



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
MINISTÉRIO DA ECONOMIA
INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

CARTA PATENTE Nº BR 102012010709-0

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito: BR 102012010709-0

(22) Data do Depósito: 04/05/2012

(43) Data da Publicação Nacional: 21/11/2017

(51) Classificação Internacional: G01N 11/02; G01N 33/02; H05B 6/02; B01J 19/08.

(54) Título: DISPOSITIVO PRESSURIZADO AQUECIDO E SEU USO COMO REÔMETRO CAPILAR E REATOR CONTÍNUO

(73) Titular: UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS-UNICAMP, Instituição de Ensino e Pesquisa. CGC/CPF: 46068425000133. Endereço: Cidade Universitária "Zeferino Vaz" - Distrito de Barão Geraldo, Campinas, SP, BRASIL(BR), 13083-970

(72) Inventor: FLÁVIO LUIS SCHMIDT; VALQUIRIA ROS POLSKI; ALFREDO DE ALMEIDA VITALI; ANTONIO MARSAIOLI JÚNIOR; VIJAYA GRAMA SEETHARAMIENGAR RAGHAVAN.

Prazo de Validade: 20 (vinte) anos contados a partir de 04/05/2012, observadas as condições legais

Expedida em: 09/03/2021

Assinado digitalmente por:

Liane Elizabeth Caldeira Lage

Diretora de Patentes, Programas de Computador e Topografias de Circuitos Integrados

DISPOSITIVO PRESSURIZADO AQUECIDO E SEU USO COMO REÔMETRO CAPILAR E REATOR CONTÍNUO

Campo da Invenção

A presente invenção trata-se de um dispositivo pressurizado aquecido
5 por sistema de micro-ondas capaz de aquecimento rápido e operação a
temperaturas acima de 100°C sem ebulição da amostra.

Mais especificamente, o dispositivo possui duas modalidades
preferenciais de uso, uma de reômetro capilar e outra de reator contínuo.

A modalidade reômetro capilar é capaz de realizar medidas de
10 propriedades reológicas de produtos em uma ampla faixa de temperatura,
incluindo temperaturas acima de 100°C.

A modalidade reator contínuo é capaz de alcançar rapidamente altas
temperaturas, manter a temperatura do produto para sofrer tratamento térmico
desejado e coletar amostras de produto para quaisquer outras análises que se
15 fizerem necessárias.

O dispositivo pode ser utilizado na indústria de alimentos, petroquímica,
química em geral, farmacêutica, institutos de pesquisa, empresas de
consultoria. Nestes casos ele pode utilizado para análises reológicas, de
cinética de produtos fluidos, particulados ou não, para simulação de processos,
20 entre outros. Estes dados então são úteis para dimensionamento de
equipamentos e processos, otimização, desenvolvimento e/ou aperfeiçoamento
de produtos, entre outros.

Fundamentos da Invenção

O tratamento térmico a altas temperaturas e curto tempo, mesmo nos produtos de alta acidez, é justificado, pois os microrganismos são destruídos mais rapidamente do que a ocorrência de alterações indesejáveis, como escurecimento e destruição de nutrientes. Esta é a fundamentação do HTST (High Temperature, Short Time – Alta Temperatura, Curto Tempo).

Cálculos de tratamento térmico, otimização e desvios de processo para esterilização de alimentos convencional ou asséptica requerem conhecimento de propriedades de engenharia de alimentos, como: calor específico, difusividade térmica, densidade, comportamento reológico, cinéticas de transformações, entre outras. Estas propriedades são, em maior ou menor grau, dependentes da temperatura (Vitali, 1997).

Dados reológicos a altas temperaturas de processamento são geralmente obtidos através de extrapolações utilizando modelos clássicos, como o de Arrhenius, baseados em dados obtidos a temperaturas inferiores a 100°C, devido à dificuldade de se obter dados reológicos a temperaturas acima da temperatura de ebulição da água. Estas extrapolações são questionáveis, porque não levam em conta transformações inesperadas, como hidrólise, gelatinização, coagulação, caramelização, entre outras (Fennema, 1976; Bobbio, 2001; Bobbio, 2003).

Estas alterações podem causar aumento ou diminuição da viscosidade aparente (Rao, 1999a; Rao, 1999b; Ditchfield, 2004), levando a um desvio do comportamento das propriedades reológicas com relação à temperatura, modelado por Arrhenius.

Por serem propriedades altamente dependentes da temperatura, a viscosidade aparente e outras propriedades reológicas alteram consideravelmente o valor do número de Reynolds ao haver uma variação de temperatura. Por isso, se o tempo de retenção de um processo for calculado
5 baseado em parâmetros reológicos obtidos por extrapolação, o caso mais crítico (segurança microbiológica) é quando se considera um escoamento turbulento e, ao haver um aumento de viscosidade, o regime pode torna-se laminar. A partícula do centro radial do tubo passa a ter uma velocidade maior, implicando em um tempo de retenção menor do que o requerido, levando a um
10 pré-processamento. Este exemplo é para fluidos Newtonianos.

Para a obtenção de perfis de velocidade confiáveis, é recomendável o uso de reômetros capilares ou rotacionais pressurizados para a aquisição de dados próximos às condições operacionais reais (Vitali, 1997).

A literatura apresenta poucos dados sobre o comportamento reológico
15 de fluidos a altas temperaturas (Dail e Steffe, 1990a; Dail e Steffe, 1990b; Abdelrahim, 1995; Rao, 1999b; Ditchfield, 2004; Chakrabandhu, 2005), justamente pela dificuldade da montagem experimental e pela degradação térmica que o alimento pode sofrer durante o tempo requerido para equilíbrio da temperatura, principalmente nos sistemas descontínuos que demandam
20 certo tempo para este equilíbrio.

O trabalho de Rao *et al.* (1999b) apresenta dados de comportamento reológico de purê de tomate e suspensão de amido até 120°C, utilizando um reômetro rotacional pressurizado com ar comprimido no interior de uma

câmara. Esta montagem, referida como "The Bomb", foi baseada no trabalho de Vitali (1994). Chakrabandhu & Singh (2005) trabalharam com reômetro capilar pressurizado para medir propriedades reológicas de suspensões de ervilhas inteiras em solução de Carboxi Metil Celulose (CMC). O sistema de aquecimento não foi feito por micro-ondas, foi utilizado um sistema que demanda maior tempo para o aquecimento das amostras. Os dados apresentam desvios significativos, mesmo para a solução de CMC pura, porém indicam a tendência dos resultados. Abdelrahim & Ramaswamy (1995) estudaram propriedades reológicas de CMC a altas temperaturas e obtiveram como resultado comportamento dilatante, o que não é esperado. Os autores sugeriram que pode ter sido devido a erros durante as medidas, por trabalharem em uma região pequena da faixa de medida do equipamento. Ditchfield *et al.* (2004) utilizou reômetro rotacional pressurizado para determinar propriedades reológicas de purê de banana a altas temperaturas, até 120°C. A desvantagem deste equipamento é o longo tempo para equilíbrio da temperatura, que pode causar alterações no produto. Dail & Steffe (1990a) estudaram o comportamento reológico de soluções de amido, concluindo que ocorre comportamento dilatante.

Tanto produtos processados como in natura sofrem reações químicas e bioquímicas importantes para sua qualidade final. Estas reações dependem de uma série de fatores como temperatura, concentração de reagentes, umidade relativa, presença de catalisadores ou inibidores, entre outros (Vitali, 1996).

Sabendo-se como estes fatores influenciam as velocidades das reações, pode-se determinar e prever como influem também na qualidade final dos produtos.

A cinética estuda a velocidade de reações em função de fatores que a influenciam (Cooper & Jeffreys, 1971). Um dos principais fatores que atuam
5 significativamente na velocidade de reações microbiológicas e químicas em alimentos é a temperatura.

Características como cor, textura, aspectos nutricionais e parâmetros reológicos são afetados pelo tratamento térmico. Além do ponto de vista de segurança-pública, a preservação das características de qualidade como cor,
10 aroma, textura, quantidade e disponibilidade de nutrientes é importante no processamento térmico de alimentos (Fellows et al., 2006).

Existem casos de problema de escurecimento na indústria de purê de banana devido a tratamento térmico não dimensionado corretamente. Por isso é importante a otimização do binômio tempo e temperatura de processamento,
15 para que haja segurança microbiológica e preservação máxima possível das características de qualidade do purê de banana, assim como para outros produtos fluidos, como os derivados de soja, lácteos e frutas, como purê de pêra (Ávila & Silva, 1999).

Vários trabalhos apresentam estudos de degradação de qualidade em
20 alimentos. Vikram *et al.* (2005) apresentou o estudo de cinética de degradação de vitamina C em suco de laranja. Ditchfield *et al.* (2006) estudou a degradação térmica de polifenoloxidase e peroxidase durante a pasteurização em purê de banana acidificado. Ahmed & Ramaswamy (2006) estudaram características

viscoelásticas e térmicas de purês de vegetais como ervilha, milho e feijão na faixa de temperatura de 20 a 80°C e observaram que houve um aumento significativo dos parâmetros viscoelásticos em torno da temperatura de gelatinização do amido, que foi de 50°C para ervilha e feijão e de 80°C para milho. Ahmed *et al.* (2000) mostrou características reológicas e cinética de degradação de cor em purê de pimentão (“chilli”) verde. Kwok *et al.* (1999) apresenta estudo de cinética de alterações de cor devido ao calor em leite de soja tratados de 80 a 140°C. E mostraram que para as temperaturas de 90, 120 e 140°C, quanto maior o tempo de aquecimento, menor a aceitação sensorial.

Lozano & Ibarz (1997) estudaram alterações de cor em concentrados de polpa de frutas (maçã, pêra e ameixa) submetidas a aquecimento a altas temperaturas (até 94°C). Os resultados indicaram que o escurecimento (parâmetro *L*) tem comportamento cinético seguindo reação de primeira ordem. Barreiro *et al.* (1997) estudaram cinética de alteração de cor em pasta de tomate duplamente concentrada durante tratamento térmico (de 70 a 100°C) utilizando a técnica de tubo capilar e mostraram que os parâmetros de cor *L*, *a* e *b* apresentaram comportamento cinético seguindo reação de primeira ordem.

A tecnologia de micro-ondas tem sido crescentemente utilizada na área de alimentos. Ela pode ser aplicada em tratamento térmico; processos de secagem; extrações e reações químicas; na caracterização de produtos através das suas propriedades dielétricas.

O uso de tecnologia de micro-ondas para alcançar a temperatura de processo designada permite um período de tempo mais curto para o

aquecimento do produto. O uso desta tecnologia para pasteurização e esterilização de alimentos fluidos tem sido estudado (Steed *et al.*, 2008; Kumar *et al.*, 2007; Coronel *et al.*, 2005) e resultados mostram que ela é mais eficiente e causa menos danos térmicos ao alimento, quando comparada às tecnologias
5 convencionais de tratamento térmico.

Baseando-se nas análises expostas anteriormente, decidiu-se construir o dispositivo objeto desta patente que pode ser utilizado como um reômetro capilar pressurizado, eliminando assim desvantagens citadas anteriormente, como tempo de equilíbrio da temperatura e necessidade de pressurizar um
10 grande ambiente, além de possibilitar que se trabalhe com suspensões e produtos contendo partículas e ter um menor custo. Este equipamento pode ainda ser utilizado como um reator.

Um dos diferenciais do dispositivo é o curto tempo de aquecimento, o custo de construção e sua flexibilidade para fazer medidas reológicas de
15 produtos de uma ampla faixa de propriedades reológicas, assim como particulados, além de seu uso como um reator contínuo com a mesma flexibilidade para diferentes produtos, adequação de tempos desejados de tratamento térmico.

