores. Além disso, a

umidade da corrente de ar ao deixar um estágio de secagem tende a aumentar, devido à transferência de umidade do material que está sendo seco.

Um ponto a ser considerado é a influência dos estágios inferiores na secagem em um dado estágio de interesse. A secagem no segundo estágio, no experimento 2S-60, por exemplo, não só ocorrerá a temperatura menor que 60°C, como a tendência é que a umidade do ar de entrada seja mais alta no início da secagem e diminua quando o material do primeiro estágio se aproximar da umidade de equilíbrio termodinâmico com o ar. Dessa forma, desconsiderar essa massa de material secando paralelamente à operação no estágio acima conduziria a resultados diferentes dos reais.

O ideal seria acompanhar a redução de umidade do material em todos os estágios simultaneamente, o que não é viável para a configuração estabelecida. Visando aproximar as condições experimentais da situação real, foi adotada uma metodologia alternativa: obtiveram-se as curvas de secagem completas para cada estágio separadamente, tentando reproduzir, dentro do possível, as condições do processo. Os dados foram usados para se obter uma curva teórica de secagem que simule a variação de umidade de uma amostra de material deslocando-se por todos os estágios. Assim, as curvas de secagem individuais de cada estágio puderam ser utilizadas para se estimar o tempo de residência no secador operando com quatro estágios, uma vez que todos devem operar de maneira sincronizada, não havendo mistura de materiais entre eles.

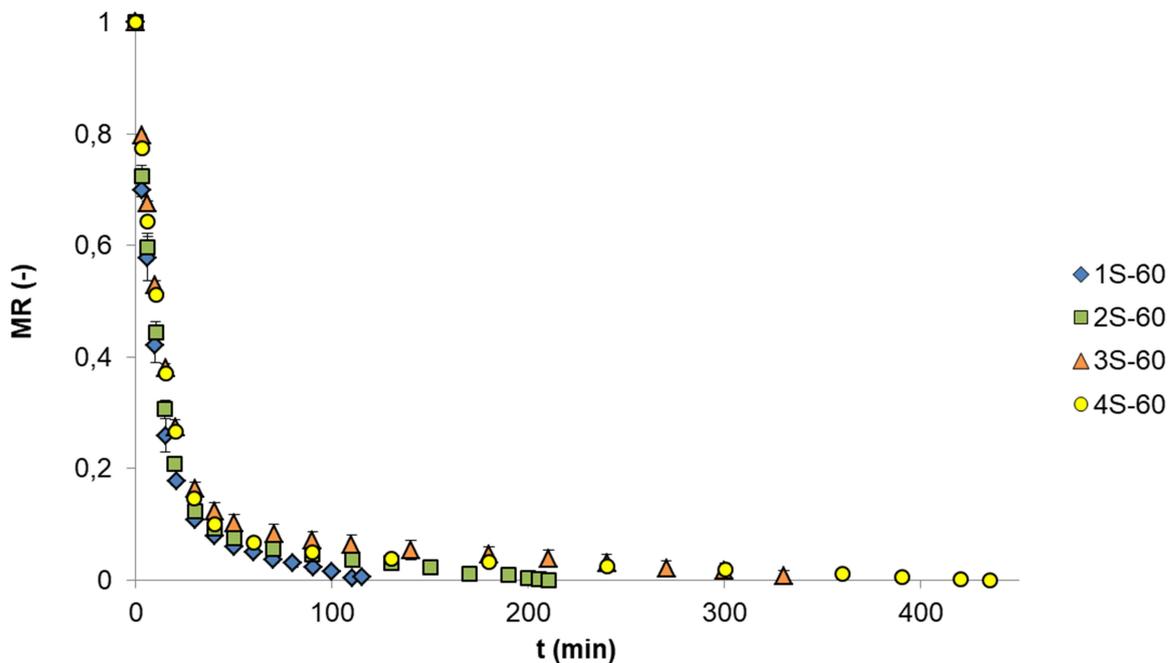
Portanto, os ensaios foram conduzidos na ordem crescente dos estágios, sendo que a partir do segundo estágio manteve-se nas bandejas inferiores uma determinada massa de material parcialmente seco, calculada de forma a simular de maneira aproximada as condições de operação “contínua”. A massa e umidade de ramos a serem usados nas bandejas inferiores foram estimadas a partir das curvas de secagem individuais. Primeiramente, determinou-se qual seria a umidade do material a ser inserido no estágio abaixo, a partir da análise das curvas de secagem individuais. Com esse valor, era possível estimar qual seria aproximadamente o tempo de secagem necessário para atingir essa umidade, utilizando-se as curvas de secagem, e a massa de material nesse instante de tempo, considerando que a massa inicial em cada estágio era de 100 g de ramos.

Assim, por exemplo, nos experimentos para obtenção da curva de secagem 2S-60, foram inseridos no primeiro estágio aproximadamente 48 g de ramos de

barbatimão previamente secos até a umidade de equilíbrio (110 minutos de secagem), já que esse estágio, por ser o último a receber o material, deve operar com folhas cuja umidade é próxima à umidade final. Nos experimentos para obtenção da curva 3S-60, foram inseridos no segundo estágio cerca de 49,5 g de ramos de barbatimão (correspondente ao material seco até a metade do tempo de secagem total, cerca de 105 minutos), além do material nas condições definidas para o primeiro estágio. Por fim, para a obtenção da curva 4S-60, utilizaram-se aproximadamente 52 g de ramos de barbatimão secos até um quarto do tempo total de secagem no terceiro estágio (90 minutos), além das quantidades indicadas para a primeira e segunda bandeja.

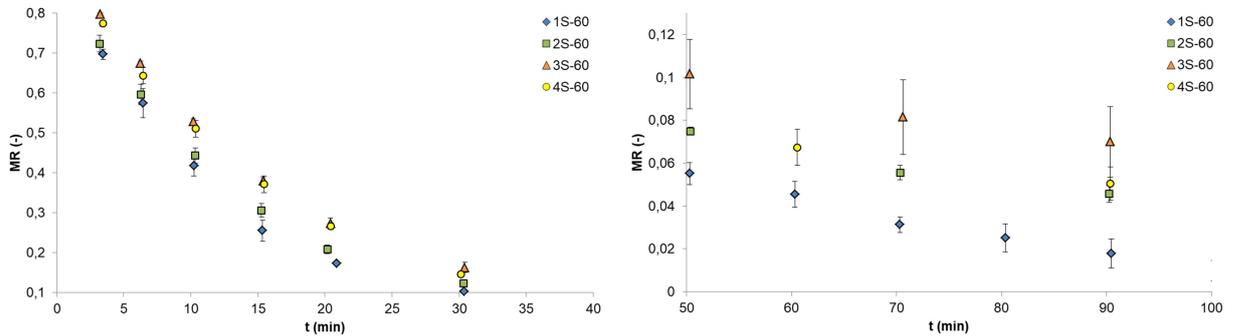
As curvas de secagem dos ramos de barbatimão nos quatro estágios, com distância mínima de 11,88 cm entre si, estão mostradas nas Figuras 5.30 e 5.32.

Figura 5.30. Curva de secagem individual de cada estágio do secador de bandejas a 0,4 m/s e 60°C: MR em função do tempo.



