

SUELLEN JENSEN

**MODELAGEM E INVESTIGAÇÃO EXPERIMENTAL DOS PROCESSOS DE
SECAGEM E EXTRAÇÃO DE ERVA-MATE (*Ilex paraguariensis*)**

CURITIBA

2011

SUELLEN JENSEN

**MODELAGEM E INVESTIGAÇÃO EXPERIMENTAL DOS PROCESSOS DE
SECAGEM E EXTRAÇÃO DE ERVA-MATE (*Ilex paraguariensis*)**

Tese apresentada como requisito parcial
à obtenção do grau de Doutor. Programa
de Pós-Graduação em Tecnologia de
Alimentos – PPGTA – Setor de
Tecnologia, Universidade Federal do
Paraná.

Orientador: Prof. Everton Fernando
Zanoelo

Co-orientador: Prof. Luiz A. da Cruz
Meleiro

CURITIBA

2011

J54 Jensen, Suellen

Modelagem e investigação experimental dos processos de secagem e extração de erva-mate (*Ilex paraguariensis*). [manuscrito] / Suellen Jensen. – Curitiba, 2011.

117f. . : il. [algumas color.] ; 30 cm.

Impresso.

Tese (doutorado) - Universidade Federal do Paraná, Setor de Tecnologia, Programa de Pós-graduação em Tecnologia de Alimentos, 2011.

Orientador: Everton Fernando Zanoelo -- Co-orientado: Luiz A. da Cruz Meleiros

1. Erva-mate. 2. Erva-mate - Indústria. I. Universidade Federal do Paraná. II. Zanoelo, Everton Fernando. III. Meleiros, Luiz A. da Cruz. IV. Título.

CDD: 663.96

CRB/9 - 1585

LISTA DE SÍMBOLOS

SECAGEM

a	Área total de transferência de calor e massa por volume do leito, $m^2 m^{-3}$;
a_p	Área superficial das partículas, m^2 ;
C_{p_v}	Calor específico do gás de secagem, $J kg^{-1} ^\circ C^{-1}$;
C_{p_l}	Calor específico da água líquida, $J kg^{-1} ^\circ C^{-1}$;
$C_{p_{ss}}$	Calor específico sólido seco, $J kg^{-1} ^\circ C^{-1}$;
C_s	Coefficiente efetivo de transferência de massa, s^{-1} ;
ΔH_v	Entalpia de vaporização da água à pressão atmosférica, $kcal kg^{-1}$;
h	Coefficiente de transferência de calor, $W m^{-2} ^\circ C^{-1}$;
h_m	Coefficiente modificado de transferência de calor, $W kg^{-1} ^\circ C^{-1}$;
K	Coefficiente de transporte de massa, $kg m^{-2} s^{-1}$;
M	Umidade do sólido (erva mate) no tempo t , $kg kg^{-1}$;
M_0	Umidade da erva-mate, em base seca, na descarga do secador, $kg kg^{-1}$;
M_e	Umidade de equilíbrio da erva-mate em base seca, $kg kg^{-1}$;
M_i	Umidade inicial (na alimentação) da erva mate em base seca, $kg kg^{-1}$;
m_{ss}	Vazão mássica de sólido seco, $kg s^{-1}$;
t	Tempo, s;
T_s	Temperatura do sólido, $^\circ C$;
T_g	Temperatura do gás de secagem, $^\circ C$;
T_{si}	Temperatura das folhas na entrada, $^\circ C$;
T_r	Temperatura de referência, $^\circ C$;
u_c	Velocidade da correia, $m s^{-1}$;
u_g	Velocidade do gás de secagem, $m s^{-1}$;
UR	Umidade relativa do ar, $kg kg^{-1}$
V_s	Volume de sólido, m^3 ;
x	Posição ao longo do percurso da esteira, m;
α_n	Constantes empíricas;
ε	Porosidade;
$\varepsilon(t)$	Diferença entre o <i>set-point</i> e os dados virtuais;
ρ	Densidade da erva-mate, $kg m^{-3}$;

- ρ_{ss} Densidade sólido seco, kg m^{-3} .
 τ Tempo de residência no secador (s);

EXTRAÇÃO

- D Coeficiente de difusão da mistura soluto solvente no interior do sólido, m^2s^{-1} ;
 H Constante de Henry;
 k Coeficiente de transporte de massa, s^{-1} ;
 l Diâmetro médio das partículas do sólido, m;
 m_l Massa de solvente, kg;
 m_s Massa de sólido seco, kg;
 r Direção radial de difusão dos solutos no interior do sólido, m;
 R Raio, m;
 T Temperatura do fluido, $^{\circ}\text{C}$;
 t Tempo, s;
 X_l Fração de sólidos solúveis na fase líquida, kg Kg^{-1} ;
 X_{le} Fração de equilíbrio na fase líquida, considerando a totalidade dos sólidos extraída, kg Kg^{-1} ;
 X_{li} Fração de sólidos solúveis na fase líquida no início do processo, kg Kg^{-1} ;
 X_s Fração de sólidos solúveis retidos no sólido, kg Kg^{-1} ;
 δ Espessura do disco, m.

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1. Sensores comerciais de temperatura por infravermelho.	18
---	----

LISTA DE FIGURAS

- Figura 2.1. Produção brasileira de erva-mate *in natura* (barras brancas) (IBGE, 2002, 2004-2008) e cancheada (barras escuras) (SIDRA, 2010). Barras de erros unidas por linhas representam a quantidade estimada de erva-mate *in natura* com umidade de aproximadamente 50% (base úmida) em função da produção de erva-cancheada. 4
- Figura 2.2. Exportações brasileiras da erva-mate de janeiro de 1993 a dezembro de 2008 (PARANÁ, 2009). 6
- Figura 2.3. Fluxograma simplificado de manufatura da erva-mate para obtenção de matéria desidratada. 8
- Figura 2.4. Umidade média, durante um dia de operação, na descarga de treze secadores industriais contínuos rotatórios ou de esteira para folhas de mate (barras) com os respectivos desvios padrão (linhas) (Abitante, 2007). 14
- Figura 3.1. Diagrama esquemático do secador de bandejas empregado nos ensaios de aquecimento e secagem. 23
- Figura 3.2. Representação do extrator de laboratório utilizado nos ensaios. 25
- Figura 3.3. Esquema de uma planta real de um secador de esteira. 36
- Figura 3.4. Diagrama de blocos de um processo de secagem. 36
- Figura 4.1. Distribuição das medidas de velocidade do gás (ar) de secagem (símbolos) e a sua média (linha) no secador de bandejas utilizado para a obtenção dos dados experimentais. 40
- Figura 4.2. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 70 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com o modelo fenomenológico, sendo $M_i = 1,7$ (◇) e $M_i = 0,51$ (◆). 42
- Figura 4.3. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 70 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com a Equação (3.1), sendo $M_i = 1,7$ (◇) e $M_i =$ 42

0,51 (◆).

- Figura 4.4. Resíduos calculados com o modelo fenomenológico para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 70 °C. 43
- Figura 4.5. Resíduos calculados com a Equação (3.1) para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 70 °C. 43
- Figura 4.6. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 80 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com o modelo fenomenológico, sendo $M_i = 1,29$ (◇) e $M_i = 0,54$ (◆). 44
- Figura 4.7. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 80 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com a Equação (3.1), sendo $M_i = 1,29$ (◇) e $M_i = 0,54$ (◆). 44
- Figura 4.7. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 80 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com a Equação (3.1), sendo $M_i = 1,29$ (◇) e $M_i = 0,54$ (◆). 44
- Figura 4.8. Resíduos calculados com o modelo fenomenológico para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 80 °C. 45
- Figura 4.9. Resíduos calculados com a Equação (3.1) para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 80 °C. 45
- Figura 4.10. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 90 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com o modelo fenomenológico, sendo $M_i = 1,44$ (◇) e $M_i = 0,39$ (◆). 46
- Figura 4.11. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 90 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com a Equação (3.1), sendo $M_i = 1,44$ (◇) e $M_i = 0,39$ (◆). 46
- Figura 4.12. Resíduos calculados com o modelo fenomenológico e 47

para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 90 °C.

- Figura 4.13. Resíduos calculados com a Equação (3.1) para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 90 °C. 47
- Figura 4.14. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 100 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com o modelo fenomenológico, sendo $M_i = 1,65$ (◇) e $M_i = 0,14$ (◆). 48
- Figura 4.15. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 100 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com a Equação (3.1), sendo $M_i = 1,65$ (◇) e $M_i = 0,14$ (◆). 48
- Figura 4.16. Resíduos calculados com o modelo fenomenológico para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 100 °C. 49
- Figura 4.17. Resíduos calculados com a Equação (3.1) para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 100 °C. 49
- Figura 4.18. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 110 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com o modelo fenomenológico, sendo $M_i = 1,55$ (◇) e $M_i = 0,21$ (◆). 50
- Figura 4.19. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 110 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com a Equação (3.1), sendo $M_i = 1,55$ (◇) e $M_i = 0,21$ (◆). 50
- Figura 4.20. Resíduos calculados com o modelo fenomenológico para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 110 °C. 51
- Figura 4.21. Resíduos calculados com a Equação (3.1) para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 110 °C. 51

- Figura 4.22. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 120 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com o modelo fenomenológico, sendo $M_i = 1,51$ (\diamond) e $M_i = 0,14$ (\blacklozenge). 52
- Figura 4.23. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 120 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com a Equação (3.1), sendo $M_i = 1,51$ (\diamond) e $M_i = 0,14$ (\blacklozenge). 52
- Figura 4.24. Resíduos calculados com o modelo fenomenológico para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 120 °C. 53
- Figura 4.25. Resíduos calculados com a Equação (3.1) para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 120 °C. 53
- Figura 4.26. Comparação entre umidades iniciais experimentais (\diamond) e calculadas (linhas) pela Equação (3.1) com base na temperatura da superfície das folhas de erva-mate medidas em $\tau = 150$ s a uma temperatura de secagem de 70 °C. 55
- Figura 4.27. Comparação entre umidades iniciais experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) pela Equação (3.1) com base na temperatura da superfície das folhas de erva-mate medidas em $\tau = 150$ s a uma temperatura de secagem de 80 °C. 56
- Figura 4.28. Comparação entre umidades iniciais experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) pela Equação (3.1) com base na temperatura da superfície das folhas de erva-mate medidas em $\tau = 150$ s a uma temperatura de secagem de 90 °C. 56
- Figura 4.29. Comparação entre umidades iniciais experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) pela Equação (3.1) com base na temperatura da superfície das folhas de erva-mate medidas em $\tau = 150$ s a uma temperatura de 57

secagem de 100 °C.

- Figura 4.30. Comparação entre umidades iniciais experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) pela Equação (3.1) com base na temperatura da superfície das folhas de erva-mate medidas em $\tau = 150$ s a uma temperatura de secagem de 110 °C 57
- Figura 4.31. Comparação entre umidades iniciais experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) pela Equação (3.1) com base na temperatura da superfície das folhas de erva-mate medidas em $\tau = 150$ s a uma temperatura de secagem de 120 °C. 58
- Figura 4.32. Curvas experimentais (símbolos) e calculadas (linha sólida: modelo fenomenológico; tracejada: modelo empírico) de secagem a 70 °C. 59
- Figura 4.33. Curvas experimentais (símbolos) e calculadas (linha sólida: modelo fenomenológico; tracejada: modelo empírico) de secagem a 80 °C. 59
- Figura 4.34. Curvas experimentais (símbolos) e calculadas (linha sólida: modelo fenomenológico; tracejada: modelo empírico) de secagem a 90 °C. 60
- Figura 4.35. Curvas experimentais (símbolos) e calculadas (linha sólida: modelo fenomenológico; tracejada: modelo empírico) de secagem a 100 °C. 60
- Figura 4.36. Curvas experimentais (símbolos) e calculadas (linha sólida: modelo fenomenológico; tracejada: modelo empírico) de secagem a 110 °C. 61
- Figura 4.37. Curvas experimentais (símbolos) e calculadas (linha sólida: modelo fenomenológico; tracejada: modelo empírico) de secagem a 120 °C. 61
- Figura 4.38. Variações randômicas de umidade das folhas de erva-mate na alimentação (a) e de temperatura do gás de secagem (b). 63
- Figura 4.39. Controle inferencial de umidade na descarga de um 65

secador de esteira de erva mate considerando perturbações randômicas na umidade de alimentação apresentadas na Figura 4.38a.