Os reômetros existentes atualmente com célula de pressão são
20 rotacionais e possuem sistema de aquecimento elétrico ou camisa com fluido circulante, ocorrendo o aquecimento prioritariamente por condução de calor. Desta forma, eles demandam um maior tempo de aquecimento da amostra, no qual o produto pode sofrer alterações significativas. Além disso, com o uso de

reômetro capilar (caso desta patente) há uma maior flexibilidade para uso de diferentes produtos, inclusive particulados.

O equipamento objeto desta patente pode ser utilizado também para simular processos industriais sem a influência do lag de temperatura que é o tempo que leva para o produto atingir a temperatura de medida, que em outros equipamentos é maior e pode ser prejudicial ao produto e influenciar no resultado da medida, que pode ser prejudicial no caso de análises de cinética, por exemplo. O equipamento permite a retirada de amostra durante o processo em tempos e pontos a definir pelo usuário.

Exemplos de empresas que fabricam reômetros para análises reológicas em temperaturas acima de 100°C são a Brookfield, a Anton-Paar e a Haake. Estas empresas produzem reômetros rotacionais com a opção de se utilizar uma célula de pressão. O aquecimento é feito utilizando-se resistências elétricas ou camisa com fluido circulante, ocorrendo por condução de calor. Esta forma de aquecimento requer um tempo de aquecimento do produto que pode chegar a alguns minutos, o que pode acarretar em alterações no produto, principalmente quando se trabalha em temperaturas altas.

O invento resolve o problema do efeito térmico no tempo de aquecimento do produto antes da medida de propriedades reológicas ou antes de se iniciar o tempo de tratamento térmico da amostra a ser coletada para outras análises, além de propiciar medidas confiáveis às altas temperaturas de processo, sem que sejam necessárias extrapolações, que muitas vezes resultam em resultados errôneos. Este equipamento pode, portanto, ser

utilizado para a realização de análises cujos resultados podem subsidiar o desenvolvimento e dimensionamento de produtos e processos de forma otimizada, além de gerar dados para a literatura, que podem ser utilizados para diferentes finalidades que se fizerem necessárias. O tempo de aquecimento da amostra é praticamente instantâneo devido ao uso do micro-ondas.

Breve Descrição da Invenção

A presente invenção trata-se de um dispositivo pressurizado aquecido por sistema de micro-ondas capaz de aquecimento rápido e operação a temperaturas acima de 100°C sem ebulição da amostra.

10 Mais especificamente, o dispositivo possui duas modalidades preferenciais de uso, uma de reômetro capilar e outra de reator contínuo.

A modalidade reator contínuo é capaz de alcançar rapidamente altas temperaturas, manter a temperatura do produto para sofrer tratamento térmico desejado e coletar amostras de produto para quaisquer outras análises que se fizerem necessárias. Funcionando como um reator (contínuo ou não), ele apresenta também flexibilidade para diferentes produtos, adequação de tempos desejados de tratamento térmico.

A modalidade reômetro capilar é capaz de realizar medidas de propriedades reológicas de produtos em uma ampla faixa de temperatura, incluindo temperaturas acima de 100°C.

O invento resolve o problema do efeito térmico no tempo de aquecimento do produto antes da medida de propriedades reológicas, ou antes de se iniciar o tempo de tratamento térmico da amostra a ser coletada para

outras análises, além de propiciar medidas confiáveis às altas temperaturas de processo, sem que sejam necessárias extrapolações, que muitas vezes resultam em resultados errôneos.

Pode ser utilizado para a realização de análises cujos resultados podem subsidiar o desenvolvimento e dimensionamento de produtos e processos de forma otimizada, além de gerar dados para a literatura, que podem ser utilizados para diferentes finalidades.

O equipamento objeto desta patente pode ser utilizado também para simular processos industriais sem a influência do lag de temperatura que pode ser prejudicial no caso de análises de cinética, por exemplo.

Breve Descrição das Figuras

A estrutura da presente invenção, juntamente com vantagens adicionais pode ser mais bem entendida mediante referência às figuras e à seguinte descrição:

- A Figura 1 apresenta um esquema da modalidade reômetro capilar com seus componentes.

- A Figura 2 apresenta um esquema do sistema de aquecimento contínuo utilizando tecnologia de micro-ondas.

- A Figura 3 apresenta um esquema da modalidade reator pressurizado com seus componentes.

- A Figura 4 apresenta curvas de log tensão de cisalhamento vs. log taxa de deformação para óleo mineral automotivo, medidos em reômetro rotacional e reômetro capilar.

- A Figura 5 apresenta curvas de log tensão de cisalhamento vs. log taxa de deformação para solução de sacarose a 64°Brix medidos em reômetro rotacional e reômetro capilar (primeiro experimento)

5 - A Figura 6 apresenta curvas de log tensão de cisalhamento vs. log taxa de deformação para solução de sacarose a 63,5°Brix medidos em reômetro rotacional e reômetro capilar (segundo experimento).

- A Figura 7 apresenta curvas de tensão de cisalhamento (σ) vs. taxa de deformação ($\dot{\gamma}$) para solução de sacarose a 65°Brix na faixa de temperatura de 60,5 a 130°C.

10 - A Figura 8 apresenta curvas de $\log \eta_a$ vs. $1/T$ para solução de sacarose a 65°Brix a temperaturas abaixo e acima de 100°C.

- A Figura 9 apresenta curvas de log da tensão de cisalhamento ($\log \sigma$) vs. log da taxa de deformação ($\log \dot{\gamma}$) para purê de banana na faixa de temperatura de 26,5 a 110°C.

15 - A Figura 10 apresenta curvas de log de viscosidade aparente (η_a) vs. $1/T$ para purê de banana a temperaturas abaixo e acima de 100°C a uma taxa de deformação de 630.96 s⁻¹.

- A Figura 11 apresenta curvas de $\log L^*$ vs. tempo para cada temperatura

20 - A Figura 12 apresenta curvas de log tempo vs. temperatura para L^* de 56,20, curva de $F_0 = 3$ min para *Clostridium Botulinum* e região ótima de tratamento térmico.

Breve Descrição dos Anexos

- Anexo 1: Componentes para adequação do dispositivo às linhas de ar comprimido e água, e nas conexões entre os componentes e tubos do dispositivo.

5 - Anexo 2: Sistema de aquecimento por micro-ondas.

- Anexo 3: Gerador (a), absorvedor de onda refletida (b), guia de onda (c) e região de medida de potência de ondas transmitida e refletida (d) do sistema de aquecimento por micro-ondas.

10 - Anexo 4: Região para ajuste de impedâncias (a) e aplicador contínuo de micro-ondas (b) do sistema de aquecimento por micro-ondas.

- Anexo 5: Detalhe da região de aplicação de micro-ondas do sistema de aquecimento por micro-ondas, tubo de Teflon[®], termopar tipo T e isolamento térmico.

- Anexo 6: Controle do sistema de aquecimento por micro-ondas.

15 - Anexo 7: Medidores e indicadores de potência das ondas transmitida e refletida do sistema de aquecimento por micro-ondas.

- Anexo 8: Curto móvel do sistema de aquecimento por micro-ondas.

20 - Anexo 9: Vista da montagem dos medidores diferenciais de pressão na entrada e na saída dos capilares, ligados a linhas de entrada e de saída que interconectam os locais de medida de pressão na entrada e na saída dos capilares, respectivamente.

- Anexo 10: Transdutor de pressão Danfoss[®] e visão dos tubos capilares ao fundo à esquerda.

- Anexo 11: Aparelhos de aquisição de dados (MyPCLab®) fixados ao equipamento.

- Anexo 12: Visão geral do reômetro capilar definitivo.

- Anexo 13: Tanques de alimentação.

5 - Anexo 14: Bomba de deslocamento positivo.

- Anexo 15: Variador de frequência de rotação do motor da bomba de deslocamento positivo.

Descrição Detalhada da Invenção

A presente invenção trata-se de um dispositivo pressurizado aquecido
10 por sistema de micro-ondas capaz de aquecimento rápido e operação a temperaturas acima de 100°C sem ebulição da amostra.

Mais especificamente, o dispositivo possui duas modalidades preferenciais de uso, uma de reômetro capilar e outra de reator contínuo.

A modalidade reator contínuo é capaz de alcançar rapidamente altas
15 temperaturas, manter a temperatura do produto para sofrer tratamento térmico desejado e coletar amostras de produto para quaisquer outras análises que se fizerem necessárias. Funcionando como um reator (contínuo ou não), ele apresenta também flexibilidade para diferentes produtos, adequação de tempos desejados de tratamento térmico.

20 A modalidade reômetro capilar é capaz de realizar medidas de propriedades reológicas de produtos em uma ampla faixa de temperatura, incluindo temperaturas acima de 100°C.

O invento resolve o problema do efeito térmico no tempo de aquecimento do produto antes da medida de propriedades reológicas, ou antes de se iniciar o tempo de tratamento térmico da amostra a ser coletada para outras análises, além de propiciar medidas confiáveis às altas temperaturas de processo, sem que sejam necessárias extrapolações, que muitas vezes resultam em resultados errôneos.

Pode ser utilizado para a realização de análises cujos resultados podem subsidiar o desenvolvimento e dimensionamento de produtos e processos de forma otimizada, além de gerar dados para a literatura, que podem ser utilizados para diferentes finalidades.

O equipamento objeto desta patente pode ser utilizado também para simular processos industriais sem a influência do lag de temperatura que pode ser prejudicial no caso de análises de cinética, por exemplo.

O dispositivo pressurizado aquecido compreende:

- 15 - Tanques de alimentação de volume aproximado de 45 L (podendo variar de acordo com a necessidade do experimento) com válvula de abertura e fechamento de fluxo na saída (1);
- Bomba de deslocamento positivo (2);
 - inversor de frequência, e
 - 20 - rotor/estator.
- Meios de aquecimento por micro-ondas (3);
 - gerador de micro-ondas (9);
 - guia de onda (10);

- circulador de água (11);
- sistema para medida de potência das ondas transmitida e refletida (12) e (13);
- sistema para ajuste de impedâncias (14);
- 5 - aplicador contínuo de micro-ondas (15);
- tubo de escoamento de produto com fluxo ascendente (16);
- tubos capilares (4), e
- tubos para aplicação de micro-ondas.
- 10 - Meios para medida da queda de pressão (5);
- medidores;
- diferenciais de pressão;
- indicadores de pressão, e
- transdutor de pressão.
- 15 - Meios para medida de temperatura (6);
- termopares, e
- sistema de aquisição de dados.
- Válvula de contrapressão (7);
- Meios para resfriamento e recolhimento do produto (8);
- 20 - Tubo de retenção (18);
- Curto móvel (17);
- Manômetro;
- Meios para isolamento térmico, e

- Meios para adequação do dispositivo às de linhas de utilidades de ar comprimido e água.

O gerador e aplicador de micro-ondas (3) (Alter®, modelo SM745, 2450 MHz, 1900W, Itália) foi utilizado como sistema de aquecimento do produto a ser analisado e/ou processado.

O produto passa verticalmente através do guia de onda (região de aplicação (15)) do equipamento gerador de micro-ondas (3) de baixo para cima em um tubo (Teflon® (PTFE) (Megaflon®, de dimensões: 9,6 mm de diâmetro interno, 11,6 mm de diâmetro externo e 20 m de comprimento) (16) (Figura 2).

Os tubos para aplicação de micro-ondas podem ser selecionados entre quartzo, Teflon® ou de qualquer material que tenha propriedades dielétricas tais que permitam que ele seja transparente às micro-ondas, que não aqueça ou aqueça o mínimo possível quando sob o campo de micro-ondas, assim não reduzirá a eficiência da utilização da energia gerada pelo sistema de micro-ondas.

Os tubos de quartzo utilizados na construção do dispositivo possuem as seguintes dimensões: 10 mm de diâmetro interno, 12 mm de diâmetro externo e 120 mm de comprimento. As conexões flexíveis são de Teflon® com malha de aço inox.

Os tubos de Teflon® também foram utilizados para construção de outras regiões do dispositivo, devido à sua flexibilidade, disponibilidade e facilidade de montagem.