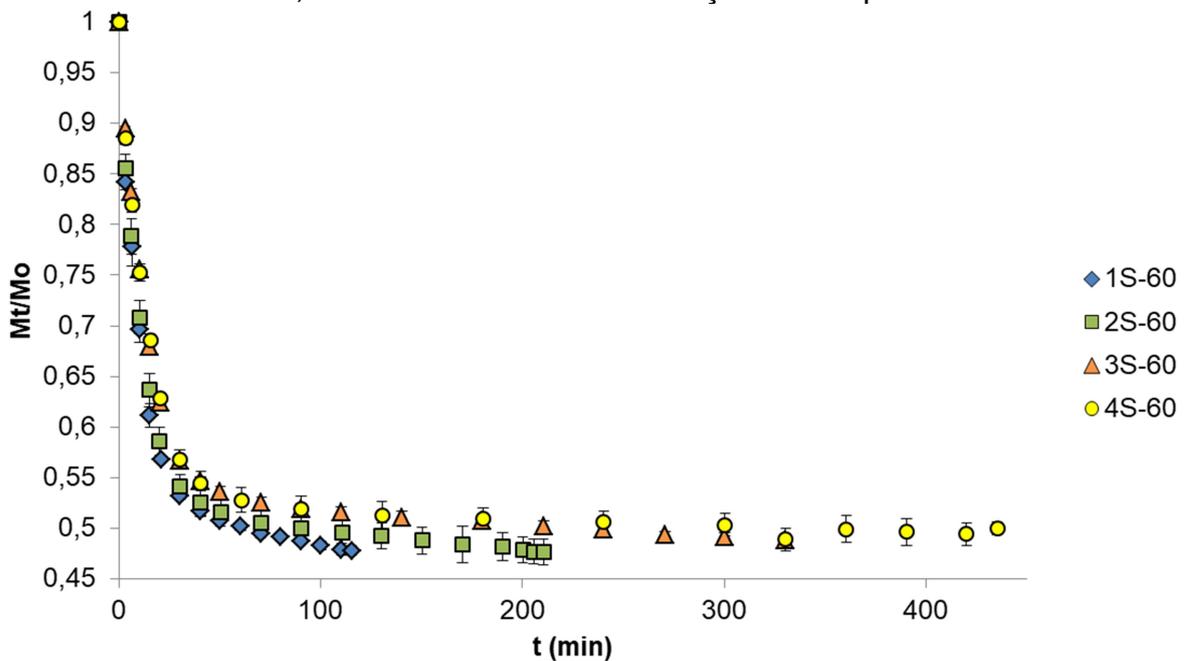
Fonte: Acervo pessoal.

Figura 5.31. Detalhes do período inicial das curvas de secagem individual de cada estágio do secador de bandejas a 0,4 m/s e 60°C: MR em função do tempo.



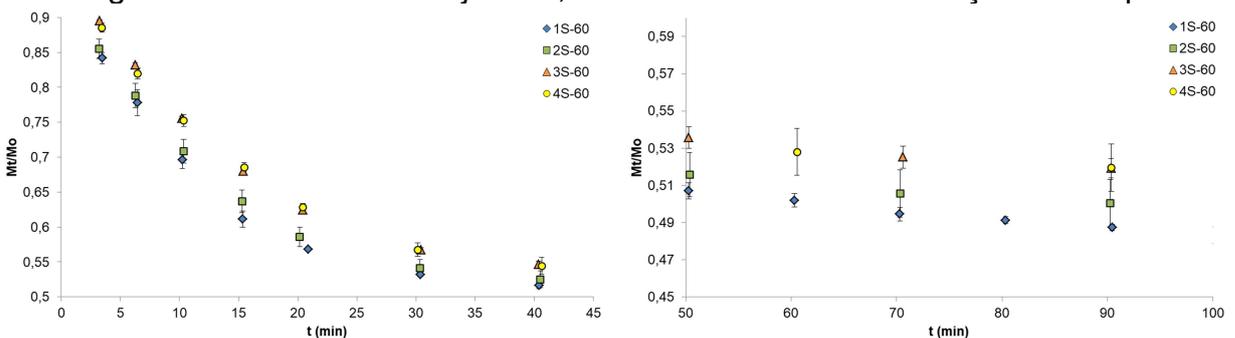
Fonte: Acervo pessoal.

Figura 5.32. Curva de secagem individual de cada estágio do secador de bandejas a 0,4 m/s e 60°C: Mt/Mo em função do tempo.



Fonte: Acervo pessoal.

Figura 5.33. Detalhes do período inicial das curvas de secagem individual de cada estágio do secador de bandejas a 0,4 m/s e 60°C: Mt/Mo em função do tempo.



Fonte: Acervo pessoal.

As curvas de secagem individuais obtidas para os quatro estágios foram muito parecidas, mas ao ampliando a escala das imagens, apesar de pequena, há diferença entre elas, conforme as Figuras 5.31 e 5.33. Observa-se uma diferença significativa no tempo de secagem, ou seja, o tempo requerido para que as folhas atinjam a umidade de equilíbrio. O acréscimo de estágios aumentou o tempo total de secagem, conforme previsto. Contudo, considerando que a umidade ao final do processo é mais difícil de ser removida por ser mais fortemente ligada à estrutura da folha e que o último estágio antes da coleta na gaveta perfurada é o estágio 1S-60, não seria necessário conduzir o experimento por tanto tempo, como requerido em um processo conduzido somente no quarto estágio, por exemplo. No início da secagem, o material está nos estágios superiores, onde a temperatura é menor devido à transferência de calor para os leitos inferiores e à dissipação de calor pelas paredes, porém no regime de bateladas em série isso não é uma desvantagem, pois a carga inicial possui maior conteúdo de umidade não ligada, que requer menos energia do ar de secagem para a sua remoção.

As temperaturas médias do ar na entrada em cada estágio e do ar ambiente, bem como as temperaturas e umidades relativas medidas pelo DHT22 para os ensaios de secagem conduzidos individualmente estão indicadas na Tabela 5.7. A posição dos instrumentos de medida está indicada na Figura 5.13, sendo o DHT22 inserido abaixo do recheio para distribuição de ar, enquanto os termopares estavam localizados abaixo das bandejas dos estágios.

Tabela 5.7. Umidade relativa e temperatura do ar na base do secador, medidas pelo sensor DHT22, temperatura de entrada nos estágios e temperatura ambiente durante o ensaio.

	1S-50	1S-60	2S-60	3S-60	4S-60
HR (%)	20,1 ± 2,5	19,7 ± 0,8	18,8 ± 0,3	17,4 ± 1,4	19,4 ± 3,9
T_{DHT22} (°C)	51,1 ± 0,9	61,3 ± 0,7	60,4 ± 0,2	60,5 ± 0,3	61,0 ± 0,5
T₁ (°C)	50,5 ± 1,0	60,6 ± 0,4	60,1 ± 0,3	60,0 ± 0,3	59,9 ± 0,3
T₂ (°C)	-	-	-	60,0 ± 0,3	60,0 ± 0,4
T₃ (°C)	-	-	-	58,6 ± 0,8	58,6 ± 0,4
T₄ (°C)	-	-	-	-	58,3 ± 1,0
T_a (°C)	18,2 ± 4,2	21,5 ± 1,2	21,6 ± 1,4	21,6 ± 2,9	22,2 ± 2,0

Fonte: Acervo pessoal.

Mesmo parte da energia sendo perdida por convecção nas paredes do secador e outra sendo utilizada para aquecer as folhas dos estágios inferiores e evaporar a umidade, a diferença de temperatura entre os estágios, a 11,88 cm de distância entre si, foi pequena. Apesar disso, as cinéticas de secagem apresentaram diferenças, principalmente na retirada da umidade mais fortemente ligada, ou seja, o final da curva. Isso possivelmente pode ser atribuído ao fato de que o ar, nos estágios superiores, apresentava maior umidade e, conseqüentemente, a força motriz da difusão era menor, tornando o processo mais demorado.

5.5 Ajustes às equações empíricas e semi-empíricas

As curvas de cinética de secagem para as diferentes configurações de secagem foram ajustadas às equações indicadas na Tabela 4.1, uma vez que, em todos os experimentos, adotou-se a hipótese de camada fina de material, já que a temperatura de saída era muito próxima à de entrada.

Os ajustes das curvas de cinéticas de secagem na estufa e no leito fixo apresentaram os mesmos valores para os modelos de Henderson e Pabis, logarítmico e de dois termos, sendo a diferenciação dos parâmetros ao de dois termos apenas pela forma que foi desenvolvida a equação. Os modelos de Page e de Midilli e Kucuk se adequaram melhor às curvas de secagem para os dois secadores. Portanto, para ajustar as curvas de secagem dos estágios do secador de bandejas desenvolvido, estes dois modelos foram testados, uma vez que apresentaram os melhores resultados para secagem de ramos de barbatimão em estufa e em leito fixo, além de serem amplamente utilizadas para folhas. Os dados obtidos estão indicados nas Tabelas 5.8 e 5.9, respectivamente.

Tabela 5.8. Parâmetros do modelo de Page ajustado às curvas de cinética de secagem individuais de ramos de barbatimão no secador de bandejas.