- Figura 4.40. Controle inferencial de umidade na descarga de um secador de esteira de erva mate considerando perturbações randômicas na temperatura do gás de secagem apresentadas na Figura 4.38b. 66
- Figura 4.41. Cinética de extração de sólidos solúveis de erva-mate a $T=18^{\circ}\text{C}$ e $R=2,45\times 10^{-4}$ m. (\diamond): experimentos; linha contínua: modelo de equilíbrio; linha tracejada: modelo difusivo. 67
- Figura 4.42. Cinética de extração a $T=45^{\circ}\text{C}$ e $R=2,45\times 10^{-4}$ m. (\diamond): experimentos; linha contínua: modelo equilíbrio; linha tracejada: modelo difusivo. 68
- Figura 4.43. Cinética de extração de sólidos solúveis de erva-mate a $T=61^{\circ}\text{C}$ e $R=2,45\times 10^{-4}$ m. (\diamond): experimentos; linha contínua: modelo equilíbrio; linha tracejada: modelo difusivo. 68
- Figura 4.44. Cinética de extração a $T=80^{\circ}\text{C}$ e $R=2,45\times 10^{-4}$ m. (\diamond): experimentos; linha contínua: modelo equilíbrio; linha tracejada: modelo difusivo. 69
- Figura 4.45. Parâmetro de transporte do modelo de equilíbrio em função da temperatura. Valores calculados com a Equação (4.2) (Arrhenius) (linha) e ajustados aos dados de extração envolvendo partículas com $R=2,45\times 10^{-4}$ m (símbolos). 70
- Figura 4.46. Concentração de equilíbrio na fase líquida em função da temperatura. Valores calculados com a Equação (4.3) (Arrhenius) (linha) e ajustados aos dados de extração envolvendo partículas com $R=2,45\times 10^{-4}$ m (símbolos). 70
- Figura 4.47. Coeficiente de difusão em função da temperatura. Valores calculados com a Equação (4.4) (Arrhenius) (linha) e ajustados aos dados de extração envolvendo 71

partículas com $R=2,45 \times 10^{-4}$ m (símbolos).

- Figura 4.48. Cinética de extração de sólidos solúveis de erva-mate a $T=18^{\circ}\text{C}$ e $R=2,85 \times 10^{-4}$ m. (símbolos): experimentos; linha contínua: modelo de equilíbrio; linha tracejada: modelo difusivo. 72
- Figura 4.49. Cinética de extração a $T=45^{\circ}\text{C}$ e $R=2,85 \times 10^{-4}$ m. (símbolos): experimentos; linha contínua: modelo equilíbrio; linha tracejada: modelo difusivo. 73
- Figura 4.50. Cinética de extração de sólidos solúveis de erva-mate a $T=61^{\circ}\text{C}$ e $R=2,85 \times 10^{-4}$ m. (símbolos): experimentos; linha contínua: modelo de equilíbrio; linha tracejada: modelo difusivo. 73
- Figura 4.51. Cinética de extração de sólidos solúveis de erva-mate a $T=80^{\circ}\text{C}$ e $R=2,85 \times 10^{-4}$ m. (símbolos): experimentos; linha contínua: modelo de equilíbrio; linha tracejada: modelo difusivo. 74
- Figura 4.52. Concentração de equilíbrio na fase líquida em função da temperatura para experimentos com partículas de diâmetro médio igual a $5,7 \times 10^{-4}$ m. (símbolos): resultados experimentais; linha: equação de Arrhenius. 74
- Figura 4.53. Efeito da temperatura sobre os perfis experimentais (símbolos) e calculados (modelo de equilíbrio) de concentração de soluto na fase líquida ($R=2,45 \times 10^{-4}$ m). (\diamond) e linha contínua: $T=18^{\circ}\text{C}$; (\triangle) e linha tracejada: $T=45^{\circ}\text{C}$; (\circ) e linha com pontos: $T=61^{\circ}\text{C}$; (\square) e linha com traços longos: $T=80^{\circ}\text{C}$. 75
- Figura 4.54. Efeito do tamanho das partículas de erva-mate sobre os perfis experimentais (símbolos) e calculados (modelo de equilíbrio) de concentração de soluto na fase líquida a $T=61^{\circ}\text{C}$. (\diamond) e linha contínua: $R=2,45 \times 10^{-4}$ m; (\square) e linha tracejada: $R=2,85 \times 10^{-4}$ m. 76
- Figura 4.55. Efeito do tamanho das partículas de erva-mate sobre os perfis experimentais (símbolos) e calculados (modelo de 77

equilíbrio) de concentração de soluto na fase líquida a $T=80^{\circ}\text{C}$. (\diamond) e linha contínua: $R=2,45 \times 10^{-4}$ m; (\square) e linha tracejada: $R=2,85 \times 10^{-4}$ m.

Figura 4.56. Constante de Henry para as diferentes temperaturas investigadas, sendo (\diamond) dados experimentais e (linha contínua) dados calculados.

79

Figura 4.57. Comparação entre valores de difusividade da mistura soluto-solvente nas partículas de erva-mate obtidos a partir do modelo de equilíbrio (Equação 4.6) e difusivo (Equação 4.4).

79

ABSTRACT

The main aim of this work is to investigate experimentally and theoretically the drying of mate (*Ilex paraguariensis*) and the operation of extraction of soluble compounds from dehydrated leaves of this plant. The focus of drying is on the design of an empirical soft-sensor model to control the moisture content of mate leaves at the discharge of a virtual conveyor-belt dryer. This empirical model is applied to infer the unmeasured control variable based on virtual transient readings of temperature in the solid phase of the dryer. The inferential control uses a proportional-integral-derivative (PID) controller, which manipulates the conveyor speed to keep the outlet moisture content of mate leaves between 0.024 and 0.034 (dry basis). The parameters of the soft-sensor model were tuned on a set of around 2000 experimental data of surface temperature and moisture content of mate leaves. These results emerged from batch drying experiments carried out between 70 and 120 °C for up to 9600 s involving leaves with initial moisture content varying from 0.14 to 1.7 (dry basis). Open and closed loop responses of moisture content and temperature of the mate leaves were obtained by simulation with a dynamic model. It was represented by a system of two partial differential equations derived from an energy and a mass balance for water in the solid phase of the dryer. Based on these simulations considering arbitrary process disturbances, the reliabilities of the soft-sensor model and of the inferential control strategy were confirmed. Experiments of solid-liquid extraction were also carried out to investigate the kinetics of infusion of mate leaves in a batch extractor. The effect of temperature on the rate of extraction of soluble compounds was examined in the range of 18 to 80°C involving particles of mate with diameters between 4.9×10^{-4} and 5.7×10^{-4} m. In these operating conditions the calculated diffusion coefficients of soluble species were in the magnitude of $10^{-12} - 10^{-13} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$. The influence of the investigated factors and the kinetics of extraction were correctly reproduced with two simplified models for mass transport, which are classically reported in the literature to describe the change of solute concentration during solid-liquid extraction.

RESUMO

Os principais objetivos deste trabalho são investigar experimentalmente e teoricamente o processo de secagem de erva-mate (*Ilex paraguariensis*) e a operação de extração de compostos solúveis de folhas desidratadas desta planta. No que se refere à secagem, a investigação é focada no desenvolvimento de um sensor capaz de inferir a umidade das folhas na descarga de secadores de esteira contínuos, ou seja, a variável controlada do processo, de modo a permitir a aplicação de estratégias de controle adequadas para esta importante variável operacional. Um modelo empírico, baseado em leituras dinâmicas de temperatura da fase sólida do secador, é aplicado para estimar a umidade das folhas de erva-mate. A estratégia de controle inferencial envolve um controlador proporcional-integral-derivativo (PID), o qual manipula a velocidade da esteira para manter a umidade de descarga das folhas entre 0,024 e 0,034 (base seca). Um conjunto de aproximadamente 2000 resultados experimentais de temperatura e umidade foi empregado no ajuste dos parâmetros do modelo de inferência. Estes dados foram obtidos a partir de ensaios em secadores operando em batelada, onde folhas de erva-mate com umidades na faixa de 0,14 a 1,70 (base seca) eram submetidas à secagem com ar quente a temperaturas entre 70 e 120°C por intervalos de até 9600 s. Respostas de temperatura e umidade, em malha aberta e fechada, foram obtidas em um secador de esteira por simulação com um modelo dinâmico, o qual foi representado por um sistema de equações diferenciais parciais derivado de balanços de energia e de massa de água na fase sólida do secador. A validade do sensor virtual e da estratégia de controle inferencial foi confirmada com base nestas simulações, as quais consideravam perturbações aleatórias na temperatura e na umidade de alimentação. Experimentos de extração também foram realizados para investigar a cinética de infusão de folhas de erva-mate em extratores operando em batelada. O efeito da temperatura na taxa de extração de compostos solúveis foi examinado no intervalo de temperatura de 18 a 80°C envolvendo fragmentos de folhas de erva-mate com diâmetros equivalentes entre $4,9 \times 10^{-4}$ e $5,7 \times 10^{-4}$ m. Nestas condições de operação foram calculados coeficientes de difusão dos sólidos solúveis da ordem de $10^{-12} - 10^{-13} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$. A influência dos fatores investigados e a cinética de extração foram corretamente reproduzidas com dois modelos

simplificados de transporte de massa, classicamente reportados na literatura para representar a variação de fração mássica de sólidos solúveis em processos de extração.

SUMÁRIO

LISTA DE SÍMBOLOS.....	i
LISTA DE TABELAS	iii
LISTA DE FIGURAS	iv
ABSTRACT	xii
RESUMO.....	xiii
SUMÁRIO.....	xv
1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1 ERVA-MATE.....	3
2.1.1 Importância Sócio-Econômica.....	3
2.1.2 Processamento	7
2.2. CONTROLE DE SECADORES	11
2.2.1 Umidade de descarga em secadores de erva-mate.....	13
2.3. SENSORES.....	15
2.3.1 Sensores de Umidade.....	15
2.3.2 Sensores de Temperatura.....	17
2.4. EXTRAÇÃO SÓLIDO-LÍQUIDO.....	19
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	22
3.1 EXPERIMENTOS	22
3.1.1 Ensaio de Secagem e Transferência de Calor em Secador Operando em Batelada	22
3.1.2 Ensaio de Extração de Sólidos Solúveis em Extrator Batelada Utilizando Água como Solvente	24
3.2 MODELAGEM E SIMULAÇÃO	26
3.2.1 Modelo Empírico de Inferência.....	26
3.2.2 Modelo Fenomenológico	28
3.2.3 Solução das Equações Diferenciais do Modelo do Processo	32
3.2.4 Estratégia de Controle Inferencial	35
3.2.5 Modelos de Extração.....	37
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	40
4.1 VELOCIDADE DO GÁS NO SECADOR EM BATELADA.....	40

4.2 SECAGEM.....	40
4.2.1 Secagem e Transferência de Calor em Secador	40
4.2.2 Controle do Processo de Secagem.....	62
4.2 EXTRAÇÃO DE SÓLIDOS SOLÚVEIS EM ÁGUA.....	66
5. CONCLUSÕES	80
REFERENCIAS.....	82
ANEXO A	I
ANEXO B	III
ANEXO C	V

1. INTRODUÇÃO

O cultivo e a produção de erva-mate (*Ilex paraguariensis* Saint Hilaire) são atividades econômicas importantes no Brasil e na Argentina (Halloy e Reid, 2003; Zanoelo, 2005). Juntos estes países produzem cerca de 500.000 toneladas anuais de produto seco (Heck e De Mejia, 2007; IBGE, 2009, INYM, 2009). A produção mundial de chá preto e verde (*Camellia sinensis*) correspondia, no ano de 1996, a aproximadamente cinco vezes a quantidade mundial de erva mate desidratada mencionada anteriormente (Temple, 2000). A erva-mate seca é comercializada em mais de 70 países ao redor do mundo (Halloy e Reid, 2003), sendo que os principais mercados são a Argentina, Uruguai, Paraguai e sul do Brasil (Goldenberg, 2002). O produto é quase que exclusivamente destinado à preparação de bebidas não alcoólicas obtidas por infusão (Esmelindro *et al.*, 2002; Bastos *et al.*, 2006).

O processamento industrial de erva-mate é realizado por inúmeras empresas de pequeno e médio porte, e envolve inicialmente uma etapa de desativação enzimática das polifenoloxidasas naturalmente encontradas nas folhas *in natura*. Em seguida, o produto é submetido a um estágio de secagem em secadores rotativos e de esteira (Abitante, 2007; Benincá, 2009; Santos, 2009). Em ambas as operações, a umidade de saída é um parâmetro não controlado (Zanoelo, Abitante e Meleiro, 2008), com consequências importantes na qualidade do produto final e no consumo de energia do processo (Dufour, 2006; Mujumdar, 2006; Zanoelo, Abitante e Meleiro, 2008). A dificuldade de controle automático desta variável é atribuída ao custo excessivo, para os padrões do setor ervateiro, de sensores *on-line* de umidade de sólidos.