O dispositivo opera com vazão variável entre 0.5 L/h e 600 L/h, preferencialmente entre 0.5 L/h e 72 L/h, pressão variável entre 0 e 10×10^5 Pa e temperatura até 200°C. A amostra pode estar com uma temperatura inicial abaixo da temperatura ambiente e ser mantida refrigerada através de um banho termostático, por exemplo.

O dispositivo permite controle da vazão da bomba de deslocamento positivo (2) (Netzsch® tipo NM 011BY02S12B, Brasil) por meio de inversor de frequência de 10 a 60 Hz (Danfoss®, 1HP/0,75kW). Este sistema permite que uma vazão específica seja mantida constante durante o período de medida. A faixa de vazão varia de acordo com o conjunto rotor/estator utilizado. O sistema permite ainda controle de temperatura de aquecimento do produto na faixa de ambiente (opcionalmente refrigerado) a 200°C. Os limites de temperatura e pressão podem ser variáveis dependendo das pressões máximas suportadas pela bomba utilizada e características dos tubos, conexões e medidores.

A bomba é composta por rotores que podem ser trocados dependendo da faixa de vazão que se quer utilizar. E o inversor de frequência é um dispositivo eletrônico acoplado à bomba para operá-la variando a rotação do motor da bomba e, portanto, variando a sua vazão de trabalho.

O dispositivo compreende tubos (4) isolados intercambiáveis de diferentes diâmetros e comprimentos, para que possam ser aplicadas diferentes condições de processo de acordo com as propriedades de cada

fluido modelo ou real, de forma que o escoamento seja mantido sempre laminar, conforme requerido para análise reológica em tubos (Vitali e Rao, 1982; Brodkey, 1967; Toledo, 1991; Steffe, 1996).

Para construção dos capilares foram respeitados os comprimentos de entrada e saída que permitem o desenvolvimento completo do perfil de velocidade (Vitali e Rao, 1982, Rao e Rizvi, 1995; Rao, 1999a), uma vez que ao atingir esta condição o escoamento terá entrado em regime e não haverá turbulência na região de medida, o que acarretaria em oscilações da medida de pressão.

Os tubos capilares podem ser de cobre e de aço inox de diâmetros nominais de 1/8"; 3/16"; 1/4", 3/8"; 1/2". Foram feitos cálculos dos valores estimados para o comprimento, região de entrada e de saída de cada capilar, considerando-se os valores de referência (Vitali, 1981): 105 e 130 a relação entre comprimento e diâmetro da região de medida do capilar, 105 e 150 vezes o diâmetro interno como fator de entrada e 50 e 53 vezes o diâmetro interno como fator de saída. Os comprimentos dos tubos nas regiões de medida, de entrada e de saída foram dimensionados de acordo com as exigências das leis de mecânica dos fluidos.

Para o resfriamento foi utilizada uma serpentina de aço inox (dimensões: 6,5 m de comprimento e diâmetro 3/8" OD (6,5 m de comprimento e diâmetro 0,7 mm de diâmetro interno) imersa em banho com água corrente à temperatura ambiente (opcionalmente refrigerada ou uso de outra substância para troca de calor) (8).

Foram utilizados manômetros (Hidrotem[®], com faixas de pressão de 0 a 4; 0 a 7 e 0 a 10 kgf/cm² (0 a $3,9 \cdot 10^5$; 0 a $6,9 \cdot 10^5$, 0 a $9,8 \cdot 10^5$ Pa)) para monitoramento da pressão, preferencialmente 3 unidades. Um para a visualização da pressão na saída da bomba, um para a visualização da pressão de saída no final da linha dos capilares como uma indicação geral da pressão do sistema e em outros pontos de interesse com conexões rosqueadas de 1/8.

Os manômetros foram utilizados para leitura de pressão e instalados para um controle visual rápido da pressão e por medida de segurança, para que se possa visualizar no caso de a pressão aumentar muito de repente por motivos desconhecidos.

Os dois medidores diferenciais de pressão foram utilizados para a obtenção do valor de queda de pressão (perda de carga) ao longo dos capilares (5). Estes medidores diferenciais de pressão (Sensym[®], modelo MTP-103, faixas de pressão de 0 a 10 bar (0 a $10 \cdot 10^5$ Pa) e de 0 a 3 bar (0 a $3 \cdot 10^5$ Pa), saída de 4 a 20 mA, alimentação 24 Vcc).

Os indicadores de pressão conectados aos medidores são da marca Markare[®], modelo MKI-48.

A válvula de contrapressão (back-pressure) (7) instalada no final da linha é para manutenção da pressurização do dispositivo e para que o produto não entre em ebulição.

Termopares e sistema de aquisição de dados (6) para aquisição, registro e controle de temperatura foram utilizados:

- seis termopares tipo T blindados e quatro equipamentos de aquisição de dados com capacidade para 2 canais da marca MyPCLab[®], produzido no Brasil e software correspondente (MyPCLab[®]).

5 Os medidores diferenciais de pressão de faixa de 0 a 10 bar (0 a 10×10^5 Pa) e de 0 a 3 bar (0 a 3×10^5 Pa) foram instalados para medir a pressão da entrada e da saída do tubo capilar, respectivamente para a medida do valor de queda de pressão (perda de carga) ao longo dos capilares. Dois medidores podem ser utilizados desta forma ou apenas um pode ser utilizado, medindo a
10 diferença de pressão entre a entrada e a saída, dependendo das faixas de pressão de trabalho.

Para controle preciso da pressão de saída do dispositivo, foi instalado um transdutor de pressão com saída de sinal eletrônico (Danfoss[®], modelo MBS33-1821-1AB), faixa de pressão de 0 a 6 bar (0 a $6 \cdot 10^5$ Pa), alimentação
15 de 10 a 30 Vdc, saída de 4 a 20 mA, utilizado para medida de pressão no final da linha de distribuição dos capilares.

Para controle da temperatura foram instalados termopares tipo T localizados na entrada e na saída da região de aquecimento do produto e na entrada e na saída do tubo capilar (6). Com os aparelhos de aquisição de
20 dados (MyPCLab[®]), além dos dados de temperatura, os dados de pressão também são monitorados e gravados.

Os meios utilizados para isolamento térmico de cada tubo capilar do dispositivo foram os seguintes: mangueira de silicone (2,7 mm de espessura),

manta térmica de fibra de vidro e borracha (Dinnil® - 3,8 mm de espessura) e espuma isolante (K-Flex® - 12, 36 e 51 mm de espessura). As conexões foram cobertas com a espuma isolante (K-Flex® - 12 mm de espessura). Para evitar circulação de ar entre as camadas, foram utilizadas fitas adesivas metálicas para vedar totalmente as regiões onde poderia passar ar.

No anexo 1, são listados os componentes para adequação do dispositivo às linhas de ar comprimido e água, e nas conexões entre os componentes e tubos do dispositivo.

Medida de vazão

- 10 Dados de vazão podem ser obtidos através de coleta de produto em balão volumétrico, cronometrando-se o tempo. Ou podem também ser obtidos utilizando-se um medidor de vazão eletrônico em linha.

Protocolo para análise reológica no reômetro capilar e forma de operação do dispositivo

- 15 Os experimentos realizados no reômetro capilar são conduzidos a diversas temperaturas e vazões para cada produto.

- Especificar os parâmetros de temperaturas e vazões de trabalho na descrição experimental de cada caso.

- 20 O capilar utilizado depende das características reológicas de cada produto e das vazões de cada ensaio.

- Definir o(s) capilar (es) utilizado(s) em cada caso a partir de testes preliminares;

Para os testes preliminares:

- Fazer o produto fluir nos diferentes capilares a diferentes vazões, inicialmente a temperatura ambiente (em torno de 28°C).
- Observar então as pressões máximas atingidas no medidor de pressão instalado na saída da bomba, as pressões na entrada na saída da região de medida do capilar e a perda de carga (ΔP) ocorrida no capilar.
- Refazer os dois itens anteriores também na máxima temperatura de cada ensaio.
- A partir destes dados de pressão em função da vazão, do capilar (diâmetro e comprimento) e da temperatura, definir qual(is) o(s) tubo(s) a ser(em) utilizado(s) nas diferentes vazões e temperaturas, levando em consideração os seguintes fatores: pressão de saída da bomba, cujo valor máximo não deve ultrapassar o limite suportado pela bomba, pressões de entrada e saída do capilar, que não devem ter valores acima dos limites dos medidores; e a queda de pressão, que deve ter um valor mínimo não menor do que a precisão dos medidores diferenciais de pressão.

Ensaio reológico propriamente dito:

- Iniciar os ensaios a uma determinada temperatura e vazão.
- Registrar os dados experimentais: valores de pressão na saída da bomba (P_1), pressão na entrada do capilar (P_e), pressão na saída do capilar (P_s), pressão na saída da região dos capilares (P_2),

temperatura na entrada do aquecimento (T_{eq}), temperatura de saída do aquecimento (T_{saq}), temperatura de entrada no capilar (T_{cap}) e temperatura de saída do capilar (T_{scap}).

- Os valores de pressão registrados devem ser os que ocorrem quando o valor da temperatura de processo (TP) (média entre T_{cap} e T_{scap}) é igual à temperatura estabelecida para o ensaio.
- Para se obter a menor diferença de temperatura possível entre a entrada e a saída do tubo capilar e para que as pressões fiquem equilibradas, sem oscilação, as leituras somente devem ser realizadas quando o sistema estiver em regime, ou seja, quando as pressões e temperaturas para cada condição de processo estabelecida (temperatura e vazão) atingirem um valor de equilíbrio constante.
- Alterar então a vazão da bomba e/ou a potência do sistema gerador de micro-ondas para a realização das medidas nas demais vazões e temperaturas estabelecidas para a análise em questão.
- Na mudança de capilar, a tomada de pressão é facilmente comutável durante os experimentos. Os pontos de tomada de pressão de cada capilar foram interligados por uma linha, que leva a um tubo único de cada lado (maior e menor pressão), que são ligados aos dois lados dos medidores diferenciais de pressão. Sistemas de válvulas foram utilizados para se fazer a comutação

dos capilares e da tomada de pressão sem que o experimento fosse interrompido. Portanto, devem-se abrir as válvulas que permitem o fluxo do produto ao próximo capilar a ser utilizado e as válvulas que o ligam aos medidores diferenciais de pressão.

- 5 • Fechar então as válvulas de fluxo de produto do capilar que estava sendo utilizado anteriormente e as válvulas que o ligam aos medidores diferenciais de pressão.
- Prosseguir então com a análise no próximo capilar.

Tratamento dos dados

- 10 Com os dados de P_e e P_s , obtêm-se os valores de perda de carga no capilar (ΔP), a partir da equação 01.

$$\Delta P = P_s - P_e \quad [01]$$

A partir do cálculo do número de Reynolds (equações 2 e 3), deve-se assegurar que o escoamento é laminar.

- 15 Para se definir o regime de escoamento é necessário o cálculo do Número de Reynolds (Re), um adimensional que relaciona forças inerciais e forças viscosas. O escoamento de fluidos é caracterizado como laminar ($Re \leq 2100$), turbulento ($Re \geq 4000$) ou transição ($2100 \leq Re \leq 4000$).

Se o produto é Newtoniano, o Re é obtido a partir da equação 2.

20
$$Re = \frac{\rho D v}{\eta} \quad [2]$$

Onde: ρ – densidade, kg m^{-3}

v – velocidade, m s^{-1}

d – diâmetro interno da tubulação, m

η – viscosidade newtoniana, Pa s

No caso de fluidos não- Newtonianos, o Re é dado pela equação 3 (Reynolds Generalizado) (Kreith, 1977; Toledo, 1991; Rao & Rizvi, 1995; Steffe, 1996).

$$Re_g = \left(\frac{(v)^{2-n} D^n \rho}{8^{n-1} K} \right) \left(\frac{4n}{3n+1} \right)^n \quad [3]$$

Onde: ρ – densidade, kg m⁻³

v – velocidade, m s⁻¹

d – diâmetro interno da tubulação, m

n – índice de comportamento do fluido

K – índice de consistência, Pa s ^{n}

Nas equações 2 e 3, os valores das propriedades do produto devem ser à temperatura de processo.