Page				
	1S-60	2S-60	3S-60	4S-60
k	$1,37 \cdot 10^{-1}$	$1,49 \cdot 10^{-1}$	$1,18 \cdot 10^{-1}$	$1,06 \cdot 10^{-1}$
n	$8,11 \cdot 10^{-1}$	$7,48 \cdot 10^{-1}$	$7,61 \cdot 10^{-1}$	$8,22 \cdot 10^{-1}$
SQR	$5,05 \cdot 10^{-3}$	$8,76 \cdot 10^{-3}$	$2,18 \cdot 10^{-2}$	$8,93 \cdot 10^{-3}$
ERM	27,32	40,76	51,29	49,76
R²	1,000	1,000	1,000	1,000

Fonte: Acervo pessoal.

Tabela 5.9. Parâmetros do modelo de Midilli e Kucuk ajustado às curvas de cinética de secagem individuais de ramos de barbatimão no secador de bandejas.

Midilli e Kucuk				
	1S-60	2S-60	3S-60	4S-60
k	1,00	1,00	1,01	$9,97 \cdot 10^{-1}$
n	$1,20 \cdot 10^{-1}$	$1,28 \cdot 10^{-1}$	$9,78 \cdot 10^{-2}$	$8,70 \cdot 10^{-2}$
a	$8,66 \cdot 10^{-1}$	$8,07 \cdot 10^{-1}$	$8,29 \cdot 10^{-1}$	$8,89 \cdot 10^{-1}$
b	$1,47 \cdot 10^{-4}$	$8,40 \cdot 10^{-5}$	$7,66 \cdot 10^{-5}$	$4,44 \cdot 10^{-5}$
SQR	$3,68 \cdot 10^{-3}$	$6,09 \cdot 10^{-3}$	$1,56 \cdot 10^{-2}$	$5,86 \cdot 10^{-3}$
ERM	47,27	24,31	234,51	137,88
R²	1,000	0,943	1,000	1,000

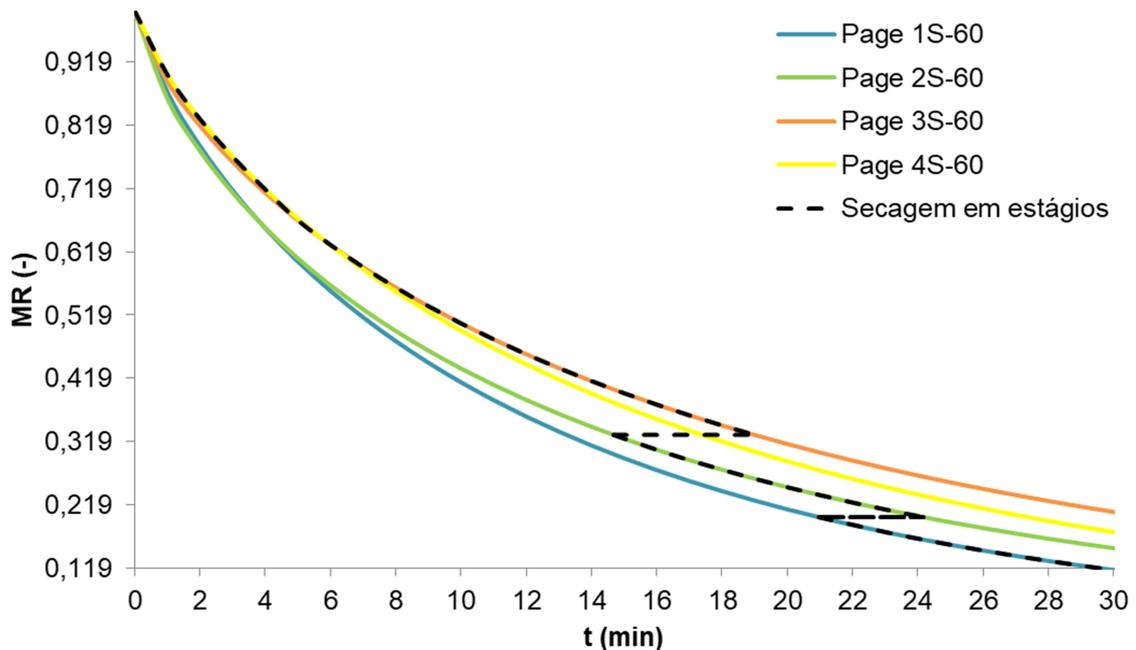
Fonte: Acervo pessoal.

Ambos os modelos apresentaram bons ajustes aos dados experimentais, mas, considerando como critério R² mais próximos de 1 e menores ERM, o modelo de Page apresentou melhores resultados.

Assim, a equação de Page e os parâmetros obtidos na Tabela 5.8 foram utilizados para prever a cinética de secagem para cada estágio. Ademais, estabeleceu-se que a umidade desejada ao final da secagem seria de 10% (b.u.), conforme indicado pela Farmacopeia (2016) e, portanto, ao final da secagem de 100 g de material deveria restar 5,752 g de água na amostra, além de 51,8 g de material seco. Considerando a umidade inicial dos ramos de barbatimão, igual a 48,2% (b.u.) (Tabela 5.3), MR seria 0,119 ao final da secagem.

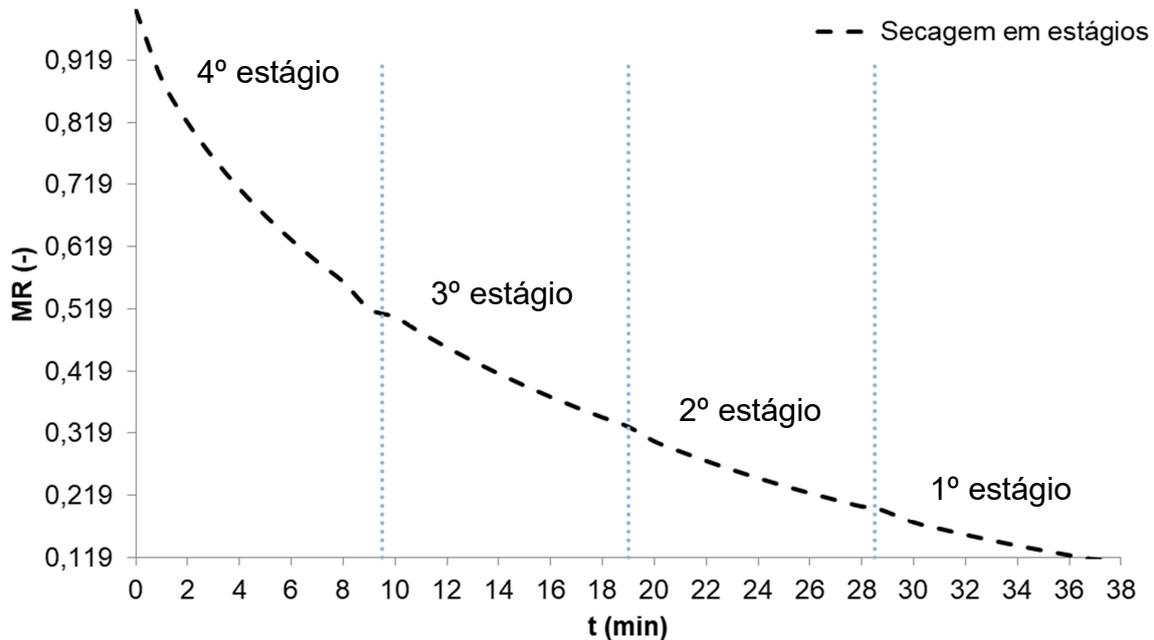
As curvas de cinética de secagem conforme o modelo de Page foram traçadas até a umidade adimensionalizada de interesse (Figura 5.34), sendo adotado o valor de 9,5 minutos para o tempo de residência (τ_b) da amostra em cada estágio. Esse valor foi obtido considerando-se a operação síncrona dos 4 estágios e, em posse das cinéticas de secagem para cada um deles, calculou-se a umidade final de cada leito até obter uma curva de cinética de secagem utilizando um determinado tempo de residência que se adequasse ao valor final de umidade adimensionalizada pretendida. Essa variação da umidade em função do tempo estimada para a secagem de 100 g de material na operação com 4 estágios está apresentada na Figura 5.35.

Figura 5.34. Curvas de cinética de secagem individuais pelo modelo de Page para diferentes estágios no secador de bandejas e variação de MR estimada na operação como bateladas em série.



Fonte: Acervo pessoal.

Figura 5.35. Variação de MR estimada na operação de secagem de ramos de barbatimão até 10% (b.u.) com 4 estágios operando como bateladas em série.