Dois fatores limitantes da cadeia produtiva de erva-mate, com fortes impactos na demanda e rentabilidade comercial, são prontamente identificados quando aspectos anteriormente reportados relacionados à tecnologia de processamento e comercialização são considerados. O primeiro ponto crítico é a falta de controle adequado durante as etapas de beneficiamento do principal parâmetro atrelado à qualidade (umidade do produto final) (Zanoelo, Abitante e Meleiro, 2008), enquanto que o segundo tem relação com o consumo restrito da erva-mate na forma de bebidas obtidas por infusão, apesar do vasto

potencial de exploração comercial de extratos para produção de fármacos, cosméticos e corantes (PARANÁ, 1993).

Neste contexto, os objetivos deste trabalho são propor uma estratégia automática e econômica de controle da umidade de erva-mate na saída de secadores de esteira a partir da temperatura das folhas em um tempo específico de processamento; e investigar o processo de extração de compostos solúveis para obtenção de extratos em pó, cujo potencial de aplicação se estende a diversos segmentos da indústria, com valor comercial muito superior ao de folhas desidratadas de erva-mate.

No que se refere ao processo de secagem, este estudo trata especificamente do desenvolvimento de um modelo de inferência para estimativa da umidade final de erva-mate em secadores contínuos de camada delgada, baseado em leituras de temperatura das folhas com termômetros de infravermelho. A validade do sensor virtual é verificada por simulação do comportamento dinâmico, em malha fechada, de um secador de esteira de erva-mate, frente a variações aleatórias na umidade de alimentação e na temperatura de secagem. O modelo matemático que descreve o secador é representado pelos balanços de energia e de massa do soluto na fase sólida do leito de secagem. Por sua vez, a investigação do processo de extração de compostos solúveis de erva-mate visa a obtenção de modelos fenomenológicos que representem corretamente perfis transientes de concentração de solutos em operações conduzidas a diferentes temperaturas e envolvendo sólidos com diferentes características granulométricas. A consistência dos modelos é determinada por comparação com resultados experimentais obtidos em ensaios de extração em batelada.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 ERVA-MATE

A erva-mate é pertencente à família Aquifoliácea, a qual envolve unicamente o gênero *Ilex*, onde estão classificadas aproximadamente 600 espécies. A planta apresenta porte semelhante ao de arbustos ou árvores de até 2,5 m, com folhas aproximadamente elípticas (Zanoelo, Di Celso e Kaskantzis, 2007), margens cerradas e textura coriácea (Carvalho, 2003). Embora seja uma espécie nativa da região subtropical da América do Sul (Sansberro, Mroginski e Bottini, 2000), com distribuição geográfica natural em uma área de 450.000 km² (Da Croce e Floss, 1999) dos territórios do Brasil, Argentina e Paraguai (Maccari Jr, 2005), a mesma pode ser encontrada em todos os continentes (Powell *et al.*, 2000; Cuénoud *et al.*, 2000). No Brasil, onde concentra-se 80% de sua área de ocorrência, a planta distribui-se nos estados do Mato Grosso do Sul, São Paulo, Paraná, Santa Catarina e Rio Grande do Sul (Abitante, 2007).

2.1.1 Importância Sócio-Econômica

A erva-mate é o sistema agrícola mais antigo do sul do Brasil e desempenha um importante papel sócio-econômico e ambiental (EMBRAPA, 2005). Sua exploração comercial foi facilitada e difundida por ser uma espécie pouco afetada por oscilações do clima, comparando-se com os cultivos em geral (Vidor *et al.*, 2002).

Os acervos do Censo Agropecuário e da Produção da Extração Vegetal e da Silvicultura Brasileira, disponíveis eletronicamente (SIDRA, 2010), apresentam registros históricos relacionados ao cultivo de erva-mate. A Figura 2.1 reporta dados (IBGE, 2002, 2004-2008; SIDRA, 2010) que demonstram dois períodos com características distintas no que se refere a produção de erva-mate no Brasil. Em particular, observa-se que até o ano de 2000 a média da produção era de aproximadamente 193 ± 25 mil toneladas anuais (considerados os dados reportados na Figura 2.1), enquanto que a partir de 2002 houve um incremento da atividade produtiva para um patamar que oscila entre aproximadamente 220 e 230 mil toneladas por ano. Estes números

confirmam a importância mundial do Brasil no que se refere a produção deste agroproduto, visto que no mesmo período a Argentina, considerada a maior produtora (Heck e De Mejia, 2007), oferecia ao mercado aproximadamente a mesma quantidade (entre 239 mil e 225 mil toneladas de produto seco nos anos de 2005 e 2006 (INYM, 2009), respectivamente). Dados adicionais, que indicam uma produção mundial de aproximadamente 500 mil toneladas por ano de erva-mate desidratada (Heck e De Mejia, 2007), colocam o Paraguai como terceiro maior produtor, responsável por quase a totalidade da diferença entre a produção global e as somas das quantidades produzidas pelo Brasil e Argentina.

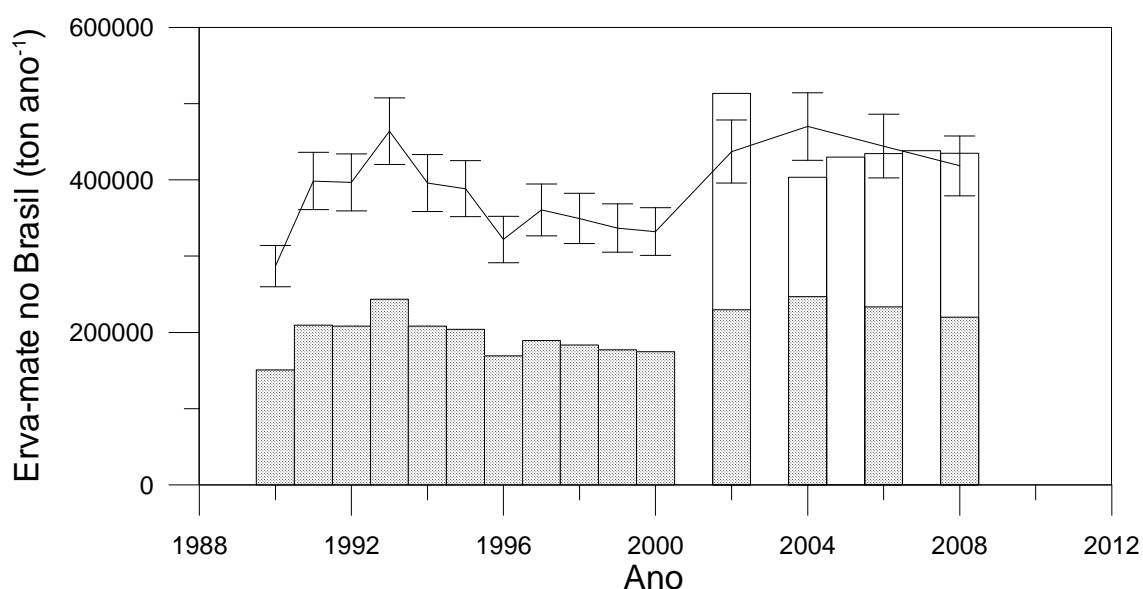


Figura 2.1. Produção brasileira de erva-mate *in natura* (barras brancas) (IBGE, 2002, 2004-2008) e cancheada (barras escuras) (SIDRA, 2010). Barras de erros unidas por linhas representam a quantidade estimada de erva-mate *in natura* com umidade de aproximadamente 50% (base úmida) em função da produção de erva-cancheada.

No cenário nacional, a região sul destaca-se como a maior produtora de erva-mate (Abitante, 2007), respondendo por cerca de 97% da produção. O cultivo explora uma área de 773 mil ha (Andrade, 1999) e envolve 180 mil propriedades agrícolas (PARANÁ, 1993; Vilcahuaman, 1999; Maccari Júnior, 2005) distribuídas em aproximadamente 596 municípios (Maccari Júnior, 2005), enquanto que o beneficiamento é realizado em cerca de 750 pequenas a

grandes empresas. Juntas, estas atividades geram aproximadamente 710 mil empregos diretos (EMBRAPA, 2005), com receita equivalente a R\$ 150-180 milhões (PARANÁ, 1993; Vilcahuaman, 1999, Lourenço *et al.*, 2000, EMBRAPA, 2005). Há de se destacar que dados de fontes oficiais (SIDRA, 2010) referentes aos anos de 2004 a 2009 revelam valores da produção de erva-mate da ordem de R\$ 76 a 103 milhões, os quais por serem relativamente diferentes dos valores de receita reportados anteriormente, possivelmente são exclusivamente pertinentes à atividade de cultivo, ou expressam informações mais recentes.

O aumento do impacto sócio-econômico da erva-mate é estreitamente vinculado a questão da comercialização. Atualmente, este produto é comercializado em mais de 70 países (Halloy e Reid, 2003), com destaque para os Estados Unidos, Oriente Médio (Cardozo Jr *et al.*, 2007) e Europa, onde, de acordo com Perez (2007), a Alemanha é o parceiro de maior expressão. A comercialização também tem aumentado nos países integrantes do Mercosul, especialmente envolvendo Uruguai e Chile (Penteado, lede e Leite, 2000).

De acordo com Halloy e Reid (2003), o comércio global deste produto movimentava cifras da ordem de US\$ 1 bilhão, porém a receita brasileira decorrente desta atividade (~ R\$ 150-180 milhões) corresponde a uma fração ínfima deste valor. Visto que o Brasil é responsável por aproximadamente 50% da oferta global de erva-mate, parece razoável imaginar que esta diferença não é devida ao volume de produção, mas sim ao valor da matéria bruta no mercado externo (folhas secas), ou a comercialização de produtos de maior valor agregado. O primeiro aspecto responsável pela baixa rentabilidade da erva-mate brasileira no cenário internacional parece ter sido observado pelos produtores e organismos governamentais, visto que em 2008 a Agência Brasileira de Promoção de Exportação e Investimentos (APEX) incentivou a criação da Associação Brasileira das Indústrias Produtoras de Erva-Mate (ABIMATE) (PARANÁ, 2009).

Dado o papel da APEX é natural que a proposta desta agência, em conjunto com a ABIMATE, seja promover a expansão do mercado do mate com base na análise dos indicadores de exportação da erva-mate (PARANÁ, 2009). A Figura 2.2 apresenta o histórico de comercialização externa da erva-mate

desde o ano 1993. Pode-se notar que até 2003 o volume exportado permaneceu em torno de 26 mil toneladas, o que com base em dados da Figura 2.1 corresponde a aproximadamente apenas 10% do volume total produzido no país entre 2004 e 2008. A Figura 2.2 evidencia que a partir de 2004 o volume exportado passou a aumentar, embora a passos lentos, demonstrando que bem antes da criação da ABIMATE houve um esforço do setor para promoção da exportação.

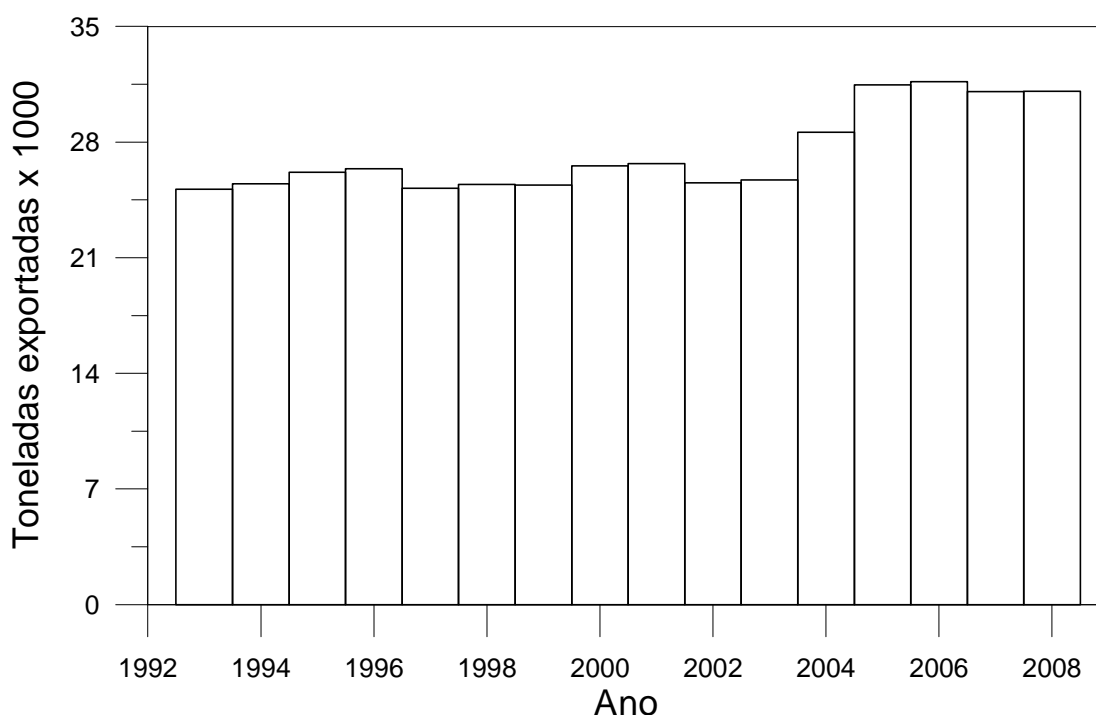


Figura 2.2. Exportações brasileiras da erva-mate de janeiro de 1993 a dezembro de 2008 (PARANÁ, 2009).