Os valores da temperatura de processo (T_P); diâmetro e comprimento do tubo capilar; vazão e perda de carga (ΔP) são utilizados para o cálculo dos parâmetros reológicos, segundo equações 4 e 5.

A equação de Hagen-Poiseuille (Vitali, 1981, Steffe, 1996) para escoamento laminar isotérmico em tubos e comportamento Newtoniano é deduzida a partir das equações 04 e 05 que correspondem ao cálculo da tensão de cisalhamento e taxa de deformação, respectivamente.

$$\sigma = \frac{d \cdot \Delta P}{4 \cdot l} \quad [04]$$

$$\dot{\gamma} = \frac{32 \cdot \dot{V}}{\pi \cdot d^3} \quad [05]$$

Os cálculos do comportamento reológico ou viscosidade aparente são baseados nas equações de escoamento laminar isotérmico de Hagen-Poiseuille (equação 06) em tubos.

5 Sendo a viscosidade aparente a razão entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação:

$$\eta_a = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} = \frac{d \cdot \Delta P \cdot \pi \cdot d^3}{4 \cdot l \cdot 32 \cdot \dot{V}} \quad [06]$$

Onde: η_a – viscosidade aparente, Pa s

σ - tensão de cisalhamento, Pa

10 $\dot{\gamma}$ - taxa de deformação, s⁻¹

$\Delta P = P_1 - P_2$ – diferencial de pressão, Pa

l – comprimento do tubo, m

d – diâmetro interno da tubulação, m

$\dot{V}$ - vazão volumétrica, m³ s⁻¹

15 $\pi = 3,14$

Para fluidos não-Newtonianos a taxa de deformação precisa ser corrigida pelo índice de comportamento do fluido (n), a equação de Weissenberg-Rabinowitsch-Mooney com correção para o comportamento não-Newtoniano é apresentada por Brodkey (1967), Vitali (1981), Toledo (1991) e

20 Steffe (1996).

Para a correção do comportamento não-Newtoniano do modelo da Lei da Potência, a equação de taxa de deformação é (Steffe, 1996; Steffe & Daubert, 2006):

$$\dot{\gamma} = \left(\frac{3 \cdot n + 1}{4 \cdot n} \right) \cdot \frac{32 \cdot \dot{V}}{\pi \cdot d^3} \quad [07]$$

5 A partir destes dados, devem então ser avaliados e ajustados os modelos reológicos de interesse para o produto.

Modalidade reômetro capilar

Nos testes preliminares utilizaram-se água e soluções-modelo para colocar o dispositivo em funcionamento; verificação de existência de
10 vazamento, verificação do funcionamento dos medidores, indicadores, registradores, controles; para identificação de pontos frágeis; para definição da pressão máxima de trabalho; para elaboração do manual de funcionamento e para inicialização.

Foram realizados experimentos para conferir constantemente a
15 configuração do dispositivo. Estes foram utilizados para verificação da coerência dos resultados durante a montagem, ajuste dos capilares e da montagem para medida de queda de pressão com o medidor diferencial de pressão.

Foram utilizados três fluidos-modelo para teste durante a montagem e
20 para a validação final:

- Fluido-modelo 1: óleo mineral automotivo SAE 20W50 (Lubrax SJ® - Petrobrás).

- Fluido-modelo 2: soluções de sacarose a 63,5 e 64°Brix.
- Fluido-modelo 3: soluções de CMC.

Os protocolos abaixo descrevem como foram feitas as análises reológicas com alguns reômetros rotacionais para comparação de dados em
5 temperaturas até em torno de 90°C.

Análise reológica comparativa com reômetro rotacional MLW® Rheotest 2,1

Para as análises reológicas realizadas com o reômetro rotacional comercial foi utilizada a geometria de cilindros concêntricos.

Foram definidos para cada teste: o sistema de copo e cilindro a ser
10 utilizado, as temperaturas de ensaio e as velocidades de rotação aplicadas. Os valores de torque (α) foram obtidos como dados experimentais.

Os cálculos reológicos foram feitos a partir das dimensões do sistema escolhido, rotações, torque e temperatura utilizando-se o software Reocalc (Fukuzawa & Berto, 2006) que apresenta como resposta o modelo reológico
15 com os respectivos parâmetros. Utilizou-se o aplicativo do software que é baseado na teoria reológica de cilindros concêntricos.

Os modelos reológicos avaliados, que são especificados em cada caso, foram principalmente o Newtoniano e o modelo da Lei de Potência (Ostwald De Waele) (Steffe, 1996; Rao, 1999a). Para a influência da temperatura, ajustou-
20 se o modelo de Arrhenius (Steffe & Daubert, 2006).

Os resultados obtidos foram reogramas, parâmetros dos modelos reológicos ajustados e suas curvas em função da temperatura e os parâmetros de ajuste do modelo de Arrhenius.

Análise reológica comparativa com reômetro rotacional Brookfield®

Para as análises reológicas realizadas com o reômetro rotacional Brookfield® foram definidos para cada teste: o *spindle* a ser utilizado, as temperaturas de ensaio e as velocidades de rotação aplicadas de forma que se trabalhasse em uma faixa de rotação de 10 a 250 rpm e de torque de 5 a 90%.

Os valores de viscosidade aparente, taxa de deformação e tensão de cisalhamento foram obtidos como dados experimentais.

Os modelos reológicos avaliados, que são especificados em cada caso, foram principalmente o Newtoniano e o modelo da Lei de Potência (Ostwald De Waele) (Steffe, 1996; Rao, 1999a). Para a influência da temperatura, ajustou-se o modelo de Arrhenius (Steffe & Daubert, 2006).

Os resultados obtidos foram reogramas, parâmetros dos modelos reológicos ajustados e suas curvas em função da temperatura e os parâmetros de ajuste do modelo de Arrhenius.

Modalidade Reômetro testado com óleo mineral automotivo

Foram realizados testes preliminares utilizando-se o óleo mineral automotivo SAE 20W50 (Lubrax SJ® - Petrobrás).

Os ensaios foram realizados com o objeto da presente invenção na modalidade reômetro capilar pressurizado e com o reômetro rotacional MLW® Rheotest 2,1.

No reômetro capilar, objeto da presente invenção, os experimentos foram realizados segundo o protocolo descrito anteriormente a diversas vazões para o óleo à temperatura de 72°C. Foi utilizado o capilar de 1/8" OD.

No reômetro rotacional e comercial os experimentos foram realizados segundo o protocolo descrito anteriormente às temperaturas de 25, 50, 75 e 85°C.

O reograma obtido a partir do reômetro rotacional e a curva obtida a partir dos testes preliminares realizados com o protótipo do reômetro capilar são apresentados na Figura 4.

Na Figura 4, observa-se que os resultados foram coerentes, a partir da análise preliminar e aproximados das inclinações das curvas obtidas. Nota-se que a faixa de taxa de deformação no dispositivo da presente invenção foi maior no reômetro capilar comercial.

Modalidade Reômetro testado com solução de sacarose

Foram realizados testes preliminares utilizando-se soluções de sacarose a 64 e a 63,5°Brix. Os ensaios foram realizados com o objeto da presente invenção na modalidade reômetro capilar pressurizado e com o reômetro rotacional MLW® Rheotest 2,1.

No reômetro pressurizado, objeto da presente invenção, foram realizados dois experimentos: o primeiro realizado a diversas vazões para a solução de sacarose a 64°Brix à temperatura de 26°C e no segundo realizado a diversas vazões para a solução de sacarose a 63,5°Brix às temperaturas de 28,5 e 29°C. Nos dois casos foi utilizado o capilar de 3/16 pol OD.

No reômetro comercial os experimentos foram realizados segundo o protocolo descrito acima às temperaturas de 26, 40, 55 e 71°C no primeiro experimento e às temperaturas de 28,5 e 40°C no segundo experimento.

O reograma obtido no reômetro rotacional comercial, assim como a curva obtida no reômetro capilar no primeiro experimento (solução de sacarose a 64°Brix) são apresentados na Figura 5.

5 A partir de observação visual, notou-se que a inclinação das curvas obtidas a 26°C com os reômetros comercial e o da presente invenção apresentavam desvios, foi então confirmada a medida do diâmetro interno do capilar e foram feitos ajustes na linha de medida da queda de pressão para prevenir possíveis erros.

A Figura 6 apresenta o reograma obtido no reômetro rotacional, assim
10 como as curvas obtidas no reômetro capilar no segundo experimento.

Análise reológica de solução de sacarose a altas temperaturas utilizando-se a modalidade reômetro capilar pressurizado

Foi preparada uma solução de sacarose a 65°Brix através da dissolução de sacarose comercial (açúcar refinado) em água à temperatura de 70°C.

15 Utilizou-se no dispositivo uma faixa de potência entre 0 e 1000 W.

Após a região de aquecimento, o produto escoava para um sistema de válvulas que permite a comutação entre os capilares. O capilar utilizado no caso da solução de sacarose foi o de 1/16" (0,0010 m de diâmetro interno e 1,0 m de comprimento).

20 Após a região dos capilares, há uma serpentina de resfriamento em banho de água corrente à temperatura de 28°C. Existe uma válvula de contrapressão no final do resfriamento, para evitar que o produto entre em ebulição durante os testes a temperaturas acima de 100°C.

Foram realizados experimentos a diversas vazões a temperaturas de 60,5 a 130°C, conforme descrito no protocolo de análises reológicas.

Os dados foram modelados de acordo com o modelo Newtoniano (Steffe, 1996; Rao, 1999a).

Para avaliação do efeito da temperatura, utilizou-se a equação de Arrhenius (equação 07) para modelar a viscosidade em função da temperatura. A viscosidade Newtoniana em função da temperatura pode ser modelada através da equação de Arrhenius (Steffe & Daubert, 2006):

$$\eta = k_r \cdot \exp\left(\frac{E_a}{R \cdot T}\right) \quad [07]$$

- Onde:
- η – viscosidade newtoniana, Pa s
 - E_a – energia de ativação, (J mol⁻¹)
 - R – constante dos gases, (J mol⁻¹ K⁻¹)
 - T – temperatura absoluta, K
 - k_r – constante de proporcionalidade de reação

Os ensaios reológicos com o reômetro rotacional Brookfield® foram realizados na faixa de rotação de 10 a 250 rpm a temperaturas de 30, 45, 60, 75 e 87,3°C, utilizando-se o (*spindle*) número 18, conforme protocolo descrito anteriormente.

A curva de tensão de cisalhamento (σ) vs. taxa de deformação ($\dot{\gamma}$) para solução de sacarose a 65°Brix obtida no reômetro capilar é apresentada na Figura 7.

Os dados do parâmetro de viscosidade do modelo Newtoniano obtidos a partir de ensaio com o reômetro capilar, objeto da presente invenção, e com o Brookfield® são apresentados nas tabelas 1 e 2, respectivamente.

Tabela 1: Parâmetro de viscosidade do modelo Newtoniano para solução de sacarose a 65°Brix a partir de ensaio realizado no reômetro capilar

T	Viscosidade (Pa s)	R ²
60,5	0,022	1,000
70	0,015	0,994
85	0,010	0,957
100	0,006	0,975
110	0,004	0,993
125	0,003	0,816
130	0,002	1,000

Tabela 2: Parâmetro de viscosidade do modelo Newtoniano para solução de sacarose a 65°Brix a partir de ensaio realizado no reômetro rotacional Brookfield

T (°C)	Viscosidade (Pa s)	R ²
30	0.071	1,000
45	0.039	0,995
60	0.022	0,998
75	0.011	0,998
87	0.009	0,983

Para análise do efeito da temperatura, utilizou-se o modelo de Arrhenius para os dados experimentais.