Fonte: Acervo pessoal.

A linha tracejada na Figura 5.34 representa a variação de umidade estimada durante a operação como bateladas em série com 4 estágios, cujo $\tau_b = 9,5$ min. O processamento completo de uma amostra ocorre em cerca de 38 minutos, que corresponde à somatória dos tempos que a amostra permanece em cada estágio. Esse tempo é um pouco superior do que o indicado na Figura 5.35 para atingir umidade de 10% (b.u.). Porém, como a curva 3S-60 é ligeiramente mais lenta que a 4S-60, optou-se por utilizá-la para garantir que a secagem não fosse subdimensionada, o que poderia resultar em um produto que não atende às normas da Farmacopeia (2016).

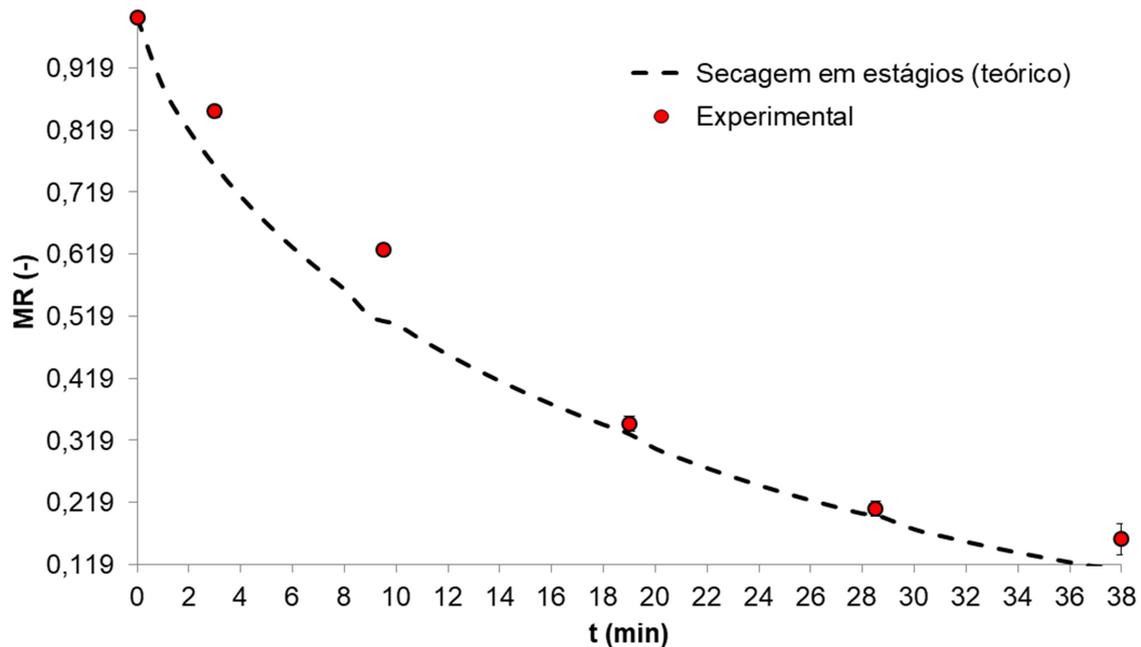
Além de reduzir o tempo de secagem, a operação em estágios permite o melhor aproveitamento da energia do ar de secagem. A umidade não ligada, presente em maior quantidade no material *in natura*, é removida no estágio superior, enquanto a umidade mais fortemente ligada (que resta no final da secagem) é retirada em contato com o ar de entrada, que se encontra a maior temperatura e menor umidade relativa. Dessa forma, garante um maior aproveitamento da energia do ar, que seria perdida para a atmosfera em temperaturas mais altas caso a operação ocorresse em só um estágio. Além disso, a literatura sugere que os

bioativos são mais bem preservados quando expostos por menos tempo a temperaturas mais altas.

5.6 Cinética de secagem: bateladas em série no secador de bandejas

A curva de secagem teórica, que permite prever a redução de umidade no secador de bandejas operando como bateladas em série a 60°C e com tempo de residência de 9,5 minutos por estágio, está apresentada na Figura 5.36. Os valores obtidos experimentalmente foram próximos da curva estimada (Figura 5.35), sendo que a curva teórica subestima a umidade no início do experimento. Uma das possíveis justificativas é a própria limitação intrínseca ao processo de obtenção da umidade na operação “contínua”: o despejo de material deve ser sincronizado, de modo que, ao atingir o tempo de residência, todas as bandejas deveriam receber material da bandeja superior. Porém, o processo manual é mais demorado, fazendo com que os pontos ao início da secagem, ou seja, nos últimos estágios, sejam mais prejudicados pela quantidade maior de bandejas operando simultaneamente. Os três primeiros pontos experimentais são referentes ao quarto estágio e, por conta disso, são os mais afetados durante a operação manual de obtenção da cinética de secagem. Além disso, deve-se destacar que a própria curva teórica da secagem foi obtida a partir da simulação da operação individual em cada estágio, em um procedimento que envolveu aproximações. A umidade final obtida foi de $9,6 \pm 0,8\%$ (b.u.), indicando que a secagem atingiu o objetivo inicial de obter material com umidade de 10% (b.u.).

Figura 5.36. Curva de secagem de 100 g de ramos de barbatimão obtida na operação em 4 estágios a 60°C, $\tau_b = 9,5$ min e operando como bateladas em série: experimental em comparação à estimada.



Fonte: Acervo pessoal.

5.7 Homogeneidade do produto seco

Para avaliar a umidade de descarga e a homogeneidade do produto seco, foi conduzida a secagem de ramos de barbatimão em 4 estágios operando como bateladas em série pelo tempo de 9,5 minutos por estágio, sem a realização conjunta de ensaios de cinética de secagem. As amostras foram coletadas por regiões no primeiro estágio, de acordo com as posições indicadas na Figura 4.16. Os valores obtidos estão apresentados na Tabela 5.10. A umidade média no final da secagem foi inferior a 10% (b.u.) em todas as regiões, estando de acordo com a especificação.

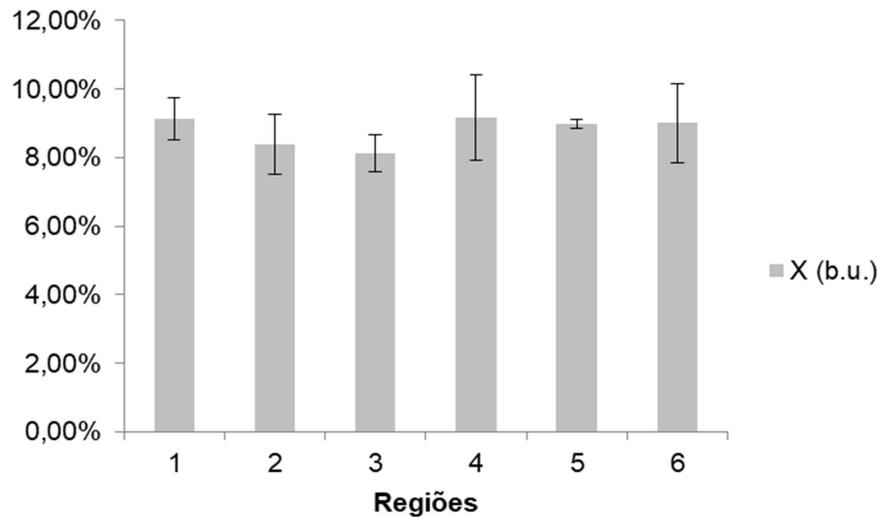
Tabela 5.10. Umidade (b.u.) de ramos de barbatimão em diferentes regiões da bandeja após a secagem em 4 estágios a 60°C, $\tau_b = 9,5$ min e operando como bateladas em série.

Regiões	1	2	3
X (% b.u.)	9,1 ± 0,6	8,4 ± 0,9	8,1 ± 0,5
Regiões	4	5	6
X (% b.u.)	9,2 ± 1,2	9,0 ± 0,1	9,0 ± 1,2

Fonte: Acervo pessoal.

A partir da Figura 5.37, nota-se que os valores de umidade final obtidos para diferentes regiões da bandeja não apresentaram diferença significativa entre si ao considerar os desvios padrões e que, portanto, a secagem gerou um produto homogêneo quanto à umidade, como desejado.