Embora o incremento do comércio externo esperado pela ABIMATE e APEX esteja apoiado em aspectos importantes da cadeia produtiva, como por exemplo, a capacitação dos empresários exportadores pelo planejamento organizacional da empresa, a identificação e o desenvolvimento de nichos de mercado, e a promoção das propriedades físico-químicas da erva-mate (PARANÁ, 2009), elementos importantes relacionados à tecnologia de processamento, vinculados ao objetivo desta investigação, foram negligenciados. Em especial destacam-se: *i*) a melhoria da qualidade do produto e redução do custo de operação a serem alcançados por padronização

da umidade de descarga da erva-mate; *ii*) a investigação e ulterior aplicação de tecnologias alternativas de processamento para desenvolvimento de produtos com valor agregado, como extratos solúveis em pó para a preparação de bebidas e essências (Bastos *et al.* 2007), os quais podem ser obtidos pelo processo de extração sólido-líquido, objeto deste estudo.

2.1.2 Processamento

A erva-mate *in natura* constituída por folhas, ramos inteiros e galhos da planta (Ramalho, Lovera e Schmalko, 2010) é submetida a várias operações industriais (Malheiros, 2007, López *et al.*, 2006) que são descritas simplificadaamente na Figura 2.3. O processo de manufatura visa essencialmente a obtenção de erva-mate desidratada e moída, características que aumentam a taxa de extração de compostos solúveis quando o produto é submetido a infusão para a preparação de chás. Na Figura 2.3 as operações de pré- e pós-processamento, assim como as de separação e moagem inseridas no ciclo principal de beneficiamento são consideradas de menor importância e não serão discutidas neste trabalho. Por sua vez, os estágios de desativação enzimática e secagem são associados a mudanças de características sensoriais do produto e grande demanda de energia (Zanoelo, Di Celso e Kaskantzis, 2007), aspectos vinculados a qualidade e custo do produto final. Além disso, um dos focos da presente investigação é o controle da umidade em secadores de erva-mate, sendo assim qualquer operação que envolva transferência de calor, e por consequência de massa, é de interesse e será explorada em detalhe.

A desativação enzimática é um processo simultâneo de tratamento térmico e pré-secagem que visa a inativação das enzimas peroxidases e polifenoloxidasas (Santos, 2009), assim como a redução de umidade das folhas *in natura* ($1,5 \pm 0,2$) para valores finais próximos a $0,33 \pm 0,11$ (base seca) (Zanoelo, Abitante e Meleiro, 2008). As enzimas citadas, naturalmente encontradas na erva-mate *in natura*, quando não tem sua atividade enzimática reduzida causam escurecimento das folhas e alteram o sabor das bebidas obtidas com o produto desidratado, normalmente conferindo amargor (Santos, 2009). O processo tradicional de desativação enzimática, conhecido no meio

industrial como sapeco, consiste no contato rápido entre folhas/ramos e uma chama decorrente da queima de madeira. Esta operação ocorre em cilindro metálico, giratório e inclinado. Um apanhado atualizado das dimensões características do equipamento, tempo de residência, temperatura dos gases de combustão em plantas industriais de desativação enzimática de diferentes fontes é disponível em Abitante (2007), Zanoelo, Abitante e Meleiro (2008), Benincá (2009) e Santos (2009).

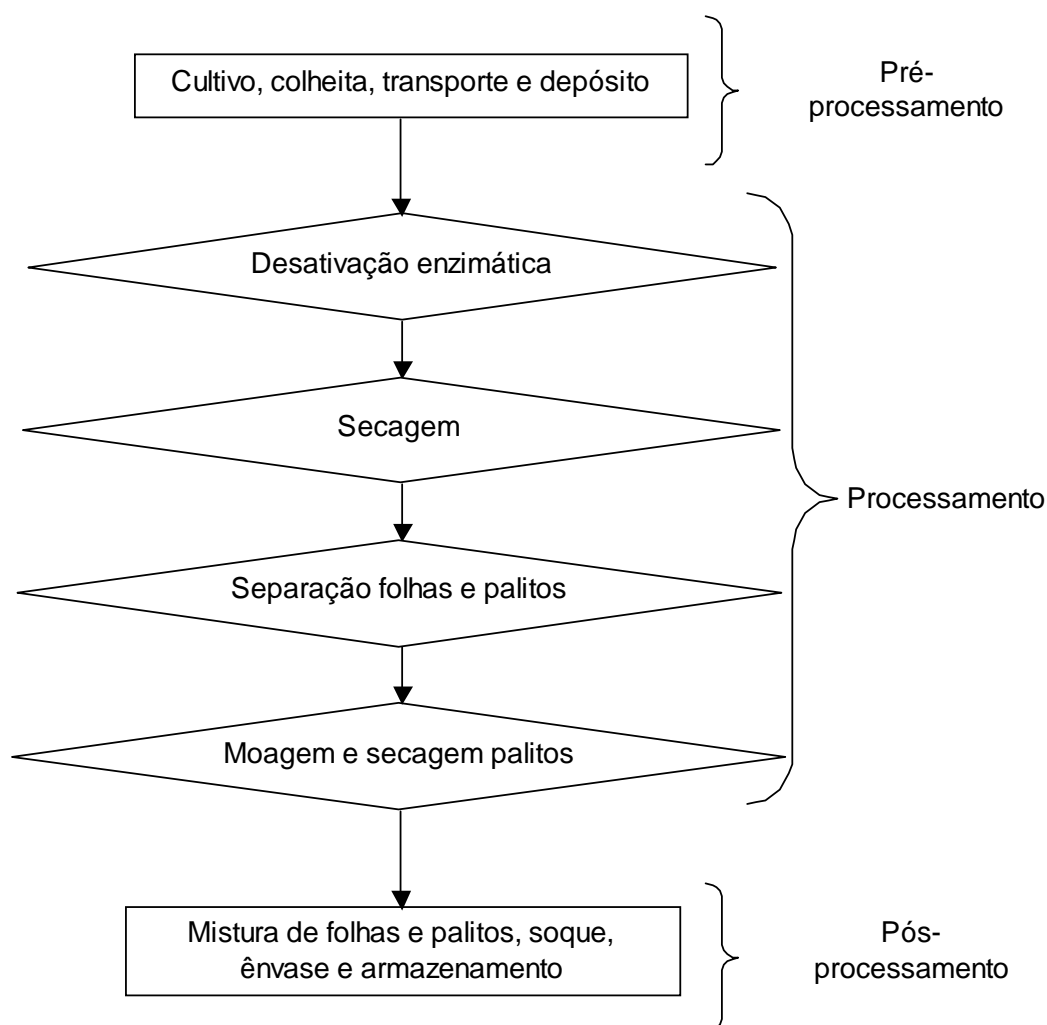


Figura 2.3. Fluxograma simplificado de manufatura da erva-mate para obtenção de matéria desidratada.

Uma investigação recente (Santos, 2010) analisa o binômio tempo-temperatura requerido para desativação das polifenoloxidasas, confirmando que tais enzimas são termosensíveis e apresentam baixas energias de

ativação para desnaturação térmica ($94,4 \text{ kJ mol}^{-1}$), o que demonstra que com condições relativamente brandas é possível desativação total das enzimas, sendo portanto desnecessário e pouco econômico a submissão do produto a temperaturas de 300 a 350 °C (Schmalko, Morawicki e Ramallo, 1997) ou da ordem de 400 a 600 °C (Nuñez e Känzig, 1995), alcançadas quando da combustão de lenha.

A matéria proveniente do equipamento de desativação enzimática é alimentada em um secador que reduz o teor de umidade das folhas a valores inferiores a 10% (Abitante, 2007), o que diminui a possibilidade de deterioração microbiológica e favorece a extração de compostos solúveis quando da utilização clássica do produto para preparação de infusões. De forma indireta a secagem também provoca diminuição de massa e volume, minimizando os custos com embalagem, armazenagem e transporte (Mujumdar, 2006). No caso particular da erva-mate, durante o processo de desidratação o transporte do soluto da matriz sólida para o fluido de secagem ocorre por difusão e convecção (Zanoelo, Di Celso e Kaskantzis, 2007).

Na operação de secagem são empregados frequentemente secadores contínuos rotativos ou de esteira. Nos secadores de esteira, objeto de investigação deste trabalho, ventiladores ou sopradores impelem o gás de secagem em sentido contracorrente, cocorrente ou perpendicularmente ao de deslocamento do material, o qual é transportado por uma esteira de tela metálica inserida em um túnel de secagem (Abitante, 2007). Os secadores de esteira multiestágios consistem em duas ou mais bandejas de metal perfuradas e unidas por rolamentos em série, de forma que a alimentação de sólido é feita na bandeja superior e a descarga na inferior (Temple, 2000; Abitante, 2007). Neste equipamento o gás de secagem é invariavelmente alimentado através da base das pilhas de esteiras, de forma que o material mais seco encontra o gás mais quente e seco, enquanto que o material transportado nas bandejas superiores é submetido a uma secagem com gás a temperatura menor (Abitante, 2007). Os secadores de esteira multiestágios são preferidos em relação aos que envolvem uma única esteira devido ao aumento da eficiência térmica e ao menor espaço requerido (Abitante, 2007). Embora a fluidização seja uma técnica de contato fluido-partícula que otimiza a operação de secagem devido ao aumento da área de transferência de calor e massa

(Zanoelo, 2007), os secadores de esteira utilizados na secagem de erva-mate na América do Sul normalmente operam como leitos fixos com alturas superiores a 0,5 m. Esta característica de operação requer tempos de residência do material no túnel de secagem que variam de 4 a 5 horas (Esmelindro *et al.*, 2002).

Embora os secadores de leito fluidizado apresentem taxas de secagem maiores do que as encontradas em secadores de leito fixo de camada espessa há de se considerar na escolha do regime de operação a dificuldade de fluidização devido a baixa esfericidade das partículas de erva, mesmo quando fragmentadas (Zanoelo, 2007). Além disso, as altas velocidades requeridas para fluidização (0,6 a 1,0 m s⁻¹) reduzem a eficiência térmica, visto que uma maior massa de fluido de secagem deve ser aquecida e alimentada no equipamento (Zanoelo, Di Celso e Kaskantzis, 2007; Zanoelo, 2007). Embora na investigação do processo de secagem de *Camellia sinensis* tenha sido observado um aumento de aproximadamente 60% do coeficiente de secagem quando um secador de camada delgada é substituído pelo de leito fluidizado (Temple e Van Boxtel, 1999), um regime alternativo que concilia moderadas taxas de secagem e alta eficiência é encontrado na secagem em leitos de camada delgada (Zanoelo, Di Celso e Kaskantzis, 2007). De qualquer forma, em operações industriais os secadores de erva-mate de esteira, e também rotativos, operam tipicamente com eficiências de aproximadamente 11%, o que equivale a um consumo médio de lenha de 2,2 toneladas por tonelada de erva-mate desidratada (Zanoelo, Di Celso e Kaskantzis, 2007).

Normalmente, independente do tipo de equipamento utilizado, o método de secagem de erva-mate envolve a injeção de gases quentes de combustão com temperaturas que variam entre aproximadamente 60 e 130 °C (Nuñez e Känzig, 1995; Schmalko, Scipioni e Ferreyra, 2005; Zanoelo, 2005; Zanoelo, Di Celso e Kaskantzis, 2007; Abitante, 2007). Valores externos a este intervalo de temperatura podem ser eventualmente reportados na literatura (Nuñez e Känzig, 1995; Schmalko, Scipioni e Ferreyra, 2005), porém são pouco usuais. Cabe ressaltar que a utilização de fumaça durante a secagem, obtida pela queima da madeira, pode comprometer parâmetros comerciais da erva-mate como cor, sabor e aroma, mas principalmente contribuir para o descontrole da umidade final do produto. Além disso, a possibilidade de formação de centelhas

devido à combustão incompleta da madeira é a principal causa de incêndios e explosões na indústria ervateira (Abitante, 2007). A erva-mate também pode ser desidratada em escala comercial por secagem convectiva empregando ar aquecido em trocadores de calor envolvendo vapor ou gases de combustão como fluido quente (Abitante, 2007). Embora alguns dos muitos problemas mencionados acima possam ser evitados por aplicação deste sistema de secagem, devido à presença do trocador a eficiência energética do processo é reduzida (Zanoelo *et al*, 2006).