A partir da figura 8, não se observa mudança na tendência de Arrhenius do comportamento reológico acima de 100°C.

Foi possível realizar análise reológica com a solução de sacarose a altas temperaturas utilizando-se o dispositivo da presente invenção. Os resultados mostraram que o fluido tem comportamento newtoniano. A análise da influência

da temperatura mostrou que o produto não sofre alterações no comportamento reológico acima de 100°C e continua seguindo a tendência da lei de Arrhenius.

Análise reológica de purê de banana a altas temperaturas utilizando-se a modalidade reômetro capilar pressurizado

5 O purê de banana esterilizado utilizado foi produzido em Registro – SP e cedido pela empresa N&N Polpas®. O purê apresentava 22°Brix; 77,2% de umidade b.u.; 19,5% carboidratos em massa; 1,18% fibras alimentares totais em massa, segundo dados fornecidos pelo produtor.

10 Após a região de aquecimento, o produto escoava para um sistema de válvulas que permite a comutação entre os capilares. O capilar utilizado no caso do purê de banana foi o de 1/8" (0,0022 m de diâmetro interno e 1,2 m de comprimento).

Com o reômetro rotacional comercial (MLW® Rheotest 2,1) foram realizados experimentos a diversas vazões (na faixa de $1,39 \cdot 10^{-7}$ a $1,22 \cdot 10^{-6}$ mL s⁻¹) a temperaturas de 26,5; 80; 100 e 110°C.

Os dados foram modelados de acordo com o modelo da Lei de Potência (Ostwald De Waele).

Para avaliação do efeito da temperatura na viscosidade aparente, utilizou-se a equação de Arrhenius (equação 08).

$$20 \quad \eta_{ap} = k_r \cdot \exp\left(\frac{E_a}{R \cdot T}\right) \quad [08]$$

Onde: η_{ap} – viscosidade aparente, Pa s

E_a – energia de ativação, (J mol⁻¹)

R – constante dos gases, (J mol⁻¹ K⁻¹)

T – temperatura absoluta, K

k_r – constante de proporcionalidade de reação

A curva de log da tensão de cisalhamento ($\log \sigma$) vs. log da taxa de deformação ($\log \dot{\gamma}$) obtida na presente invenção é apresentada na Figura 9.

5 Os parâmetros do modelo de Lei da Potência são apresentados na tabela 6.

Tabela 6: Parâmetros do modelo de Lei da Potência para purê de banana

T	K (Pa s ⁿ)	n	R ²
26,5	2,87	0,315	0,952
80	1,98	0,380	0,993
100	1,58	0,346	0,935
110	1,19	0,382	0,898

10 Os valores do índice de comportamento do fluido (n) confirmam que o produto tem comportamento pseudoplástico.

A figura 10 apresenta curvas de log de viscosidade aparente (η_a) vs. $1/T$ para purê de banana a temperaturas abaixo e acima de 100°C a uma taxa de deformação de 630.96 s⁻¹.

15 Pela análise da Figura 10, destaca-se a mudança de inclinação das curvas no ponto de 100°C, o que evidencia a hipótese de que extrapolações da equação de Arrhenius para valores acima de 100°C podem levar a resultados inesperados.

20 Ditchfield *et al.* (2004) também apresentou curvas que correlacionam a viscosidade aparente com a temperatura. Apresentou curvas a 10, 100, 300 e 600 s⁻¹. Para temperaturas acima de 100°C, houve uma diminuição drástica da

viscosidade aparente em torno de 110°C provavelmente devido a modificações estruturais do amido.

Foi possível realizar análise reológica com o purê de banana a altas temperaturas utilizando-se o reômetro capilar da presente invenção. Os resultados mostraram que o fluido tem comportamento pseudoplástico, como esperado e também evidenciaram que a história térmica do produto tem influência no comportamento reológico e que a caracterização de produtos quanto à formulação e forma de produção não deve ser desprezada.

A análise da influência da temperatura nas características reológicas do purê de banana mostrou um indicativo de que o produto sofre transformações acima de 100°C, evidenciando a importância de se saber as propriedades reológicas do produto na temperatura de processo para os cálculos de dimensionamento de tratamento térmico.

Modalidade reator

É utilizada a região de aquecimento por micro-ondas através de um guia de onda. Após a região de aquecimento, construiu-se um tubo de retenção isolado termicamente (dimensões ajustáveis), seguido de uma serpentina de resfriamento. Foi colocada uma válvula de contrapressão no final do resfriamento, para evitar que o produto entrasse em ebulição durante os testes a temperaturas acima de 100°C. Após a válvula de contrapressão e resfriamento há um tubo coletor por onde podem ser coletadas as amostras para análise da característica a ser estudada (Figura 3).

Para se obter dados cinéticos de escurecimento do purê de banana a altas temperaturas, este foi submetido a diferentes condições de tempo e temperatura. Estes dados foram utilizados para otimização do tratamento térmico do purê de banana com relação a escurecimento.

5 Otimização do tratamento térmico de purê de banana

Utilizou-se purê de banana preparado em planta piloto segundo as seguintes etapas:

Bananas (*Musa cavendish*) em grau de maturação 7 (Aurore et. al., 2009), como utilizado pela indústria, foram branqueadas em água a 90°C por 7 minutos e então resfriadas em banho de água corrente a 28°C por 7 minutos.

As frutas foram, então, descascadas e misturadas com ácido ascórbico (0,2% m/m) e ácido cítrico (0,5% m/m) e despoldadas em despoldador.

Em seguida o purê passou por um moinho coloidal e foi colocado em um tacho a vácuo para desaerar.

15 Foi então acondicionado em sacos plásticos a vácuo e armazenados em câmara fria a 5°C.

Para o tratamento térmico e análise cinética o equipamento construído foi utilizado como um reator. Foi utilizada a região de aquecimento por micro-ondas através de um guia de onda do equipamento. O sistema gerador de 20 micro-ondas funciona a uma frequência de 2450 MHz. Trabalhou-se na faixa de potência de 0 a 1000 W. O uso do micro-ondas permite um rápido aquecimento do produto.

Após a região de aquecimento, construiu-se e acoplou-se um tubo de retenção isolado termicamente (63 cm de comprimento e diâmetro interno de 10 mm) seguido de uma serpentina de resfriamento. As dimensões devem ser especificadas de acordo com os tempos de retenção com os quais será realizado o experimento

Há uma válvula de contrapressão no final do resfriamento, para evitar que o produto entre em ebulição durante os testes a temperaturas acima de 100°C. Após o resfriamento foi acoplada uma válvula e um tubo para coleta de amostras.

As amostras eram recolhidas em seringas de 100 ml. Em seguida, tubos de ensaio de fundo chato e com rosca eram preenchidos com o produto.

Para se obter dados cinéticos de escurecimento do purê de banana a altas temperaturas, este foi submetido a diferentes condições de tempo e temperatura de tratamento térmico.

Definiram-se as faixas de tempo e temperatura baseando-se em dados cinéticos de destruição de *Clostridium botulinum* e em tempos e temperaturas típicos da indústria.

Utilizando-se a equação abaixo, para um F_0 de 3 minutos, calculou-se a taxa letal. E considerando-se valores cinéticos genéricos de degradação de qualidade por cozimento ($T_R=100^\circ\text{C}$ e $Z=25^\circ\text{C}$), calcularam-se quais seriam os valores de "cooking", ou seja, tempo de tratamento térmico em minutos equivalente à temperatura de referência e, então, calcularam-se os tempos equivalentes de tratamento térmico.

Utilizaram-se então as temperaturas de 118, 123 e 128°C e tempos de 1,1; 3,6 e 4,6 minutos.

Para a medida de cor utilizou-se um colorímetro Minolta®, sistema CIELAB. A leitura era feita no fundo dos tubos das amostras (assegurou-se a
5 ausência de bolhas de ar ao se encher os tubos utilizando-se mangueiras de silicone adaptadas na ponta das seringas). Os tubos eram cobertos por uma espuma preta antes de cada leitura.

Para a construção das curvas de degradação térmica e otimização do tratamento térmico, baseou-se nas equações 9 e 10 e com os dados de
10 “escurecimento” L^* , foram construídas as curvas de $\log L^*$ vs. tempo para cada temperatura e de $\log$ tempo vs. temperatura para um valor aceitável de L^* próximo ao padrão.

Para a obtenção do valor de D, tanto de microrganismos como de fatores de qualidade, utiliza-se a equação 9 (Pflug, 1999):

$$\log N = \log N_0 - \frac{1}{D}t \quad [09]$$

Onde: t – tempo, min

N_0 – número inicial de microrganismos ou composto (parâmetro de qualidade)

N - número final de microrganismos ou composto (parâmetro de
20 qualidade)

D – tempo para que ocorra uma redução decimal no valor de N a uma dada temperatura constante, min

Para se analisar a influência da temperatura na destruição microbiana, outro parâmetro cinético importante é o valor z , que corresponde à variação de temperatura necessária para causar alteração de um ciclo logarítmico no valor de D (Stumbo, 1973).

5 Para a obtenção deste parâmetro, é construído um gráfico com os valores de $\log D$ a várias temperaturas e a curva obtida é a curva de resistência térmica (Stumbo, 1973; Pflug, 1999). O valor de z é obtido a partir do coeficiente angular da curva.

A equação 10 (Pflug, 1999) descreve a relação entre o valor de z e o
10 comportamento do valor D em função da temperatura (T):

$$\log D_2 - \log D_1 = \frac{1}{z} \cdot (T_1 - T_2)$$

[10]

Onde: D – tempo para que ocorra uma redução decimal no valor de N a
15 uma dada temperatura constante, min

z – variação de temperatura necessária para causar uma redução decimal no valor de D , °C

Após a construção das curvas de $\log L^*$ vs. tempo para cada temperatura e de $\log$ tempo vs. temperatura para um valor aceitável de L^*
20 próximo ao padrão, foi construído um diagrama ($\log$ tempo vs. temperatura) contendo as seguintes curvas de Z :

- curva teórica de destruição do microrganismo alvo (*Clostridium Botulinum*)

- curva de degradação do parâmetro sensorial L^*

Analisando-se o diagrama e conhecendo-se as características reológicas dos produtos na temperatura de processo (para correto dimensionamento do tubo de retenção), foi então definida a região ótima de
5 processo térmico (binômio tempo e temperatura) para o produto em questão.

O purê de banana obtido tinha 23°Brix e parâmetros de cor L^* , a^* b^* com valores de 60,78; -5,48 e 21,74, respectivamente.

O parâmetro estudado para a cinética neste caso foi o L^* . Porém percebeu-se que, além da diminuição do valor de L^* , houve diminuição da cor
10 amarela e aumento da cor vermelha, com o aumento da intensidade do tratamento térmico.

As Figuras 11 e 12 apresentam as curvas de $\log L^*$ vs. tempo para cada temperatura e de $\log$ tempo vs. temperatura para o valor aceitável de L^* de 56,20 ($\log L^* = 1,75$), segundo contato com fornecedor N&N Polpas®,
15 respectivamente. A Figura 12 apresenta ainda a curva de $F_0 = 3$ min para *Clostridium Botulinum* e a região ótima de tratamento térmico para este purê de banana, minimizando o escurecimento.

Para o purê de banana estudado, foi possível a obtenção da região ótima de tratamento térmico que minimiza o escurecimento ao nível desejado
20 segundo o fornecedor N&N Polpas®, assegurando segurança microbiológica. Segundo a figura 12, esta região compreende temperaturas de tratamento térmico acima de 123°C e tempos abaixo de 2 minutos.

A partir dos dados de cor obtidos e dos valores cinéticos D e Z para *Clostridium Botulinum* foi possível encontrar a região ótima de tratamento térmico para este produto, garantindo a segurança e reduzindo os danos térmicos no parâmetro de qualidade estudado em questão, cor L^* (escurecimento).