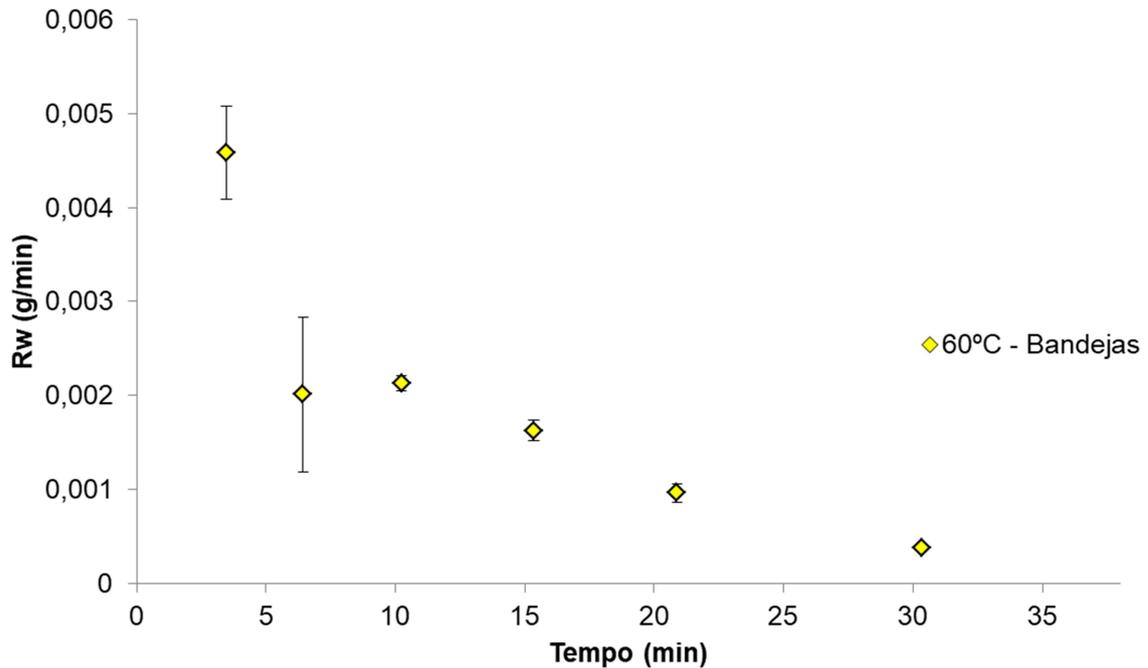
Figura 5.37. Umidade (b.u.) de ramos de barbatimão em diferentes regiões da bandeja após a secagem em 4 estágios a 60°C, $\tau_b = 9,5$ min e operando como bateladas em série.



Fonte: Acervo pessoal.

A taxa de secagem, Figura 5.38, foi calculada utilizando-se os pontos experimentais da secagem de ramo de barbatimão no secador de bandejas operando como bateladas em série a 60°C e tempo de residência de 9,5 minutos. Apesar dos altos desvios padrões para os pontos referentes ao quarto estágio, é notório que a taxa de secagem foi decrescente, indicando que o mecanismo controlador da secagem é a difusão dentro da estrutura do ramo de barbatimão, assim como na secagem em leito fixo (Figura 5.23).

Figura 5.38. Taxa de secagem de ramos de barbatimão até umidade de 10% (b.u.) em 4 estágios a 60°C, $\tau_b = 9,5$ min e operando como bateladas em série.



Fonte: Acervo pessoal.

5.8 Eficiência energética de secagem

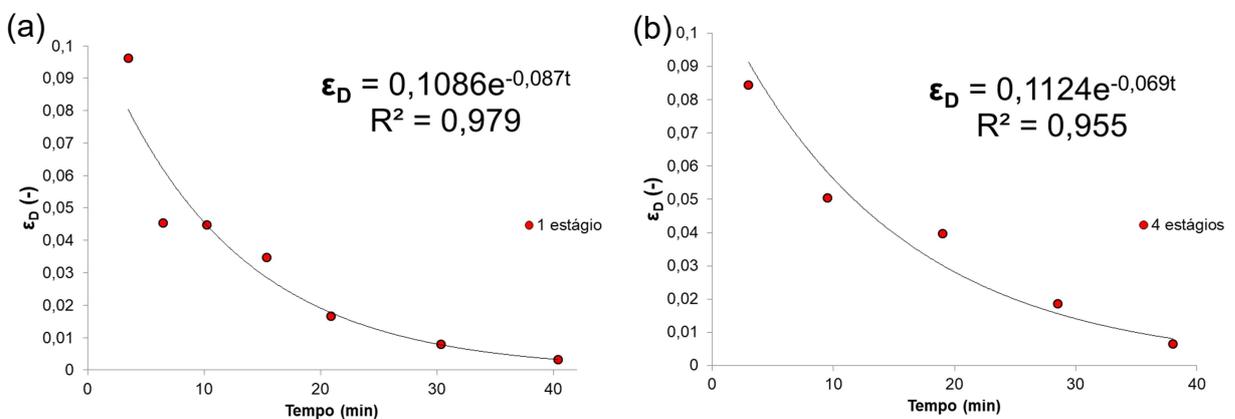
A curva de secagem (Figura 5.36) descreve a variação de umidade de uma amostra inicial de 100 g de material à medida que ela é deslocada do quarto estágio para o primeiro. Por conta disso, a curva considera o tempo sequencial de 38 minutos, equivalente à somatória dos 9,5 minutos que o material permanece em cada estágio. Para a análise comparativa das eficiências de secagem em um único estágio e no secador de bandejas de quatro estágios, o tempo de operação foi fixado em 38 minutos e a carga de material em 100 g de ramos de barbatimão *in natura*, sendo as taxas de secagem calculadas com as curvas apresentadas nas Figuras 5.27 e 5.36, respectivamente. A eficiência instantânea de secagem (Equação 2.8) compara a energia utilizada para evaporação da água com a energia efetivamente fornecida pelo ar de secagem, ou seja, descontando-se a energia que deixa o sistema com o ar de exaustão. A partir das Equações 2.7 e 2.8 foi possível estimar a eficiência cumulativa de secagem dos ramos de barbatimão.

Foram medidas as temperaturas do ar de exaustão nas operações de secagem com 1 e com 4 estágios. Essa temperatura varia com o tempo, sendo menor no início do processo, momento em que o leito ainda está sendo aquecido e mais umidade é retirada. Ao final da operação, esse valor é estabilizado. Para a

operação em um estágio, o valor médio da temperatura do ar deixando o leito foi de $57,7 \pm 0,8$ °C, enquanto que para 4 estágios foi de $50,2 \pm 2,9$ °C.

Dessa forma, foram calculados valores de eficiência instantânea de secagem (ϵ_D) para 1 e 4 estágios. Os dados indicaram um decaimento exponencial e foram ajustados a funções exponenciais, vide Figuras 5.39 (a) e (b), respectivamente. O ajuste foi satisfatório ($R^2 > 0,955$) e, portanto, as curvas obtidas foram integradas para o cálculo da eficiência energética cumulativa de secagem (E_D).

Figura 5.39. Curvas de eficiência instantânea de secagem (ϵ_D) de ramos de barbatimão para operações em: (a) 1 e (b) 4 estágios a 60°C.



Fonte: Acervo pessoal.

Os valores obtidos de eficiência energética de secagem estão indicados na Tabela 5.11. O aumento de 25,6% devido à operação em 4 estágios é expressivo, indicando ganho no aproveitamento da energia fornecida, uma vez que o ar de secagem deixa o secador a uma temperatura consideravelmente menor na operação com diversas bandejas. Observa-se que a equação não considera as perdas de energia para o ambiente, que necessariamente são maiores no secador multiestágio em comparação ao de estágio único. Nas duas situações, as eficiências são baixas devido ao curto tempo de residência do ar em contato com o leito. Uma vantagem adicional da operação multiestágios é o aumento da capacidade de processamento, que também não foi considerada nesse cálculo comparativo.

Além disso, o fato da temperatura do ar de secagem na saída ser alta mesmo na operação com 4 estágios é um indicativo de que é possível utilizar um

número ainda maior de bandejas para essa secagem ou aumentar a espessura do leite, atentando-se para a homogeneidade do produto obtido.

Tabela 5.11. Eficiência energética cumulativa de secagem (ED) de ramos de barbatimão para operações em 1 e 4 estágios a 60°C.