Vários estudos importantes de modelagem, simulação e otimização da secagem de erva-mate validados por dados experimentais (Zanoelo, Di Celso e Kaskantzis, 2007; Zanoelo, 2007, Peralta e Schmalko, 2007), de obtenção de propriedades relevantes para investigação detalhada do fenômeno de secagem (Schmalko, Morawicki e Ramallo, 1997; Zanoelo, 2005; Zanoelo, Benincá e Ribeiro, aceito para publicação em 2010), e de propostas alternativas de processamento (Zanoelo, Cardozo-Filho e Cardozo-Júnior, 2006; Zanoelo, Abitante e Meleiro, 2008) são reportados na literatura.

2.2. CONTROLE DE SECADORES

O objetivo de qualquer processo industrial de secagem é o de disponibilizar um produto com qualidade a um custo mínimo de processamento (Mujumdar, 2006). A crescente preocupação das indústrias com estes aspectos intrinsecamente vinculados ao controle de umidade é atribuída a pressões de mercado e a contínua necessidade de adequação do produto a especificações legais (Kiranoudis, Maroulis e Marinos-Kouris, 1994; Fellows, 2006). Visto que o controle manual em operações de secagem é limitado, surgiram inúmeras tecnologias de controle automático de secadores (Ortega *et al.*, 2007), as quais serão descritas resumidamente a seguir com base no trabalho de revisão proposto por Mujumdar (2006).

Cabe destacar que independente da estratégia a ser adotada, a concepção de um sistema de controle compreende essencialmente as seguintes etapas: *i*) definição das metas de controle e identificação das variáveis mensuráveis; *ii*) determinação da configuração do sistema de controle; *iii*) escolha, localização e especificação dos sensores e equipamentos de controle; *iv*) ajuste do controlador (Mujumdar, 2006). Salvo casos atípicos, o

comportamento dinâmico dos secadores é comumente afetado por perturbações na umidade de alimentação do sólido, e na temperatura e umidade do gás de secagem, enquanto que as variáveis manipuladas são geralmente a taxa de fornecimento de calor ao secador, a vazão de alimentação de sólidos, a vazão de ar ou a velocidade do dispositivo mecânico que transporta o material (Mujumdar, 2006), como por exemplo, a velocidade de rotação do cilindro em secadores rotatórios ou a velocidade de rotação de uma rosca helicoidal em secadores de parafusos.

O controle por realimentação (*feedback*) é um dos mais classicamente empregados em secadores e opera por ajuste da variável manipulada após o efeito da perturbação ter sido sentido pelo sistema. O controle antecipatório (*feedforward*) é utilizado quando um controlador por retroação não apresenta um desempenho adequado. Isto geralmente ocorre quando o processo apresenta um tempo morto longo (demora de obtenção de alguma resposta do processo – medida de variável controlada). Neste sistema de controle, as perturbações são medidas e a ação de controle é tomada a fim de evitar que ocorram variações da variável controlada. Uma combinação das estratégias de controle acima reportadas é também empregada, sendo que nestes casos o controlador retroativo é utilizado para corrigir a ação do controlador antecipatório. Sistemas de controle baseados em modelos dinâmicos, conhecidos como MBC (Model-Based Control), envolvem um conjunto de estratégias, dentre as quais destacam-se; o controle inferencial, o controle de modelo interno (IMC=Internal Model Control), o controle de matriz dinâmica (DMC=Dynamic Matrix Control), e o controle preditivo (MPC=Model Predictive Control). O controle inferencial é utilizado quando a variável controlada não pode ser medida diretamente. Com o modelo do processo, juntamente com medidas *on-line*, são estimados os valores da variável controlada e a partir destes, as variáveis manipuladas são ajustadas de modo a manter a variável controlada no nível desejado. O IMC correlaciona os parâmetros do controlador e do modelo dinâmico de forma a alcançar determinadas respostas em malha fechada empregando-se um controlador por realimentação. A vantagem do IMC é que o mesmo promove um equilíbrio do desempenho e robustez do sistema de controle. O DMC utiliza um método de otimização para determinar um conjunto de valores da variável manipulada que minimize a diferença entre

o *set-point* e as respostas em malha fechada durante um certo período (futuro) de operação.

As estratégias citadas de controle têm sido empregadas em uma vasta variedade de secadores, como em leitos fluidizados (Panda, 1993; Al-Haj Ali, 2001; Abdel-Jabbar, Jumah e Al-Haj Ali, 2005), secadores batelada (Trelea, Trystram e Courtois, 1997), leitos de jorro (Corrêa, Corrêa e Freire, 2000), rotativos (Douglas *et al.*, 1992; Didriksen, 2000) e instantâneos (Shinsky, 1996; Altafini e Furini, 1997). Entretanto, um número limitado de esquemas é dirigido especificamente para secadores de esteira (van't Land, 1991; Kiranoudis, Maroulis e Marinos-Kouris, 1994; Kiranoudis *et al.*, 1995; Corazza, 1999), onde a umidade é geralmente mantida por manipulação da vazão de vapor (provavelmente de aquecimento), da vazão de entrada ou saída do gás de secagem. Uma estratégia alternativa de controle envolvendo este tipo de secador, aplicada para secagem de erva-mate, foi proposta por Zanoelo, Abitante e Meleiro (2008). Estes autores propuseram o emprego de um controlador PID para manter a umidade das folhas de erva-mate na descarga do secador entre 2,4 e 3,4 % (base seca). O aspecto inovador deste trabalho foi à utilização da velocidade da esteira como variável manipulada. Embora este procedimento tenha demonstrado resultados aceitáveis, assumiu-se a disponibilidade *on-line* de medidas da variável manipulada, o que não é facilmente implementado e envolve custos atualmente proibitivos para a indústria ervateira. Temple e van Boxtel (2000) propuseram uma estratégia de controle para secagem de *Camellia sinensis* em secadores de esteira de leito fluidizado, baseada na determinação da umidade por inferência, a partir de leituras de temperatura do ar de exaustão do secador, e manipulação da temperatura do ar de alimentação. De acordo com Arjona, Ollero e Vidal (2005), o controle inferencial do secador com base na temperatura do gás é um aspecto favorável do esquema de controle, visto que o tempo morto característico de processos de secagem é reduzido nestas condições.

2.2.1 Umidade de descarga em secadores de erva-mate

Na indústria ervateira, o controle manual é exclusivamente empregado, e é baseado no julgamento do operador, o qual estima a umidade de forma

empírica (Zanoelo, Abitante e Meleiro, 2008), com base no aspecto retorcido e quebradiço das folhas, e no aroma do produto. Não existe registro de controle automático no setor ervateiro, ainda que as indústrias mais modernas disponham de um sistema eletrônico de ajuste da velocidade das esteiras em substituição a forma arcaica de alterar as condições de secagem por manipulação da temperatura de secagem.

Como já mencionado, nas etapas de processamento deve-se levar em consideração que o produto final necessita encontrar-se adequado aos parâmetros legais. No caso da erva-mate, a Agência Nacional de Vigilância Sanitária, em 2002, por meio de uma Resolução da Diretoria Colegiada – RDC nº 302 estabeleceu o Regulamento Técnico para a Fixação de Identidade e Qualidade da erva-mate. Esta resolução estabelece um teor de umidade máximo de 10 g de água para 100 g de material vegetal total, ou seja, 10% de umidade no produto após processamento (BRASIL, 2002). Porém, esta resolução foi revogada pela RDC nº 277 de 2005 (BRASIL, 2005), a qual não especifica o teor de umidade para este produto. A inexistência de uma legislação atual específica sobre o assunto contribui para a falta de padronização da erva-mate no que se refere ao quesito umidade. Dados de umidade média da erva-mate na descarga de secadores em diferentes indústrias da região sul do Brasil obtidos por Abitante (2007) e reportados na Figura 2.4 evidenciam este descontrole.

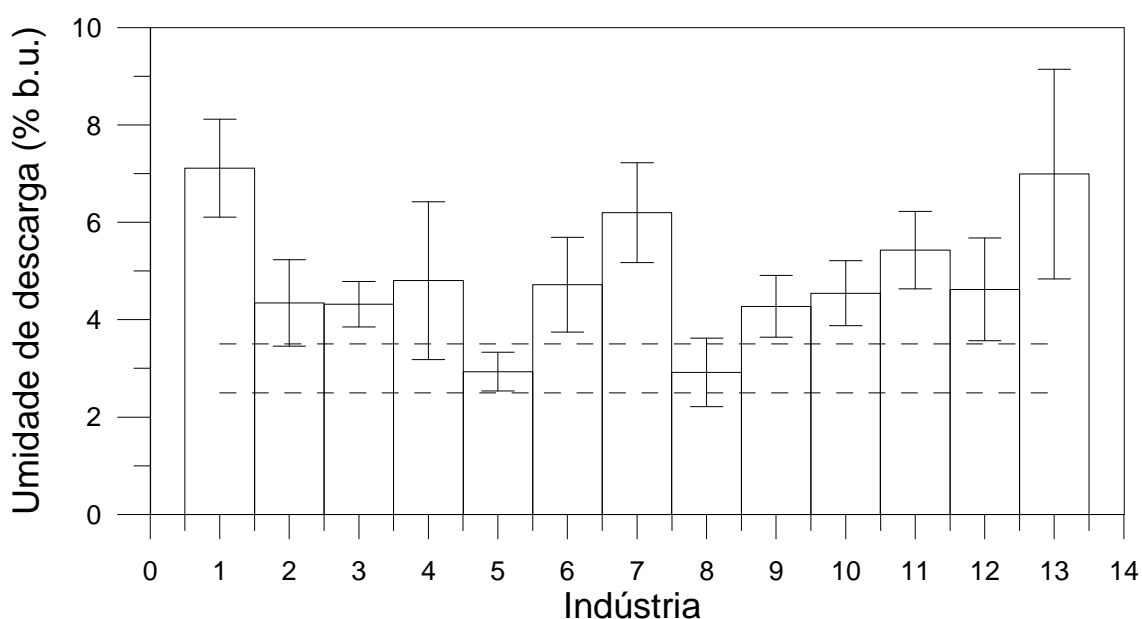


Figura 2.4. Umidade média, durante um dia de operação, na descarga de treze

secadores industriais contínuos rotatórios ou de esteira para folhas de mate (barras) com os respectivos desvios padrão (linhas) (Abitante, 2007).

As características das bebidas produzidas a partir da erva-mate são semelhantes às dos chás preto, verde e branco, obtidos a partir do processamento da *Camellia sinensis*. Visto que este produto é amplamente comercializado em todo o mundo, competindo com a erva-mate, é natural que na ausência de uma legislação específica nacional sobre umidade comercial de erva-mate, se adote a umidade recomendada para este produto como referência para a erva-mate. Neste sentido, a presente investigação considera que a umidade ideal da erva-mate na descarga de secadores deve estar entre 2,5 a 3,5% (b.s.) (Temple e van Boxtel, 2000). Estes valores encontram-se bem abaixo da umidade permitida em chás empacotados (aproximadamente 7,5% em base seca) por que nas etapas de empacotamento e armazenamento estima-se que o produto tenha um ganho de umidade de 3 a 4 pontos percentuais, o que requer um teor de umidade no produto da ordem de 3% (base seca) no final da etapa de secagem (Abitante, 2007).

2.3. SENSORES

Os sensores são os principais componentes dos sistemas de monitoramento e controle, indispensáveis para definir as condições de operação e detectar possíveis anomalias no processo (Pérez-Correa e Agosin, 1999; Fellows, 2006). Eles são baseados nas características físicas, químicas, biológicas ou princípios que transformam a real magnitude em sinais utilizáveis, na maioria das vezes sob a forma de um sinal elétrico transmitido a um controlador ou sistema de visualização (Bellon-Maurel, Orliac e Christen, 2003).

2.3.1 Sensores de Umidade

Como dito anteriormente, a umidade é o parâmetro mais importante para o acompanhamento e controle de um processo de secagem, já que a qualidade do produto final e o custo estão vinculados a esta propriedade. Entretanto, é difícil controlar os processos de secagem, principalmente devido à dificuldade de determinação *on-line* de umidade dos sólidos. De qualquer forma, alguns

analisadores encontram-se disponíveis para a determinação da umidade e podem ser adaptados ao controle automático de secadores de esteira (Mujumdar, 2006; Wang *et al.*, 2009).