Foi possível, portanto, demonstrar o conceito HTST para obtenção de produtos seguros e com maior qualidade. Além disso, foi possível desenvolver e aperfeiçoar uma metodologia para encontrar a faixa ótima de trabalho (tempo e temperatura) para o produto (purê de banana) e parâmetro de qualidade (escurecimento) estudada. Esta metodologia tem potencial para ser aplicada para outros produtos e parâmetros.

Referências Bibliográficas

- ✓ Abdelrahim, K., Ramaswamy, H., (1995) High temperature/pressure rheology of carboxymethyl cellulose (CMC). Food Research International 28, 285-290.
- ✓ Ahmed, J., Ramaswamy, H.S., (2006) Viscoelastic and thermal characteristics of vegetable puree based baby foods. Journal of Food Process Engineering 29, 219-233.
- ✓ Ahmed, J., Shivhare, U., Raghavan, G., (2000) Rheological characteristics and kinetics of colour degradation of green chilli puree. Journal of Food Engineering 44, 239-244.

- ✓ Aurore, G., Parfait, B., Fahrasmane, L., (2009) Bananas, raw materials for making processed food products. *Trends in Food Science & Technology* 20, 78-91.
- ✓ Avila, I., Silva, C., (1999) Modelling kinetics of thermal degradation of
5 colour in peach puree. *Journal of Food Engineering* 39, 161-166.
- ✓ Barreiro, J., Milano, M., Sandoval, A., (1997) Kinetics of colour change of double concentrated tomato paste during thermal treatment. *Journal of Food Engineering* 33, 359-371.
- ✓ Bobbio, P. A. e Bobbio, F. O. (2001) Química do processamento de
10 alimentos. 3ª ed. São Paulo: Livraria Varela, 2001. 143.
- ✓ Bobbio, F.O., Bobbio, P.A., (2003) Introdução à química de alimentos. Livraria Varela.
- ✓ Brodkey, R., S. (1967). *The Phenomena of Fluid Motion*. Addison-Wesley Publishing Co., Reading, MA.
- 15 ✓ Chakrabandhu, K., Singh, R.K., (2005) Rheological properties of coarse food suspensions in tube flow at high temperatures. *Journal of Food Engineering* 66, 117-128.
- ✓ Cooper, A.R., Jeffreys, G.V., (1971) *Chemical kinetics and reactor design*. Oliver & Boyd.
- 20 ✓ Coronel, P., Van-Den Truong, J.S., Sandeep, K.P., Cartwright, G.D., (2005) Aseptic processing of sweetpotato purees using a continuous flow microwave system. *Journal of Food Science* 70, E531-E536.

- ✓ Dail, R.V., Steffe, J.F., (1990a) Dilatancy in starch solutions under low acid aseptic processing conditions. *Journal of food science* 55, 1764-1765.
- ✓ Dail, R.V., Steffe, J.F., (1990b) Rheological characterization of crosslinked waxy maize starch solutions under low acid aseptic processing
5 conditions using tube viscometry techniques. *Journal of food science* 55, 1660-1665.
- ✓ Ditchfield, C., Tadini, C., Machoshvili, I., Penna, T., (2006) Polyphenol oxidase and peroxidase thermal inactivation kinetics used as indicators for the pasteurization of acidified banana puree (*Musa cavendishii*, Lamb.). *Braz. J. Food Technol.* Preprint Serie 234.
10
- ✓ Ditchfield, C., Tadini, C.C., Singh, R., Toledo, R.T., (2004) Rheological properties of banana puree at high temperatures. *International Journal of Food Properties* 7, 571-584.
- ✓ Fellows, P.J., Oliveira, F.C., Rubensan, J.M., Nitzke, J.A., Thys, R.C.S.,
15 (2006) *Tecnologia do processamento de alimentos: princípios e prática*. Artmed.
- ✓ Fennema, O. R. (1976) *Principles of Food Science – Part I: Food chemistry*. New York: Marcel Dekker, 792.
- ✓ Fukuzawa, R. M., Berto, M. I. (2006) *Patente do software Reocalc*.
- ✓ Kreith, F., (1977) *Principios da Transmissão de Calor*. Edgard Blücher,
20 São Paulo.
- ✓ Kumar, P., Coronel, P., Simunovic, J., Sandeep, K., (2007) *Feasibility of Aseptic Processing of a Low Acid Multiphase Food Product (salsa con queso)*

Using a Continuous Flow Microwave System. *Journal of Food Science* 72, E121-E124.

✓ Kwok, K., MacDougall, D., Niranjan, K., (1999) Reaction kinetics of heat-induced colour changes in soymilk. *Journal of Food Engineering* 40, 15-20.

5 ✓ Lozano, J., Ibarz, A., (1997) Colour changes in concentrated fruit pulp during heating at high temperatures. *Journal of Food Engineering* 31, 365-373.

Pflug, I. J. (1999) *Microbiology and engineering of sterilization processes*. 10th ed. Minneapolis: Environmental Sterilization Laboratory.

✓ Rao, M., (1999a) *Rheology of fluid and semisolid foods: principles and applications*. Gaithersburg-Aspen.

✓ Rao, M., Cooley, H., Liao, H., (1999b) High temperature rheology of tomato puree and starch dispersion with a direct drive viscometer. *Journal of Food Process Engineering* 22, 29-40.

✓ Rao, M., Rizvi, S., (1995) *Engineering properties of foods*. Marcel Dekker.

✓ Steed, L., Truong, V.D., Simunovic, J., Sandeep, K., Kumar, P., Cartwright, G., Swartzel, K., (2008) Continuous flow microwave-assisted processing and aseptic packaging of purple-fleshed sweetpotato purees. *Journal of Food Science* 73, E455-E462.

20 ✓ Steffe, J.F., (1996) *Rheological methods in food process engineering*. Freeman Press.

✓ Steffe, J.F., Daubert, C.R., (2006) *Bioprocessing pipelines: rheology and analysis*. Freeman Press.

- ✓ Stumbo, C.R., (1973) Thermobacteriology in food processing.
- ✓ Toledo, R., (1991) Fundamentals of food process engineering. Aspen. Gaithersburg MD. p, 315-397.
- ✓ Vikram, V., Ramesh, M., Prapulla, S., (2005) Thermal degradation
5 kinetics of nutrients in orange juice heated by electromagnetic and conventional methods. Journal of Food Engineering 69, 31-40.
- ✓ Vitali, A., (1981) Comportamento reológico do purê de goiaba (*Psidium guajava* L.) em função da concentração e temperatura. São Paulo. 150p. Masters. Departamento de Engenharia Química–Escola Politécnica,
10 Universidade de São Paulo.
- ✓ Vitali, A., (1997) Thermal Properties in Food Sterilization. Chapter 6, pg 89-96, in Food Engineering 2000. ed. Fito, P.; Ortega-Rodríguez, E & Barbosa-Cánovas, G. Chapman & Hall.
- ✓ Vitali, A., Teixeira, R. T. N. (1996) Introdução à cinética de reação em
15 alimentos. Reações de transformação e vida de prateleira de alimentos processados 2, 2.1-2.13.
- ✓ Vitali, A.A., Rao, M., (1982) Flow behavior of guava puree as a function of temperature and concentration. Journal of Texture Studies 13, 275-289.

REIVINDICAÇÕES

1. Dispositivo pressurizado aquecido **caracterizado por** compreender os seguintes componentes:

- Tanques de alimentação (1);
- Bomba de deslocamento positivo (2);
 - inversor de frequência, e
 - rotor/estator.
- Meios de aquecimento por micro-ondas (3);
 - gerador de micro-ondas (9);
 - guia de onda (10);
 - circulador de água (11);
 - sistema para medida de potência das ondas transmitida e refletida (12) e (13);
 - sistema para ajuste de impedâncias (14);
 - aplicador contínuo de micro-ondas (15);
 - tubo de escoamento de produto com fluxo ascendente (16);
 - tubos capilares (4), e
 - tubos para aplicação de micro-ondas.
- Meios para medida da queda de pressão (5);
 - medidores;
 - diferenciais de pressão;
 - indicadores de pressão, e

- transdutor de pressão.

- Meios para medida de temperatura (6);

- termopares, e

- sistema de aquisição de dados.

5 - Válvula de contrapressão (7);

- Meios para resfriamento e recolhimento do produto (8);

- Tubo de retenção (18);

- Curto móvel (17);

- Manômetro;

10 - Meios para isolamento térmico, e

- Meios para adequação do dispositivo às de linhas de utilidades de ar comprimido e água.

2. Dispositivo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** fato dos tubos para aplicação de micro-ondas poderem ser selecionados entre quartzo, Teflon® ou de material com propriedades dielétricas tais que haja transparência às micro-ondas, que não aqueça ou aqueça o mínimo possível quando sob o campo de micro-ondas.

3. Dispositivo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** fato do dispositivo operar com vazão variável entre 0.5 L/h e 600 L/h, pressão variável entre 0 e 10×10^5 Pa e temperatura até 200°C.

4. Dispositivo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** fato dos tubos capilares (4) serem isolados e intercambiáveis.

5. Dispositivo, de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado pelo** fato dos tubos capilares poderem ser de cobre e de aço inox com diâmetros variáveis entre 1/8", 3/16", 1/4", 3/8" e 1/2".
6. Dispositivo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** fato do
5 meio para resfriamento do produto poder ser uma serpentina de aço inox imersa em banho com sustância para troca de calor.
7. Dispositivo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado por** compreender preferencialmente 3 manômetros com pressão variável entre 0 e 10 kgf/cm².
- 10 8. Dispositivo, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado pelo** fato dos manômetros fornecerem leitura de pressão da saída da bomba, da saída no final da linha dos capilares e pressão geral.
9. Dispositivo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado por** compreender preferencialmente 2 medidores diferenciais de pressão com
15 pressão variável entre 0 e 10 bar.
10. Dispositivo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado por** compreender preferencialmente 6 termopares tipo T blindados e quatro equipamentos de aquisição de dados com capacidade para 2 canais e software correspondente.
- 20 11. Dispositivo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** fato dos meios para isolamento térmico de cada tubo capilar compreender os seguintes componentes: mangueira de silicone, manta térmica de fibra de vidro e borracha, e espuma isolante.