	E_D (%)
1 estágio	3,16
4 estágios	3,98

Fonte: Acervo pessoal.

5.9 Variação de cores

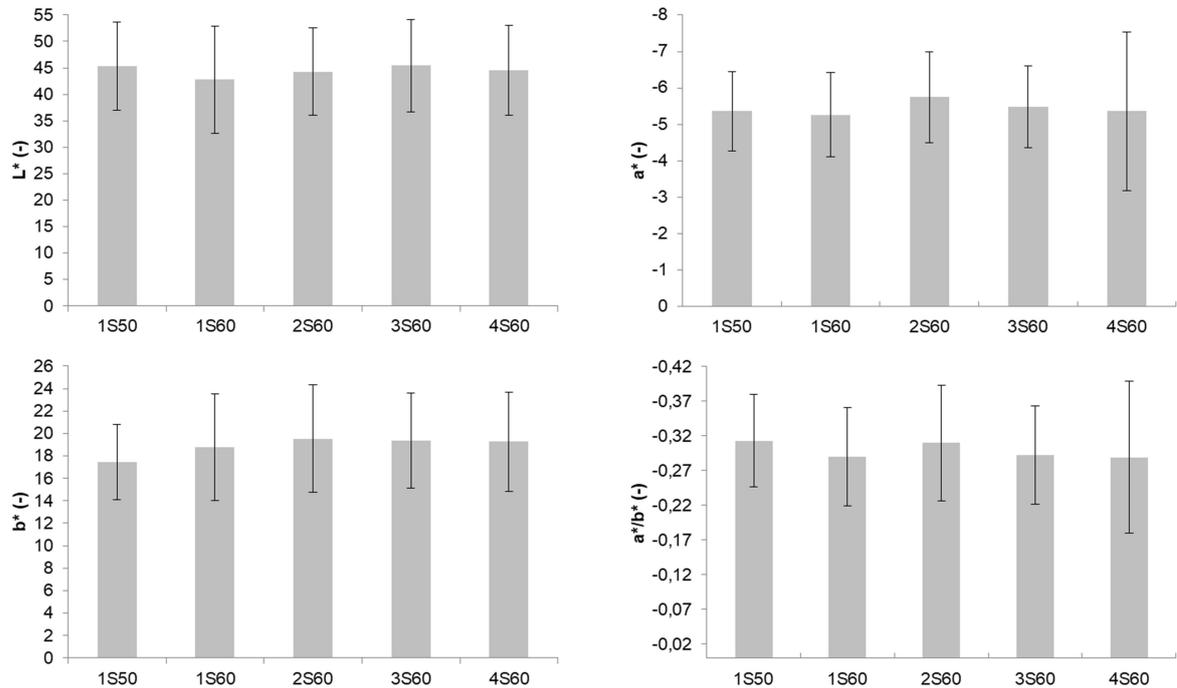
As cores das folhas de barbatimão foram medidas *in natura*, indicadas na Tabela 5.1, e após a secagem até a umidade de equilíbrio em diferentes configurações de secagem, conforme descrito a seguir. Tendo em vista que foram obtidos grandes desvios padrões para o parâmetro L* em relação às grandezas de a* e b*, a variação total de cores (ΔE^*) não foi calculada e, em detrimento dela, optou-se pela utilização da razão a*/b*. Essa razão é considerada um critério de avaliação da cor de produtos secos e menores valores indicam melhor qualidade (RAHIMMALEK e GOLI, 2013).

As folhas secas em estufa e em leite fixo apresentaram valores de L*, a*, b* e a*/b* sem distinção significativa (considerando-se os desvios padrões) para essas configurações, para as diferentes temperaturas de secagem utilizadas e em relação às folhas *in natura*. Portanto, a diferenciação por colorimetria da qualidade dessas configurações de secagem a diferentes temperaturas não se mostrou viável para folhas de barbatimão.

A análise da variação de cores das folhas de barbatimão submetidas à secagem no secador de bandejas desenvolvido ocorreu a duas temperaturas diferentes (50 e 60°C) no primeiro estágio e para as cinéticas de secagem individuais nos outros 3 estágios com ar de entrada a 60°C.

Os parâmetros L*, a* e b* medidos após a secagem em secador de bandejas para diferentes estágios, bem como a razão a*/b*, estão indicados na Figura 5.40 e Tabela 5.12.

Figura 5.40. Parâmetros L^* , a^* , b^* e razão a^*/b^* da folha de barbatimão após secagem até umidade de equilíbrio no secador de bandejas para 1S-50, 1S-60, 2S-60, 3S-60 e 4S-60.



Fonte: Acervo pessoal.

Tabela 5.12. Parâmetros L^* , a^* , b^* e razão a^*/b^* da folha de barbatimão após secagem até umidade de equilíbrio no secador de bandejas para 1S-50, 1S-60, 2S-60, 3S-60 e 4S-60.

	1S-50	1S-60	2S-60	3S-60	4S-60
L^* (-)	45,34 ± 8,37	42,78 ± 10,12	44,30 ± 8,27	45,40 ± 8,70	44,50 ± 8,47
a^* (-)	-5,36 ± 1,08	-5,26 ± 1,16	-5,75 ± 1,25	-5,48 ± 1,12	-5,36 ± 2,18
b^* (-)	17,45 ± 3,34	18,78 ± 4,74	19,54 ± 4,81	19,39 ± 4,23	19,27 ± 4,42
a^*/b^* (-)	-0,31 ± 0,07	-0,29 ± 0,07	-0,31 ± 0,08	-0,29 ± 0,07	-0,29 ± 0,11

Fonte: Acervo pessoal.

Os resultados reproduziram os obtidos na secagem em estufa e secador de leite fixo: as amostras secas se mostraram claras ($L^* > 0$), esverdeadas ($a^* < 0$) e amareladas ($b^* > 0$). Os valores obtidos para L^* , a^* , b^* e a^*/b^* não apresentaram diferenciação estatisticamente relevante para a secagem em todos os estágios e para o mesmo estágio a diferentes temperaturas (1S-50 e 1S-60). O mesmo ocorreu para o parâmetro a^*/b^* e, por conseguinte, a utilização da colorimetria como critério de diferenciação de qualidade trouxe resultados inconclusivos. Apesar disso, indicou que todas as amostras mantiveram a coloração inicial, mesmo a secagem sendo

conduzida até a umidade de equilíbrio, o que pode ser um indicativo de que os bioativos tenham sido bem preservados.

Em uma operação a diferentes temperaturas e variando-se o número e distância dos estágios, a análise da concentração dos compostos de interesse no extrato das folhas secas de barbatimão pode fornecer informações para diferenciação da qualidade dos produtos e, conseqüentemente, para estabelecer qual a configuração ideal para a secagem dessa espécie.

6 CONCLUSÕES

Conclui-se, com o trabalho, que:

- As folhas de barbatimão apresentaram baixa esfericidade, elevada área superficial em comparação ao seu pequeno volume e formato próximo de um círculo;
- Houve grande variação entre as umidades médias das diferentes camadas do leito espesso de ramos de barbatimão, evidenciando formação de gradientes de umidade significativos. Portanto, a configuração de secagem em camada espessa resulta em um produto com umidade heterogênea e não é recomendada para a secagem do material;
- O secador multiestágios desenvolvido foi construído e instrumentado, mostrando-se adequado para a secagem de ramos de barbatimão no modo de bateladas em série;
- Para os ramos de barbatimão, a mistura de material no secador de bandejas durante a operação como bateladas em série foi parcial e, apesar da divisão da bandeja em três seções, o material ficou concentrado na região central, formando espaços vazios que favorecem a canalização do escoamento de ar. Esse problema foi mitigado com a vibração manual de todas as seções da bandeja após o despejo de material;
- No geral, houve distinção da curva de cinética de secagem para diferentes temperaturas nas operações em estufa e em leito fixo. Para as temperaturas de 50 e 60°C, apesar das diferenças intrínsecas às duas configurações, não houve diferença significativa entre as curvas de cinética de secagem, diferentemente do que ocorreu para 70°C;
- As curvas de secagem individuais obtidas para os quatro estágios foram muito parecidas, exceto quanto ao tempo requerido para que as folhas atingissem a umidade de equilíbrio, que aumentava consideravelmente para estágios superiores. O modelo de Page melhor se adequou aos dados experimentais, sendo que a partir dele foi possível obter o tempo de residência de 9,5 minutos para cada estágio, totalizando 38 minutos para a secagem de 100 g de ramos de barbatimão até a umidade de 10% (b.u.). Os dados experimentais foram condizentes com a curva de secagem teórica da

operação em série e o produto obtido apresentou umidade uniforme e menor que 10% (b.u.), atendendo às especificações para armazenagem;

- As eficiências energéticas cumulativas de secagem da operação em um e quatro estágios foram 3,16 e 3,98%, respectivamente, representando um aumento de 25,6% para a configuração adotada no secador de bandejas;
- Os valores obtidos de L^* , a^* , b^* e a^*/b^* para os produtos secos nas diferentes configurações e temperaturas não apresentaram diferenciação estatisticamente relevante em relação aos valores desses parâmetros para as folhas *in natura*. A utilização da colorimetria como critério de diferenciação de qualidade trouxe resultados inconclusivos, porém a manutenção da coloração inicial da folha pode ser um indicativo de que os bioativos tenham sido bem preservados.