Vários têm sido os métodos de medida de umidade de sólidos reportados na literatura, tais como a ressonância de microondas (Buschmüller *et al.*, 2008), capacitância (Mizukami, Saway e Yamaguchi, 2006), condutividade e resistência elétrica (Gawande *et al.*, 2003; Liu *et al.*, 2008), espectroscopia de infravermelho próximo – NIR (Rantanem *et al.*, 1998; Mantanus *et al.*, 2009; Temple, 2000; Hall, Robertson e Scotter, 1988) e microondas (King *et al.*, 1992). Entretanto, a maioria destas técnicas não encontra aplicação prática no controle de umidade em secadores, visto que não disponibilizam valores de umidade em tempo real (Abitante, 2007; Buschmüller *et al.*, 2008; Wang *et al.*, 2009).

Do ponto de vista de aplicação em controle dinâmico, as técnicas atualmente viáveis e disponíveis para determinação de umidade envolvem medidas de propriedades elétricas como impedância e capacitância da amostra (Rywotycki, 2003; Mizukami, Sawai e Yamagushi, 2006) e espectroscopia por reflexão no infravermelho próximo (NIRS) (Hall, Robertson e Scotter, 1988; Temple, 2000). Ambos os métodos foram testados com relativo sucesso para determinação de umidade de folhas de *Camellia sinensis* na faixa de aproximadamente 2 a 70% de umidade em base úmida (Temple, 2000; Mizukami, Sawai e Yamagushi, 2006).

A técnica que envolve medidas das propriedades elétricas de amostras e sua correlação com a umidade do material foi investigada por Mizukami, Sawai e Yamagushi (2006) por meio da utilização de quatro eletrodos de aço inox e um medidor (Hioki-Modelo 3532-80) para determinar a capacitância e impedância de amostras de *Camellia sinensis* com diferentes umidades. Os pesquisadores observaram uma correlação consistente entre a umidade e ambas as propriedades elétricas referidas que permite a predição da umidade com um erro padrão de estimativa de aproximadamente 3,6% (b.s.). Embora a técnica requeira o contato entre amostra e sensor, a resposta rápida (menos de 1 minuto) e o erro relativamente baixo permitem a utilização deste tipo de sensor para o propósito de controle de umidade de erva-mate em secadores de esteira.

A técnica NIRS consiste em irradiar uma amostra com luz infravermelho de baixa intensidade que não altera a umidade original do material. A luz refletida é medida em comprimentos de onda específicos e a absorbância é calculada. A técnica é baseada no fato de que as moléculas de água apresentam valores definidos de absorbância em determinados comprimentos de onda diferentes dos encontrados nas moléculas dos demais compostos do material investigado. Sensores comerciais (Infrared Engineering-Modelo MM55E; Moisture Systems-Modelo MicroQuad MQ8000) baseados nesta técnica foram testados para determinação de umidade de partículas de chá na faixa de aproximadamente zero a 70% (Temple, 2000). Embora uma curva de calibração com bom coeficiente de correlação tenha sido encontrada, os parâmetros ajustáveis da equação oscilavam de maneira significativa quando diferentes amostras eram testadas. A fim de corrigir este problema, foi feita uma seleção de filtros de luz que permitisse que somente a luz, refletida em comprimentos de onda absorvidos pela água fosse detectada nos sensores comerciais. A análise foi feita empregando 14 filtros a mais do que os 5 incluídos nas versões de mercado dos equipamentos acima referidos. Após esta etapa foram obtidas curvas de calibração com boa repetibilidade e com erro padrão de estimativa da ordem de 0,4% e 3% (b.u.) para medidas de umidade na faixa de 1-12% e de 1-75%, respectivamente (Temple, 2000). De maneira geral pode-se dizer que o método é instantâneo, não destrutivo e não requer contato algum entre sensor e amostra, o que o torna extremamente atrativo para o propósito de controle em secadores de erva-mate.

2.3.2 Sensores de Temperatura

A medida da temperatura do gás de secagem como estimativa da umidade do sólido em sistemas de controle por inferência tem sido investigada (Temple e van Boxtel, 2000) e recomendada na literatura (Mujumdar, 2006; Abdel-Jabbar, Jumah e Al-Haj-Ali, 2005; Arjona, Ollero e Vidal, 2005) devido ao baixo custo dos sensores e as respostas em tempo real. Entretanto, esta estratégia de medida inferencial não é adequada para leitos fixos de camada delgada, visto que nestas condições a temperatura do gás de secagem entre a entrada e saída do leito é praticamente a mesma.

Entretanto, devido ao custo relativamente baixo de sensores de temperatura, a proposta da presente investigação é utilizar medidores de temperatura de sólidos como sensores virtuais de umidade de erva-mate. Neste ponto, cabe ressaltar que nenhum trabalho que utiliza a temperatura do sólido para este propósito foi encontrado na literatura, fato que se configura como uma das contribuições desta tese.

Em função da inexistência de gradientes de temperatura ao longo da espessura das folhas de erva-mate, os sensores de infravermelho (IV), os quais são amplamente empregados para a determinação da temperatura de superfícies sem a necessidade de contato direto com o produto, são altamente recomendados para a presente aplicação. O funcionamento destes sensores é baseado na lei de Boltzmann, a qual postula que a intensidade da radiação infravermelha emitida por uma superfície depende da temperatura do objeto (Keränen *et al.*, 2010).

A Tabela 2.1 apresenta as características de alguns sensores comerciais que poderiam ser utilizados para controle inferencial de umidade em um secador industrial de erva-mate. Todos os referidos sensores permitem interface dos dados com computadores e podem ser fixados em uma determinada posição do secador, de onde feixes de infravermelho podem ser emitidos continuamente, permitindo leituras em tempo real de temperatura dos sólidos.

Tabela 2.1. Sensores comerciais de temperatura por infravermelho.

Sensor	T medição (°C)	T ambiente do sensor (°C)	Saída
Raytek MIH	-40-600	até 180	4-10 mA, 0-20 mA, 0-5 V ou curvas de termopar J ou K
Raytek MIC		até 125	
Raytek MID		até 85	
Raytek CI1A	0-350	0-70	Curva de termopar J (mv)
Raytek CI2A	0-350	0-70	Curva de termopar K (mv)
Raytek CI3A	0-350	0-70	0-5 V
Raytek CI1B	0-500	0-70	Curva de termopar J (mv)
Raytek CI2B	0-500	0-70	Curva de termopar K (mv)

Continuação da Tabela 2.1			
Sensor	T medição (°C)	T ambiente do sensor (°C)	Saída
Raytek CI3B	0-500	0-70	0-5 V
Rayomatic 4	0-500	Não Especificada	Termopar J ou K ou 10 mv/°C/ 0-5 V
Rayomatic 10	0-1600		4-20 mA
Rayomatic 12	0-600		4-20 mA
Rayomatic 14	-40-900		Termopar J ou K ou 10 mv/°C/ 0-5 V, 0-10 V, 0-20 mA ou 4- 20 mA
Rayomatic 60	300-1600		4-20 mA
Rayomatic 100	600-2700		4-20 mA
PSC-CS-LT10	-20-350	até 75	0-10 Vdc ou 0-5 Vdc
PSC-CS-LT10K	-20-350	até 75	0-10 Vdc ou 0-5 Vdc
PSC-CSM-LT10	-20-350	até 75	0-10 Vdc ou 0-5 Vdc
PSC-CSM-LT10K	-20-350	até 120	0-10 Vdc ou 0-5 Vdc

2.4. EXTRAÇÃO SÓLIDO-LÍQUIDO

O processo de extração sólido-líquido é uma das principais operações unitárias utilizadas nas indústrias de alimentos. Esta é realizada quando se deseja obter compostos retidos na matriz do alimento (Moure *et al.*; 2001 apud Pinelo, Sineiro e Núñez, 2006). Neste tipo de processo se utiliza um solvente que irá permear o sólido e solubilizar os compostos, os quais por difusão serão transportados até a interface externa do sólido, de onde a mistura rica no soluto migrará por convecção para o seio da solução (Price e Spitzer, 1993; Spiro e Selwood, 1984; Spiro e Page, 1984). Em função do exposto, é obvio que o processo de extração depende do sólido e do solvente selecionado (Senol e Aydin, 2006), sendo que a utilização de diferentes solventes leva a obtenção de extratos com diferentes concentrações dos constituintes (Pinelo, Sineiro e

Nuñez, 2006). Neste sentido, o processo de extração é frequentemente influenciado pela temperatura, tamanho da partícula de sólido, proporção entre solvente e soluto e tempo de extração (Spigno e De Faveri, 2009).

Várias técnicas laboratoriais de extração para produtos similares a erva-mate são encontrados na literatura, sendo a extração com soxhlet a predominante (Jaganyi e Price, 1999; Sambiasi, Escalada e Schmalko, 2002; Herodež *et al.*, 2003; Jaganyi e Wheeler, 2003; Pinelo, Sineiro e Nuñez, 2006; Amendola, De Faveri, Spigno, 2010). Outras técnicas empregadas são extração por sonificação assistida (Wang e Weller, 2006), extração por micro-ondas assistida (Spigno e de Faveri; 2009; Pan *et al.*, 2003), e extração com fluido supercrítico (Chang *et al.*, 2001; Piñeiro, Palma e Barroso, 2004; Jacques *et al.*, 2008).

O interesse na obtenção de extratos de erva-mate em escala industrial é atribuído à diversidade de aplicações dos mesmos como matéria-prima na produção de fármacos, cosméticos e na preparação de alimentos derivados com alto valor agregado. De modo geral, esta variedade de utilizações é vinculada a composição química da erva-mate, onde tem sido detectada a presença de aminoácidos, compostos nitrogenados, ácidos graxos, antocianinas, ácidos terpênicos, álcoois, carboidratos, vitaminas A, E, B e C, carotenóides, xantinas e compostos fenólicos (Clifford e Ramirez-Martinez, 1990; Gugliucci e Stahl, 1995; Esmelindro *et al.*, 2005; Mendes, 2005; Cardozo-Júnior, Ferrarese-Filho e Cardozo-Filho, 2007; Jacques *et al.*, 2008; Bracesco *et al.*, 2010) e mais de 250 espécies diferentes de compostos voláteis (Kawakami e Kobayashi, 1991).

Estudos experimentais e de modelagem da cinética de extração envolvendo erva-mate, foco desta investigação, são limitados na literatura (Sambiasi, Escalada e Schmalko, 2002; Linares *et al.*, 2010), porém investigações similares com outras matrizes vegetais são extensivamente reportados (Price e Spitzer, 1993; Jaganyi e Price, 1999; Stapley, 2002; Herodež *et al.*, 2003; Bucić-Kojić *et al.*, 2007).

Diante do que foi discutido anteriormente sobre a erva-mate (seu processamento, a qualidade da matéria-prima nacional processada, as opções disponíveis atualmente para o controle do processo de secagem e a composição química), é visto que a investigação de uma técnica para

padronização da umidade no produto final e a exploração da cinética de extração para desenvolvimento de produtos de maior valor agregado são de grande importância e influenciará de maneira positiva o papel sócio-econômico desta matéria-prima.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo apresenta uma descrição detalhada dos experimentos e do equacionamento matemático para representação dos processos investigados de beneficiamento de erva-mate. A etapa experimental trata: 3.1.1) dos ensaios de secagem e transferência de calor em secador operando em batelada e; 3.1.2) da extração de sólidos solúveis em extrator operando em batelada utilizando água como solvente. A seção de modelagem reporta: 3.2.1) os procedimentos de obtenção de um modelo empírico e; 3.2.2) fenomenológico (semi-empírico) dos processos de transferência de calor e massa envolvidos na secagem do produto; 3.2.3) a solução das equações diferenciais que representam o modelo do item 3.2.2 e o procedimento de ajuste dos parâmetros envolvidos; 3.2.4) a proposta de uma estratégia de controle inferencial de um secador de esteira envolvendo os modelos dos itens 3.2.1 e 3.2.2 como inferencial e de processo, respectivamente; 3.2.5) um modelo de equilíbrio e um puramente difusivo para cálculo da concentração de extratos no solvente ao longo dos ensaios de extração, o método de estimativa dos parâmetros e de solução dos modelos de extração.