12. Uso do dispositivo descrito nas reivindicações de 1 a 11 **caracterizado por** ser aplicado como reômetro capilar.

13. Uso do dispositivo descrito nas reivindicações de 1 a 11 **caracterizado por** ser aplicado como reator contínuo.

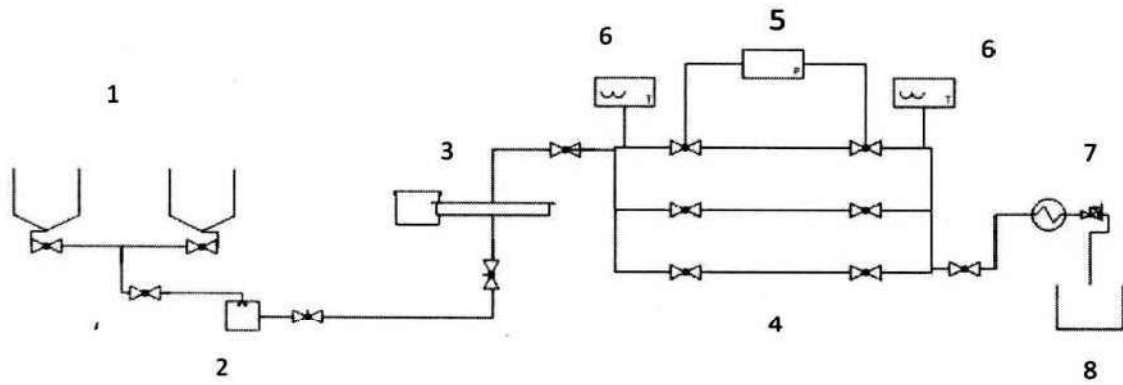


Figura 1

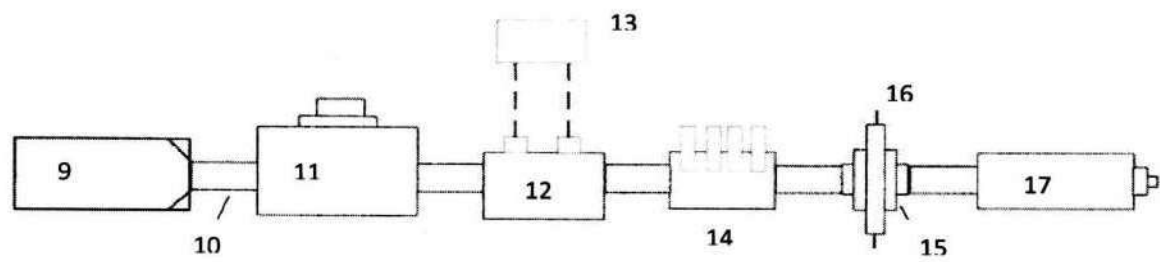


Figura 2

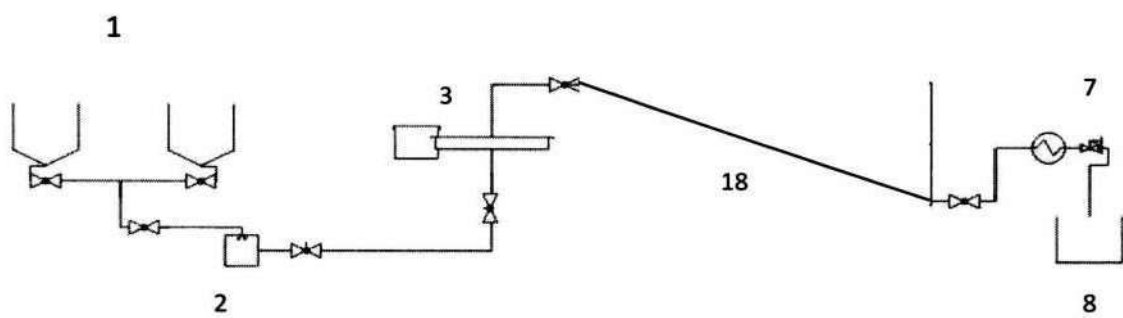


Figura 3

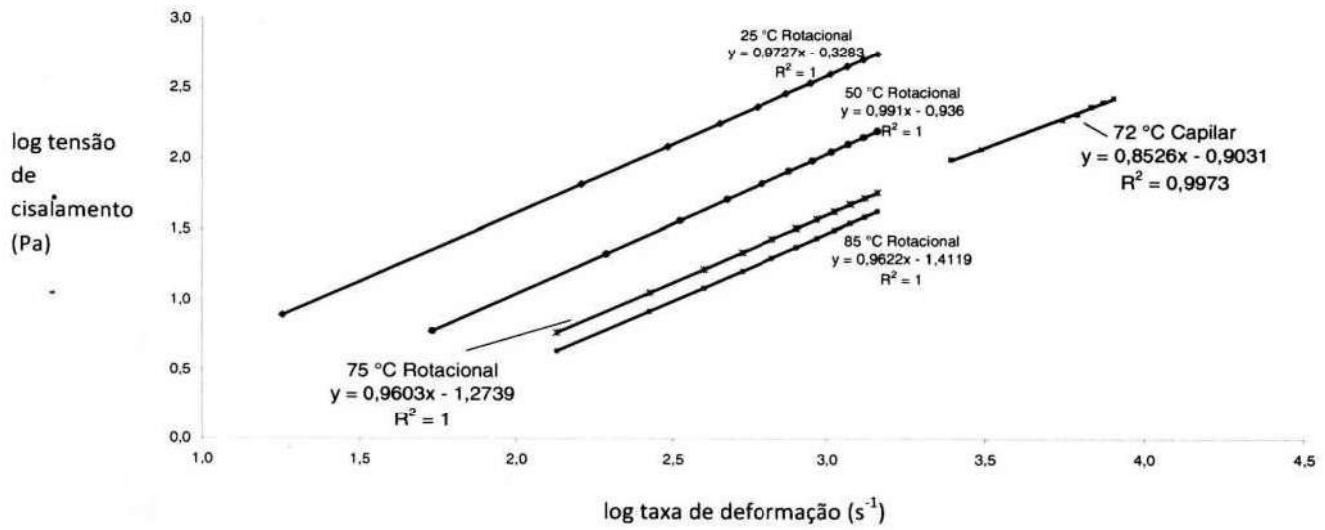