Por fim, conclui-se que o secador desenvolvido atendeu os objetivos definidos, uma vez que viabilizou secagens homogêneas dos ramos de barbatimão. Para isso, contudo, foi necessário adotar alguns procedimentos durante a operação, como a vibração manual das seções da bandeja.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Tendo em vista que um secador de bandejas multiestágios foi desenvolvido para operar com várias configurações possíveis, que não puderam ser analisadas completamente no trabalho, e que o potencial das folhas de barbatimão para a produção de fármacos foi pouco explorado pela literatura, apesar da grande valia, propõem-se para os próximos trabalhos:

- Avaliar a secagem de ramos de barbatimão com maior carga de material por estágio aumentando a distância entre eles;
- Avaliar a secagem de ramos de barbatimão e a eficiência energética cumulativa de secagem para maior número de estágios;
- Avaliar a perda de calor pelas paredes do secador e a eventual necessidade de instalação de isolamento térmico;
- Realizar a modelagem do secador de bandejas considerando parâmetros como temperatura, umidade e velocidade do ar, tempo, características do material, número de estágios utilizados, distância entre eles etc;
- Comparar os extratos de folhas secas e *in natura* de barbatimão;
- Analisar a composição dos extratos das folhas secas e compará-la aos dados da literatura;
- Analisar os extratos dos produtos secos em diferentes configurações;
- Avaliar integridade de estruturas internas das folhas de barbatimão em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV);
- Avaliar secagem de folhas de outras espécies de plantas no secador desenvolvido.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDULLAH, E. C.; GELDART, D. **The use of bulk density measurements as flowability indicators**. Powder Technology, v. 102, n. August 1998, p. 151–165, 1999.

ARAÚJO, Cleide. **Do Barbatimão à patente americana**. Revista NeuroGenesis – Gerando Ideias . Maceió: UFAL, ed. 1, pg. 14-15, 01 de jan. de 2016.

BARBA, R. Y. B.; DOS SANTOS, N. **Bioeconomia no século XXI: Reflexões sobre biotecnologia e sustentabilidade no Brasil**. Revista de Direito e Sustentabilidade, v. 6, n. 2, p. 26, 2020.

BRASIL. MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE. **Biodiversidade brasileira: avaliação e identificação de áreas e ações prioritárias para a conservação, utilização sustentável e repartição dos benefícios da biodiversidade nos biomas brasileiros**. Brasília: MMA/SBF, 2002.

BRASIL. MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE. Secretaria de Biodiversidade e Florestas. **Mapeamento do uso do solo e cobertura vegetal - bioma cerrado- ano base 2002**. Brasília: MMA/SBF, 2010.

BARBOSA, C. K. R.; COSTA, J. P. R.; BONFIM, F. P. G.; ALMEIDA, A. C.; MARTINS, E. R. **Qualidade microbiológica de plantas medicinais cultivadas e comercializadas em Montes Claros, MG**. Biotemas, v. 23, n. 1, 2010.

BRASIL. MINISTÉRIO DA SAÚDE. **Farmacopeia Brasileira**. Parte I. 4 ed. São Paulo: Atheneu, 1988.

BRASIL. MINISTÉRIO DA SAÚDE. **Memento Fitoterápico: Farmacopeia Brasileira**. Brasília: Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), 2016.

CANABARRO, N. I. **Secagem convectiva de folhas visando a obtenção de compostos bioativos via extração supercrítica**. São Carlos: UFSCar, 2019.

DIAS, R. F.; DE CARVALHO, C. A. A. **Bioeconomia no Brasil e no Mundo: Panorama Atual e Perspectivas**. Revista Virtual de Química, v. 9, n. 1, p. 410–430, 2017.

DIEZ DEL CORRAL, F. S. ; DE SOUZA, M. L. A.; NEGRÃO, O. L. **Do boticário ao farmacêutico: o ensino de farmácia na Bahia de 1815 a 1949**. Salvador:

EDUFBA, 2009. Disponível em: < <https://repositorio.ufba.br/handle/ufba/162>> . Acesso em: 26 de jan. de 2019.

DORAN, P.M. **Bioprocess Engineering Principles**. 2 ed. Elsevier Ltd, 2012.

FERREIRA, É. C.; DA SILVA, J. L. L.; DE SOUZA, R. F. **As Propriedades Medicinais E Bioquímicas Da Planta *Stryphnodendron adstringens* “Barbatimão”**. *Biológicas & Saúde*, v. 3, n. 11, p. 14–32, 2013

FIGUEREDO, N. A.; TEIXEIRA, T. H.; NETO, J. A. F.; BRAGA, M. J. **A economia verde como referência para análise das unidades de conservação de uso sustentável no estado do Pará, Brasil**. *Revista de Extensão e Estudos Rurais*, v. 6, n. 1, 2017.

FILHO, P. R. do. S.; FERREIRA, L. A.; GOUVÊA, C. M. C. P. **Protective action against chemical-induced genotoxicity and free radical scavenging activities of *Stryphnodendron adstringens* (“barbatimão”) leaf extracts**. *Brazilian Journal of Pharmacognosy*, v. 21, n. 6, p. 1000–1005, 2011.

GOMIDE, R. **Operações Unitárias: Operações com Sistemas Granulares**. Vol. 1, edição do Autor. São Paulo, 1983.

KUDRA, T. **Energy Performance of Convective Dryers**. p. 1190–1198, 2012.

LAND, C. M. V. **Industrial Drying Equipment: Selection and Application**. Nova York (EUA): Marcel Dekker, 1991.

LEITE, P. M.; CAMARGOS, L. M.; CASTILHO, R. O. **Recent progress in phytotherapy: A Brazilian perspective**. *European Journal of Integrative Medicine*, v. 41, n. December 2020, p. 101270, 2021.

LIMA, R. de A. B. **Análise da secagem convectiva de folhas de manjeriço (*Ocimum basilicum* L.)**. São Carlos: UFSCar, 2013.

LORENZI, H. **Árvores brasileiras: manual de identificação e cultivo de plantas arbóreas nativas do Brasil**. Nova Odessa: Plantarum, 1992.

MANDAL, S. C.; MANDAL, V.; DAS, A. K. **Essentials of Botanical Extraction: Principles and Applications**. Boston: Elsevier: Academic Press, 2015.

MEDEIROS, J. de D. **Guia de campo: vegetação do Cerrado 500 espécies**. Brasília: MMA/SBF, 2011.

MEIRA, M. R.; CABACINHA, C. D.; FIGUEIREDO, L. S.; MARTINS, E. .
Barbatimão: Ecologia, produção de tanino e potencial sócio econômico na região norte mineira. Enciclopédia Biosfera, v. 9, n. 16, p. 466–494, 2013.

MENSHUTINA, N. V.; GORDIENKO, M. G.; VOYNOVSKIY, A. A.; KUDRA, T.
Dynamic analysis of drying energy consumption. Drying Technology, v. 22, n. 10, p. 2281–2290, 2004.

MUJUMDAR, A. S. **Handbook of Industrial Drying**. 3. ed. Nova York (EUA): Taylor & Francis Group, LLC., 2006.