3.1 EXPERIMENTOS

3.1.1 Ensaios de Secagem e Transferência de Calor em Secador Operando em Batelada

Ensaios foram realizados em um secador de bandejas de laboratório, representado na Figura 3.1, a fim de relacionar empiricamente a umidade inicial do produto à temperatura da superfície das folhas em um determinado tempo de residência. Em particular, uma massa conhecida de folhas de erva-mate foi distribuída sobre uma placa de vidro para formar um leito raso de folhas com altura não superior a 30 mm. O leito foi disposto em uma estufa (400/2ND, Nova Ética) equipada com controlador PID de temperatura, onde foi soprado ar quente a uma velocidade média de $0,127 \text{ m s}^{-1}$, a qual foi medida com um anemômetro de fio quente (405-V1, Testo) com intervalo de leitura entre 0 e 10 m s^{-1} e precisão de $\pm 0,1 \text{ m s}^{-1}$. Na determinação da referida velocidade média foram realizadas aproximadamente

270 medidas de velocidade em diferentes posições da câmara de secagem próximas ao leito. A temperatura do ar dentro da câmara de secagem foi monitorada com um termopar do tipo K a fim de confirmar a condição isotérmica dos ensaios. Com o auxílio de uma carta psicrométrica para mistura ar-água e medidas simultâneas de temperaturas de bulbo úmido e seco, um valor de umidade absoluta do ar de aproximadamente 0,024 g de água por grama de ar seco foi encontrado em todos os ensaios.

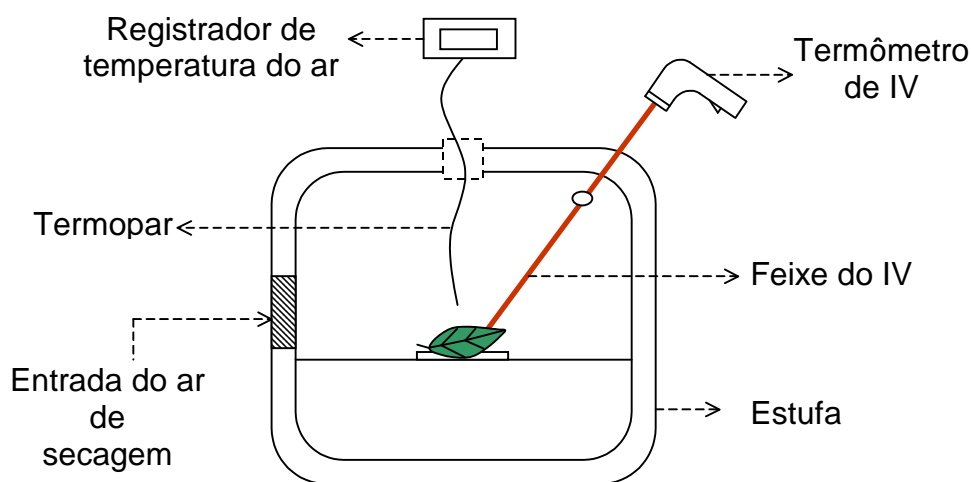


Figura 3.1. Diagrama esquemático do secador de bandejas empregado nos ensaios de aquecimento e secagem.

Leituras diretas de temperatura da superfície das folhas foram realizadas com um termômetro de infravermelho (ScanTemp 410, TFA Dostmann) com intervalo de medição de temperaturas entre $-33\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $+500\text{ }^{\circ}\text{C}$ e precisão de $\pm 2\%$. A perda de massa do material foi determinada *off-line* por registro periódico do peso da bandeja com uma balança analítica digital (Ohaus Adventur, Toledo do Brasil Indústria de Balanças Ltda) com resolução de $\pm 10^{-7}$ kg, a qual encontrava-se fora da câmara de secagem. Apesar do erro introduzido pela remoção das amostras da câmara de secagem para pesagem, este procedimento é considerado suficientemente rápido para assegurar reprodutibilidade das curvas de secagem (Panchariya, Popovic e Sharma, 2002).

A temperatura do leito de secagem foi monitorada em ensaios realizados a 70, 75, 80, 85, 90, 95, 100, 105, 110, 115 e 120 °C por até 600 s em intervalos de 30 s, envolvendo folhas com aproximadamente 15 diferentes valores de umidade inicial entre 0,14 e 1,70 (b.s.) para cada temperatura. A manipulação da umidade inicial foi realizada pela secagem prévia de folhas *in natura* por diferentes tempos, no mesmo secador utilizado para a obtenção dos dados experimentais. Ensaios adicionais, em duplicata, foram realizados para obter dados de umidade em função do tempo de secagem a idênticas temperaturas, porém sempre utilizando amostras com umidade inicial igual a da erva-mate *in natura* (aproximadamente 1,5 em base seca). A razão para condução de distintos experimentos para obtenção de dados de umidade e temperatura do leito foi evitar erros nas medidas desta última variável que seriam introduzidos caso o leito fosse removido da câmara de secagem para medidas *off-line* de umidade em experimentos de determinação simultânea das variáveis citadas.

A escolha do intervalo de temperatura adotado nos ensaios foi baseada nas condições típicas de temperatura encontradas em secadores rotativos e de esteira da indústria ervateira (Nuñez e Känzig, 1995; Schmalko, Scipioni e Ferreyra, 2005; Zanoelo, Di Celso e Kaskantzis, 2007; Zanoelo, Abitante e Meleiro, 2008). Pela mesma razão, a umidade inicial foi variada entre 0,14 e 1,70 (b.s.) nos experimentos de determinação da temperatura da superfície das folhas de erva-mate. Entretanto, neste caso a variação intencional deste fator foi implementada para simular perturbações na umidade na entrada dos equipamentos de desativação e pré-secagem (1,2 a 1,9 b.s.) e de secagem (0,22 a 0,44 b.s.) (Zanoelo, Abitante e Meleiro, 2008).

3.1.2 Ensaios de Extração de Sólidos Solúveis em Extrator Batelada Utilizando Água como Solvente

A matéria-prima que foi submetida à extração consistia de erva-mate comercial, processada para o preparo de chimarrão (Roseira, Irmãos Fagundes Schier), com umidade inferior a 5% (base úmida). O material foi submetido a um ensaio de classificação granulométrica com agitação manual envolvendo as peneiras de 8, 9, 12 e 20 mesh da série Tyler (A.S.T.M – E-11-61) (Perry e

Chilton, 1980). Somente amostras de material retido na peneira de 20 e de 9 mesh foram utilizados nos ensaios de extração. As partículas de erva-mate destas duas amostras apresentavam a forma aproximada de um disco de espessura igual a 0,23 mm e diâmetro igual a média das aberturas livres das peneiras de 20 e 12 mesh, e das de 9 e 8 mesh, respectivamente. O objetivo da utilização de diferentes tamanhos de partículas foi avaliar a influência deste fator na quantidade de sólidos extraídos em tempos iguais de processamento. A espessura das partículas de erva-mate foi determinada com um micrômetro digital (modelo PK0505, Mitutoyo) com resolução de 0,01 mm.

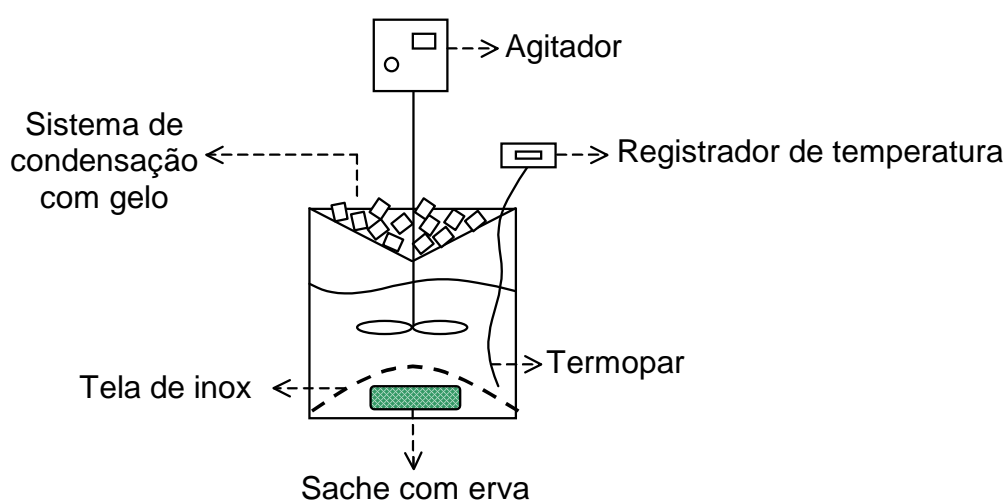


Figura 3.2. Representação do extrator de laboratório utilizado nos ensaios.

Os ensaios de extração dos sólidos solúveis em água foram realizados nas temperaturas de 18, 45, 61 e 80 °C em um extrator de laboratório esquematicamente representado na Figura 3.2. Sachês preparados com papel filtro contendo 15 g de material, com as características acima especificadas, foram inseridos no extrator alimentado com 0,35 kg de água. Os sachês foram mantidos submersos e presos a uma tela de inox de modo a evitar qualquer movimentação do material sólido. Uma placa de aquecimento (modelo 114, Nova Ética) com controle de temperatura manual, disposta na base do extrator, foi utilizada para condução dos experimentos em condições isotérmicas. Um termopar do tipo K foi empregado para monitoramento da temperatura. Os ensaios com agitação foram realizados com agitador de hélice (modelo 713 D, Fisatom – Brasil) de velocidade controlada (200 rpm).

As concentrações de sólidos solúveis na fase líquida foram determinadas por remoções periódicas do extrator de alíquotas de solução de aproximadamente 2 ml. Estas alíquotas foram dispostas em frascos de vidro previamente tarados, pesadas em balança digital (Ohaus Adventur, Toledo do Brasil Indústria de Balanças Ltda) com resolução de $\pm 10^{-7}$ kg, e conduzidas a uma estufa (400/2ND, Nova Ética) a 105 °C para determinação por gravimetria da quantidade de sólidos solúveis presentes na solução. Com exceção da primeira amostra, cuja remoção do extrator ocorreu depois de transcorridos 5 min de operação, as concentrações de todas as demais alíquotas foram estimadas em intervalos regulares de 30 minutos por um tempo total de ensaio de aproximadamente 7 horas.

Para que se possa reproduzir com modelos matemáticos os resultados obtidos de extração é necessário determinar a quantidade total de sólidos solúveis na erva-mate. Com este propósito saches tarados contendo aproximadamente 7 g de amostra foram submetidos a ensaios adicionais de extração a temperaturas próximas a de ebulição da água pura a pressão atmosférica. No decorrer dos ensaios, parte da solução foi periodicamente substituída por água destilada até que a solução tornava-se límpida, ou seja, condição em que aparentemente todos os sólidos solúveis presentes haviam sido extraídos do material. Os saches foram então submetidos à secagem em estufa a 105 °C até peso constante. Pela diferença de peso dos saches antes e depois da operação de extração, determinou-se a quantidade total de sólidos solúveis presentes na erva-mate utilizada nos ensaios para avaliação da cinética de extração de sólidos solúveis.

3.2 MODELAGEM E SIMULAÇÃO

3.2.1 Modelo Empírico de Inferência

O desenvolvimento do sensor virtual para estimativa da umidade de descarga da erva-mate em secadores contínuos de esteira, com base em medidas de temperatura da superfície das folhas, requer duas etapas de equacionamento. O primeiro passo envolve a proposta de uma expressão empírica, descrita pela Equação (3.1), para cálculo da umidade de alimentação

em função de condições conhecidas de operação no secador e da temperatura do leito em uma posição correspondente a um tempo de residência τ .

$$M_i = \frac{\tau(T_g - T_s)}{(T_s - T_{si})[\alpha_1 \ln(T_g) - \alpha_2]} \quad (3.1)$$

A Equação (3.1) é um modelo não-linear que representa uma combinação de um modelo de ordem zero e de primeira ordem. Esta função racional foi adotada porque tipicamente é capaz de reproduzir o aumento aproximadamente logarítmico de uma propriedade em função do incremento de uma variável independente, comportamento que ocorre com a temperatura de folhas de erva-mate com o transcorrer do tempo de secagem. O Anexo D apresenta em detalhes o procedimento de obtenção da Equação (3.1).

O segundo passo no desenvolvimento do modelo de inferência requer uma equação que represente a cinética de secagem em função da umidade de alimentação estimada pela Equação (3.1). No presente caso, adotou-se uma expressão (Equação 3.2) obtida por integração do modelo de Lewis (Temple e van Boxtel, 1999; Zanoelo, Di Celso e Kaskantzis, 2007), geralmente denominada equação exponencial de secagem (Jayas, *et al.*, 1991). Na presente investigação a umidade de equilíbrio foi negligenciada (Zanoelo, 2005) e a dependência do coeficiente aparente de transporte de massa com a temperatura foi descrita pela expressão de Arrhenius (Zanoelo, Di Celso e Kaskantzis, 2007).

$$M = M_i \exp \left[-\alpha_3 t \exp \left(\frac{-\alpha_4}{T_g} \right) \right] \quad (3.2)$$

A umidade de equilíbrio não foi considerada na Equação (3.2) porque os parâmetros empíricos envolvidos nesta expressão foram ajustados de modo a reproduzir dados experimentais de umidade também em condições de equilíbrio, situação tipicamente encontrada em longos tempos de secagem.