Figura 4

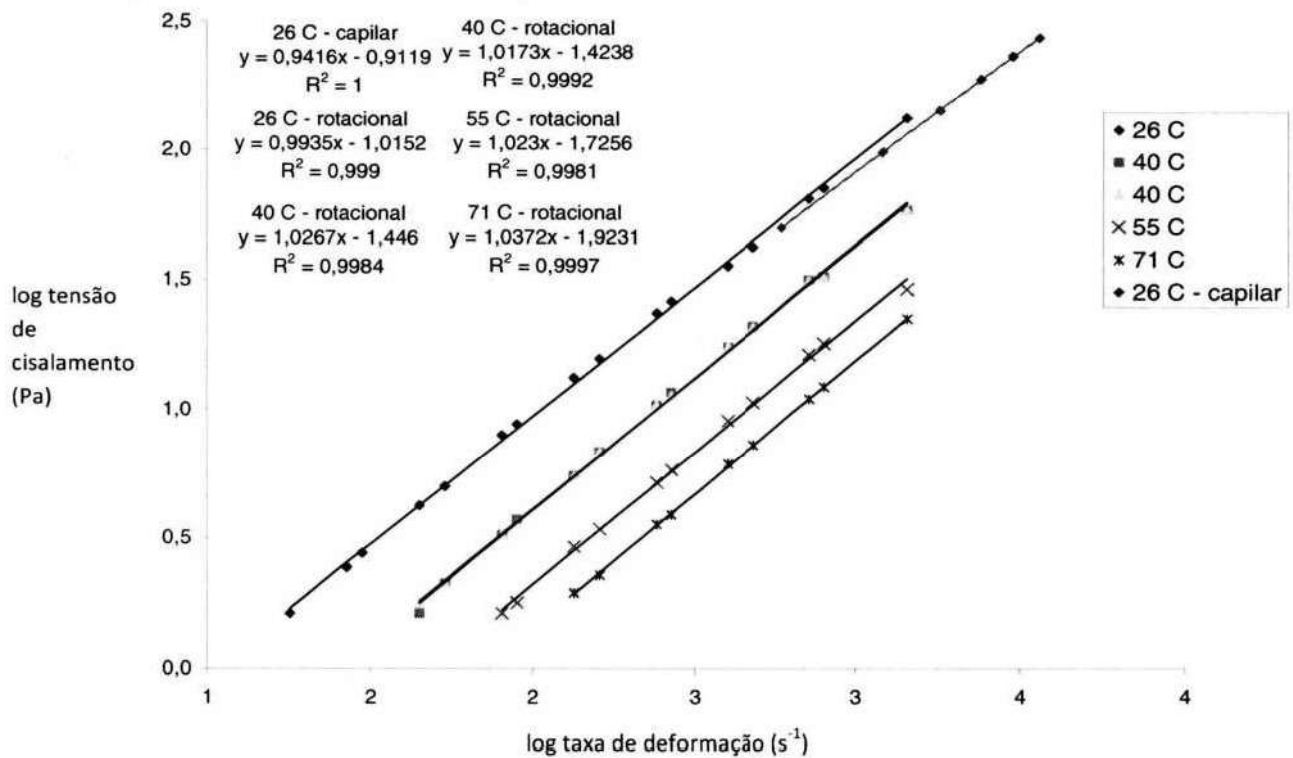


Figura 5

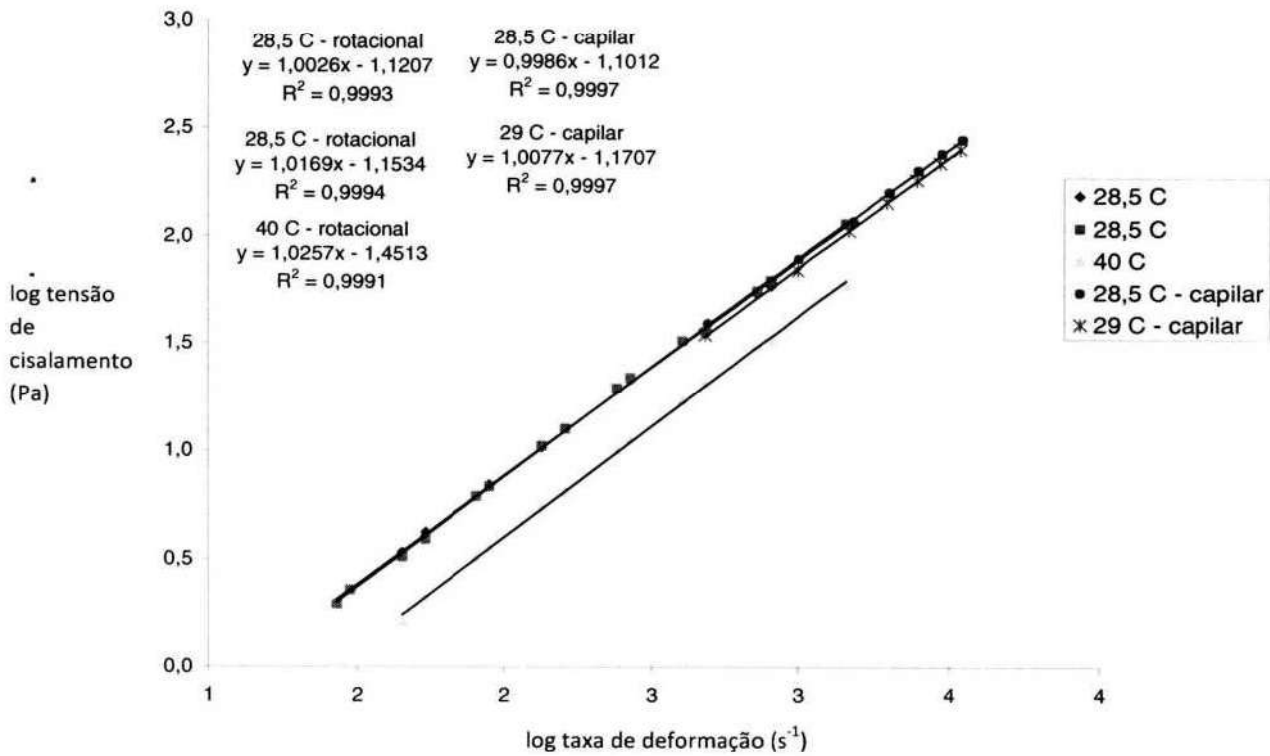


Figura 6

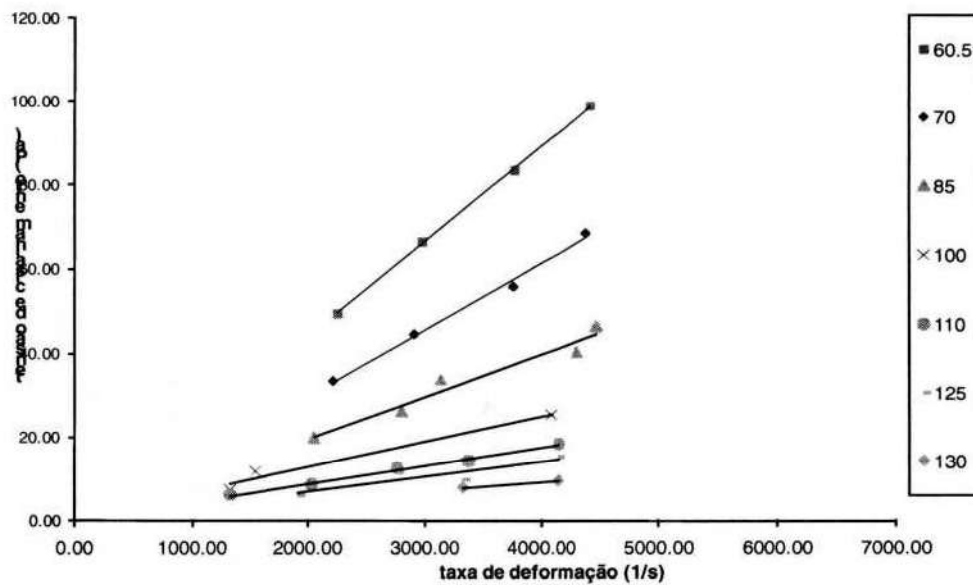


Figura 7

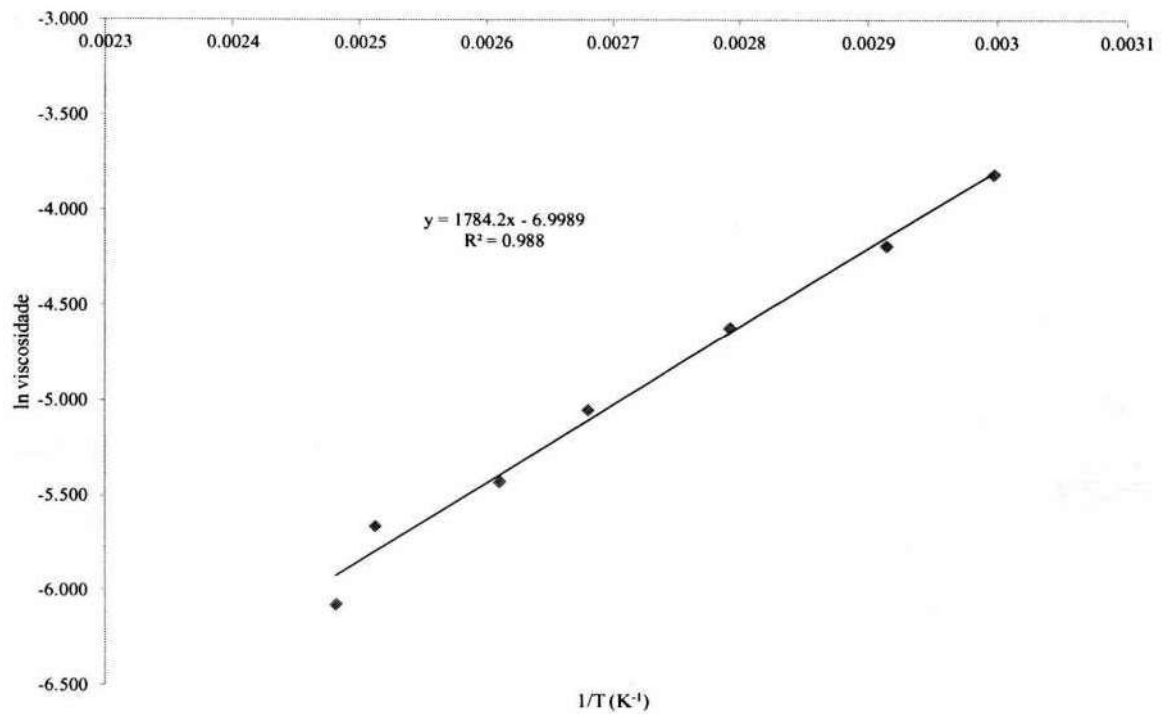


Figura 8

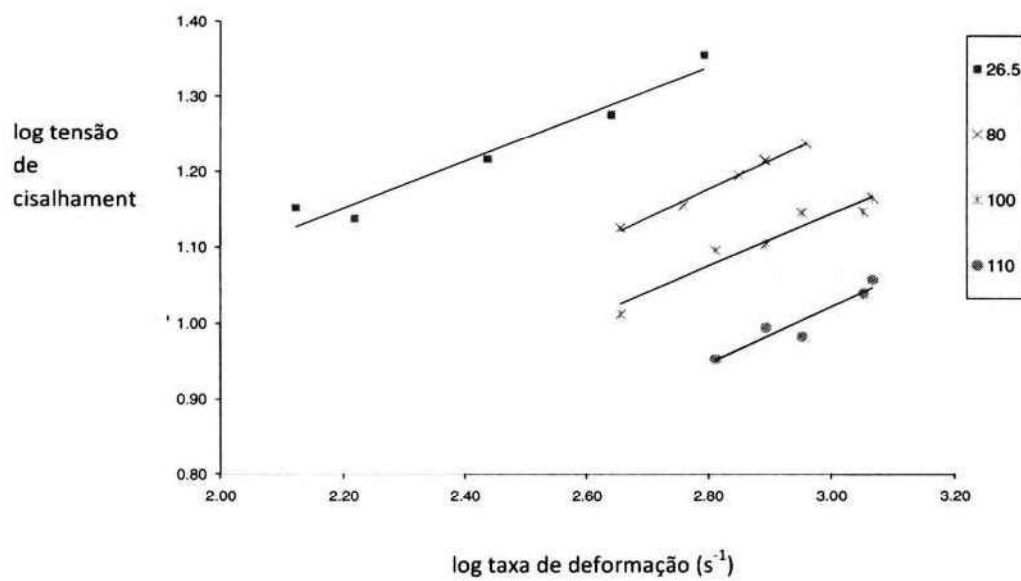


Figura 9

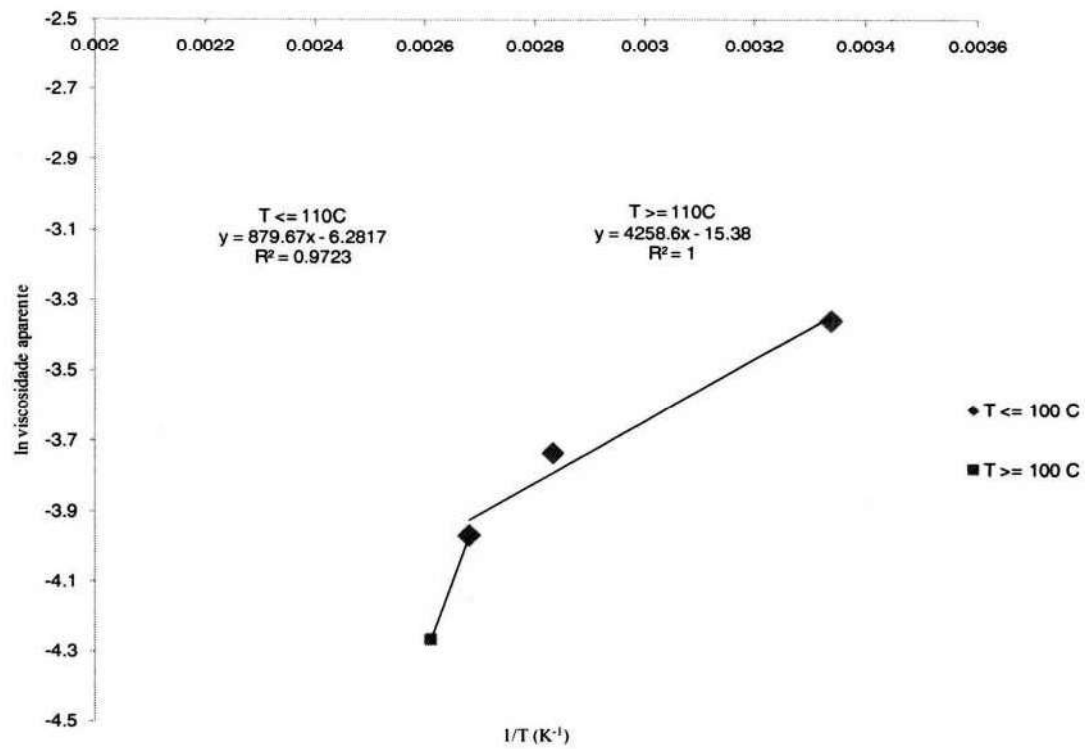


Figura 10

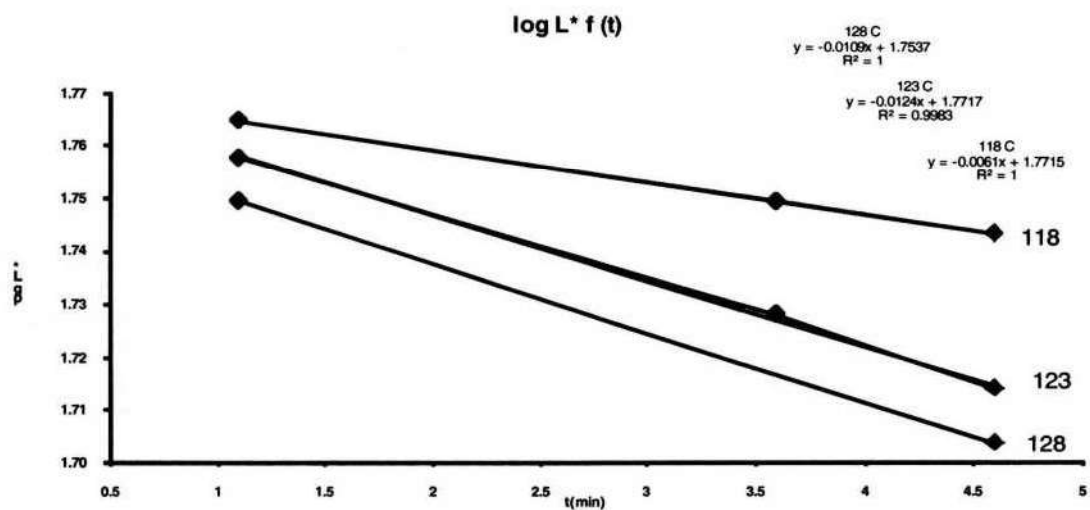


Figura 11

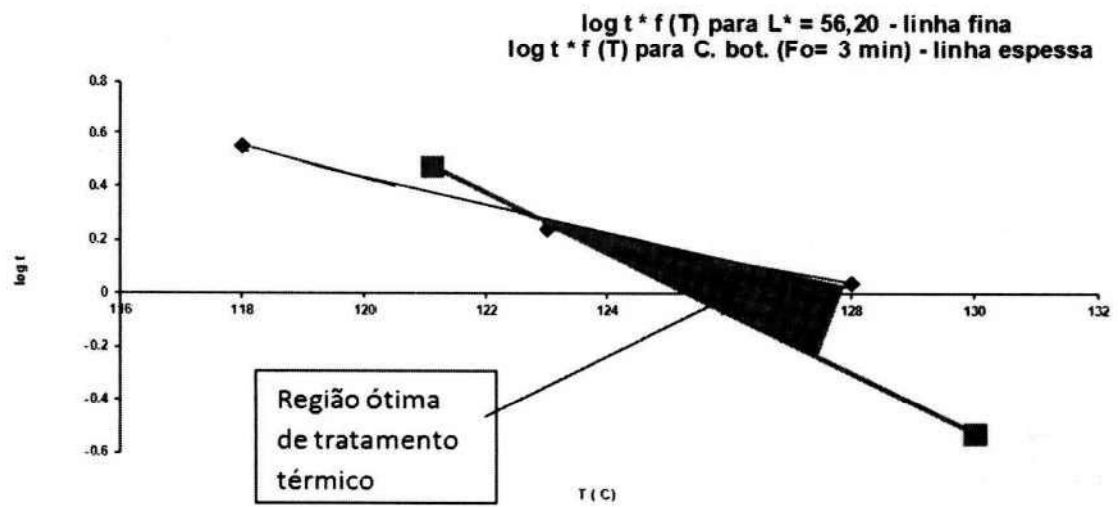


Figura 12