NASCIMENTO, C. A.; BALLIAN, T. L.; SILVA, D. M.; SILVA, R. M.; FARIAS, K. F.; OLIVEIRA, A. L. S.; ELIAS, S. R. de M.; FIGUEIREDO, A. D. L. **Anatomia foliar em plantas adultas de *Stryphnodendron adstringens* (Mart.) Coville (Mimosaceae)**. Revista Brasileira de Biociências, v. 5, p. 321–323, 2007.
(MEIRA *et al.*, 2013)

MEIRA, M. R.; CABACINHA, C. D.; FIGUEIREDO, L. S.; MARTINS, E. .
Barbatimão: Ecologia, produção de tanino e potencial sócio econômico na região norte mineira. Enciclopédia Biosfera, v. 9, n. 16, p. 466–494, 2013.

MOURA NETO, M. A. D. **Mapeamento da cadeia produtiva de plantas medicinais e fitoterápicos**. Boa Vista: UFRR, 2019.

RADÜNZ, L. L. **Efeito da temperatura do ar de secagem no teor e na composição dos óleos essenciais de guaco (*Mikania glomerata* Sprengel) e hortelã-comum (*Mentha x villosa* Huds)**. 2004. - Viçosa: UFV, [s. l.], 2004.

RAMAWAT, K. G. **Herbal Drugs: Ethnomedicine to Modern Medicine**. 1. ed. Heidelberg: Springer, 2009.

RAHIMMALEK, M.; GOLI, S. A. H. **Evaluation of six drying treatments with respect to essential oil yield, composition and color characteristics of *Thymys daenensis* subsp. *daenensis*. Celak leaves**. Industrial Crops and Products, v. 42, 613-619, 2013.

RIBEIRO, S.; BONETTI, C. **Variabilidade morfométrica de sedimentos arenosos:**

revisão de métodos e uso do software *ImageJ* na diferenciação de ambientes deposicionais na Ilha de Santa Catarina e região continental, SC, Brasil. Gravel, v. 11, n. 1, p. 37–47, 2013

RODRIGUES, W.; NOGUEIRA, J. M. **Competitividade da cadeia produtiva de plantas medicinais no Brasil: uma perspectiva a partir do comércio externo.** Informe GEPEC, Toledo, v. 12, n. 2, p. 91-105, 2008.

ROSANOVA, A. de H. **Desenvolvimento de um secador de tambor rotativo para a secagem de folhas condimentares e fitoterápicas.** São Carlos: UFSCar, 2017.

SABINO, A. P. L.; EUSTÁQUIO, L. M. S.; MIRANDA, A. C. F.; BIOJONE, C.; MARIOSA, T. N.; GOUVÊA, C. M. C. P. ***Stryphnodendron adstringens* (“Barbatimão”) Leaf Fraction: Chemical Characterization, Antioxidant Activity, and Cytotoxicity Towards Human Breast Cancer Cell Lines.** Applied Biochemistry and Biotechnology, v. 184, n. 4, p. 1375–1389, 2018.

SANCHES, A. C. C.; LOPES, G. C.; DE TOLEDO, C. E. M.; DO SACRAMENTO, L. V. S.; SAKURAGUI, C. M.; DE MELLO, J. C. P. **Estudo morfológico comparativo das cascas e folhas de *Stryphnodendron adstringens*, *S. polyphyllum* e *S. obovatum* - Leguminosae.** Latin American Journal of Pharmacy, v. 26, n. 3, p. 362–368, 2007.

SANTOS, S. C.; COSTA, W. F.; RIBEIRO, J. P.; GUIMARÃES, D. O.; FERRI, P. H.; FERREIRA, H. D.; SERAPHIN, J. C. **Tannin composition of barbatimão species.** Fitoterapia, v. 73, n. 4, p. 292–299, 2002.

STRASSBURG, B., BROOKS, T., FELTRAN-BARBIERI, R. **Moment of truth for the Cerrado hotspot.** Nat Ecol Evol, v. 1, n. 0099, 2017.

WELTY, J.R., WICKS, C.E., WILSON, R.E., RORRER, G.L. **Fundamentals of Momentum, Heat, and Mass Transfer.** 5 ed. EUA: John Wiley & Sons, Inc., 2008.

WHO (World Health Organization). **Guidelines for the assessment of herbal medicines.** Geneva: World Health Organization, 2001. Disponível em: <<https://apps.who.int/iris/handle/10665/58865>>. Acesso em: 21 de set. de 2020.

WHO (World Health Organization). **The World Traditional Medicines Situation, in Traditional medicines: Global Situation, Issues and Challenges.** Geneva: World Health Organization, 2011.

APÊNDICE A – Calibrações

As calibrações dos termopares e da placa de orifício foram realizadas em duplicata, conforme metodologia descrita a seguir, avaliando se ao final do experimento o coeficiente de determinação (R^2) foi maior que 0,999.

- Calibração dos termopares

No bloco de calibração de temperatura, foi possível fixar a temperatura desejada e, conseqüentemente, utilizando um leitor fixado ao termopar, obteve-se o valor correspondente medido no mesmo. Dessa forma, construiu-se uma curva de calibração para cada termopar, com a temperatura do bloco na ordenada e do termopar na abscissa. A partir de uma regressão linear, obteve-se a equação referente a cada termopar. A faixa de temperatura avaliada foi de 20 a 80°C, variando-se a cada 5°C.

No total, a linha conta com sete termopares calibrados, sendo um utilizado no controlador de temperatura, um para a medida da temperatura ambiente e os demais, para o secador. As Equações A.1 a A.7 indicam a temperatura corrigida dos termopares 1 a 7, respectivamente.

$$T_1 = 1,0133.T_{med} - 0,6822 \quad (A.1)$$

Cujo $R^2 = 1$

$$T_2 = 1,0158.T_{med} - 0,6874 \quad (A.2)$$

Cujo $R^2 = 0,9999$

$$T_3 = 1,0173.T_{med} - 0,8131 \quad (A.3)$$

Cujo $R^2 = 0,9999$

$$T_4 = 1,0205.T_{med} - 0,8687 \quad (A.4)$$

Cujo $R^2 = 0,9999$

$$T_5 = 1,0174.T_{med} - 0,786 \quad (A.5)$$

Cujo $R^2 = 1$

$$T_6 = 1,017.T_{med} - 0,6876 \quad (A.6)$$

Cujo $R^2 = 0,9998$

$$T_7 = 1,0177.T_{\text{med}} - 0,766 \quad (\text{A.7})$$

Cujo $R^2 = 0,9999$

- Calibração da placa de orifício

A calibração da placa de orifício foi feita com auxílio de um tubo de Venturi, cuja vazão mássica de ar (\dot{m}_v) é expressa conforme a Equação A.8, sendo a densidade do ar (ρ) descrita pela Equação A.9.

$$\dot{m}_v = 1,198.\rho.\sqrt{\frac{T.\Delta P}{P_{\text{atm}}}} \quad (\text{A.8})$$

$$\rho = \frac{98,0665.P_{\text{atm}}.MM}{R.T} \quad (\text{A.9})$$

Partindo da válvula completamente fechada para totalmente aberta, variou-se gradualmente a queda de pressão da linha. O Venturi foi conectado a um manômetro de coluna d'água, enquanto a placa de orifício estava conectada a um manômetro de mercúrio. A diferença de altura da coluna de líquido foi anotada para cada um deles. Dessa forma, calculou-se a vazão mássica de ar (em kg/min) no tubo de Venturi, considerando $MM = 0,0290$ kg/mol, $R = 8,31447$ J/K.mol, $P_{\text{atm}} = 939,0135$ cm H₂O, ρ dada em kg/m³, ΔP em cm H₂O e T em K.

Sendo a Equação A.10 a representação da equação da vazão mássica da placa de orifício (\dot{m}_p) e considerando que não houve acúmulo ou reação durante o escoamento, portanto, o que entrava era igual ao que saía, foi possível obter a constante k utilizando o método dos mínimos quadrados das diferenças com auxílio do *Solver* no *Excel*. Ao traçar a reta da vazão mássica da placa de orifício em função de $\rho.(T.\Delta P)^{0,5}$, obteve-se k .

$$\dot{m}_p = k.\rho.\sqrt{T.\Delta P} \quad (\text{A.10})$$

A vazão mássica medida pela placa de orifício é tal como definida pela Equação A.11, utilizando a Equação A.9 para o cálculo da densidade do ar.

$$\dot{m}_p = 0,05827 \cdot \rho \cdot \sqrt{T \cdot \Delta P}$$

Cujo $R^2 = 1$

(A.11)