Os parâmetros empíricos (α_1 , α_2 , α_3 e α_4) das Equações (3.1) e (3.2) foram ajustados de modo a reproduzir os resultados experimentais de

temperatura e umidade das folhas de erva-mate, respectivamente, obtidos no secador de batelada a 70, 80, 90, 100, 110 e 120 °C. Os dados obtidos nas demais temperaturas foram utilizados para a validação do modelo. Em ambos os casos, o método simplex (Jenson e Jeffreys, 1997) foi aplicado para minimizar uma função objetivo definida como a soma das diferenças absolutas ao quadrado entre as variáveis experimentais e calculadas.

3.2.2 Modelo Fenomenológico

O modelo matemático proposto envolve um balanço de massa para água e um balanço de energia em um elemento estacionário infinitesimal de volume da fase sólida do leito. A fase sólida é considerada uma mistura de água líquida e de matéria seca por meio da qual o ar quente escoar. Embora secadores de esteira multiestágios sejam mais eficientes e compactos, a presente modelagem assume que o secador envolve uma única esteira. Esta simplificação diminui a complexidade do modelo, visto que neste caso não ocorre a necessidade de previsão de variação das propriedades do gás entre estágios, o que demandaria um balanço adicional de massa para a água e outro de energia na fase gás. Pela mesma razão, Abitante (2007) assumiu que o leito de erva-mate é de camada delgada, o que permite que sejam negligenciadas variações das propriedades do sólido e do fluido de secagem ao longo da altura do leito.

3.2.2.1 Balanço de massa para a água contida nas folhas

Assim como Abitante (2007), A Equação (3.3) descreve um balanço material de água no elemento de volume de leito anteriormente mencionado, onde o primeiro termo à esquerda da igualdade representa um termo de entrada, enquanto que os dois seguintes denotam a saída de água por movimento da esteira e a perda de água por secagem. À direita da igualdade observa-se o termo de acúmulo, que evidencia que a densidade e volume do sólido seco são propriedades que se mantêm constantes durante a secagem.

$$(m_{ss}M)_x - (m_{ss}M)_{x+\Delta x} - Ka_p(M - M_e) = (\rho_{ss}V_s) \frac{dM}{dt} \quad (3.3)$$

A Equação (3.4) é obtida por divisão da expressão acima pelo volume do leito, onde a variável a no último termo a esquerda da igualdade denota a razão entre a área superficial total e o volume do leito, enquanto que o termo $(1-\varepsilon)$ à direita da igualdade é a fração de cheios do elemento de volume.

$$\frac{m_{ss}[(M)_x - (M)_{x+\Delta x}]}{\Delta x \Delta y \Delta z} - Ka(M - M_e) = \rho_{ss}(1-\varepsilon) \frac{dM}{dt} \quad (3.4)$$

A Equação (3.6) é obtida por substituição da Equação (3.5) na (3.4). Na definição da Equação (3.5) assumiu-se uma distribuição homogênea de poros na direção x .

$$m_{ss} = \rho_{ss}u_c(1-\varepsilon)\Delta y \Delta z \quad (3.5)$$

$$\rho_{ss}u_c(1-\varepsilon)\Delta y \Delta z \frac{[(M)_x - (M)_{x+\Delta x}]}{\Delta x \Delta y \Delta z} - Ka(M - M_e) = \rho_{ss}(1-\varepsilon) \frac{dM}{dt} \quad (3.6)$$

O limite do primeiro termo à esquerda da igualdade acima para quando Δx tende a zero é igual ao valor negativo da derivada da umidade em relação a coordenada x , logo a expressão anterior resulta na Equação (3.7), ou de forma simplificada na Equação (3.8).

$$-\rho_{ss}u_c(1-\varepsilon) \frac{\partial M}{\partial x} - Ka(M - M_e) = \rho_{ss}(1-\varepsilon) \frac{\partial M}{\partial t} \quad (3.7)$$

$$\frac{\partial M}{\partial t} = -u_c \frac{\partial M}{\partial x} - C_s(M - M_e) \quad (3.8)$$

onde:

$$C_s = \frac{Ka}{(1-\varepsilon)\rho_{ss}} \quad (3.9)$$

3.2.2.2 Balanço de energia na fase sólida do secador

De forma análoga a Equação (3.3), o primeiro e segundo termos à esquerda da igualdade na Equação (3.10) denotam a entrada e a saída de energia devido ao movimento da esteira. O terceiro termo é o calor cedido por convecção pelo fluido para a fase sólida, enquanto o quarto é a energia necessária para evaporação e aquecimento do vapor d'água transportado para a fase fluida. À direita da igualdade da Equação (3.10) encontra-se o termo de acúmulo de energia.

$$\begin{aligned}
 & \left[m_{ss} C_{p_{ss}} (T_s - T_r) + m_{ss} M C_{p_l} (T_s - T_r) \right]_x \\
 & - \left[m_{ss} C_{p_{ss}} (T_s - T_r) + m_{ss} M C_{p_l} (T_s - T_r) \right]_{x+\Delta x} \\
 & + h a_p (T_g - T_s) - K a_p (M - M_e) [C_{p_v} (T_g - T_s) + \Delta H_v] \\
 & = \rho_{ss} V_s \frac{d\{[C_{p_{ss}} (T_s - T_r) + M C_{p_l} (T_s - T_r)]\}}{dt}
 \end{aligned} \tag{3.10}$$

A Equação (3.11) é encontrada por divisão da Equação (3.10) pelo volume do leito, e representação da vazão mássica pela Equação (3.5).

$$\begin{aligned}
 & \frac{\rho_{ss} u_c (1 - \varepsilon) \Delta y \Delta z C_{p_{ss}} [(T_s)_x - (T_s)_{x+\Delta x}]}{\Delta x \Delta y \Delta z} \\
 & + \frac{\rho_{ss} u_c (1 - \varepsilon) \Delta y \Delta z C_{p_l} [(M T_s)_x - (M T_s)_{x+\Delta x}]}{\Delta x \Delta y \Delta z} \\
 & + h a (T_g - T_s) - K a (M - M_e) [C_{p_v} (T_g - T_s) + \Delta H_v] \\
 & = \rho_{ss} (1 - \varepsilon) \frac{d[(C_{p_{ss}} + M C_{p_l}) T_s]}{dt}
 \end{aligned} \tag{3.11}$$

Os limites do primeiro e segundo termos à esquerda da igualdade acima para quando Δx tende a zero são iguais aos valores negativos da derivada da

temperatura, e do produto da umidade pela temperatura, em relação a variável x . Desta forma, a expressão anterior resulta na Equação (3.12);

$$\begin{aligned}
 & -\rho_{ss} u_c (1-\varepsilon) C p_{ss} \frac{\partial T_s}{\partial x} - \rho_{ss} u_c (1-\varepsilon) C p_l \frac{\partial (T_s M)}{\partial x} \\
 & + h a (T_g - T_s) - K a (M - M_e) [C p_v (T_g - T_s) + \Delta H v] \\
 & = \rho_{ss} (1-\varepsilon) \frac{\partial [(C p_{ss} + M C p_l) T_s]}{\partial t}
 \end{aligned} \tag{3.12}$$

ou de forma simplificada na Equação (3.13):

$$\begin{aligned}
 & -u_c C p_{ss} \frac{\partial T_s}{\partial x} - u_c C p_l M \frac{\partial T_s}{\partial x} - u_c C p_l T_s \frac{\partial M}{\partial x} \\
 & + h_m (T_g - T_s) - C_s (M - M_e) [C p_v (T_g - T_s) + \Delta H v] \\
 & = (C p_{ss} + C p_l M) \frac{\partial T_s}{\partial t} + (C p_l T_s) \frac{\partial M}{\partial t}
 \end{aligned} \tag{3.13}$$

onde:

$$h_m = \frac{h a}{\rho_{ss} (1-\varepsilon)} \tag{3.14}$$

Um rearranjo de termos da Equação (3.13) conduz a Equação (3.15), a qual pode ser ainda reduzida a Equação (3.16) se for considerado que a Equação (3.8) pode ser utilizada para representar o último termo entre parênteses à direita da igualdade da Equação (3.15).

$$\begin{aligned}
 & -u_c (C p_{ss} + M C p_l) \frac{\partial T_s}{\partial x} + h_m (T_g - T_s) - C_s (M - M_e) [C p_v (T_g - T_s) + \Delta H v] \\
 & = (C p_{ss} + C p_l M) \frac{\partial T_s}{\partial t} + (C p_l T_s) \left(u_c \frac{\partial M}{\partial x} + \frac{\partial M}{\partial t} \right)
 \end{aligned} \tag{3.15}$$

$$-u_c(Cp_{ss} + MCp_l)\frac{\partial T_s}{\partial x} + h_m(T_g - T_s) \quad (3.16)$$

$$-C_s(M - M_e)[Cp_v(T_g - T_s) + \Delta H_v - Cp_l T_s] = (Cp_{ss} + Cp_l M)\frac{\partial T_s}{\partial t}$$

3.2.3 Solução das Equações Diferenciais do Modelo do Processo

As Equações (3.8) e (3.16) resultantes da aplicação dos balanços de massa e energia, respectivamente, permitem o cálculo da variação de umidade e temperatura das folhas de erva-mate em um processo de secagem em secador de esteira de camada delgada.

$$\frac{\partial M}{\partial t} = -u_c \frac{\partial M}{\partial x} - C_s(M - M_e) \quad (3.8)$$

$$\frac{\partial T_s}{\partial t} = -u_c \frac{\partial T_s}{\partial x} - \frac{C_s(M - M_e)}{(Cp_{ss} + Cp_l M)} [Cp_v(T_g - T_s) + \Delta H_v - Cp_l T_s] + \frac{h_m(T_g - T_s)}{(Cp_{ss} + Cp_l M)} \quad (3.16)$$

Um aspecto importante a destacar no que se refere a solução do modelo é que a equação semi-empírica de Lewis (Wiriyaumpaiwong, Soponronnarit e Prachayawarakorn, 2004; Tang, Cenkowski e Izydorczyk, 2005; Zanoelo, Cardozo-Filho e Cardozo-Júnior, 2006) expressa um caso especial do presente balanço de massa, quando a umidade é constante em relação à posição axial. Consequentemente, a variável que multiplica a diferença entre a umidade do material e a umidade de equilíbrio é a constante de secagem evidenciada no modelo de Lewis (C_s). Este parâmetro representa uma combinação entre a barreira interna e superficial para transferência de massa e pode ser muito mais facilmente calculado por uma equação empírica em função das condições de secagem, do que por meio da Equação (3.9). De fato, a constante de secagem do modelo de Lewis foi previamente determinada para secagem de folhas de erva-mate em leito fixo (Zanoelo, Di Celso e Kaskantzis, 2007) e fluidizado (Zanoelo, 2007), assim como para folhas de chá em secadores de

camada delgada (Temple e van Boxtel, 1999; Panchariya, Popovic e Sharma, 2002).

O trabalho de Zanoelo, Abitante e Meleiro (2008) faz uma análise da validade das expressões acima referidas para cálculo do coeficiente de transporte de massa. Basicamente os autores procuram reproduzir curvas de secagem em secador operando em batelada a diferentes temperaturas com o modelo de secagem de Lewis (Equação 3.8 com velocidade da esteira igual a zero). Os resultados demonstram que a Equação (3.17), proposta por Panchariya, Popovic e Sharma (2002), onde T_g é a temperatura em $^{\circ}\text{C}$ e u_g é a velocidade média do fluido de secagem em m s^{-1} , é a que melhor reproduz os valores de umidade dos ensaios de secagem. Neste sentido, também nesta investigação, o coeficiente de transporte de massa será estimado com a mencionada expressão.

$$C_s = 10^{-6} (T_g)^{2,08} (u_g)^{1,11} \quad (3.17)$$

O coeficiente de transporte de calor (h_m) foi ajustado pelo método simplex, assumindo como função objetivo o somatório das diferenças absolutas ao quadrado entre os dados experimentais e calculados de temperatura, de modo a reproduzir todas as curvas de aquecimento de erva-mate obtidas em secador batelada no intervalo de temperatura de 70 a 120 $^{\circ}\text{C}$, por alimentação de folhas com aproximadamente 15 diferentes umidades iniciais. Neste procedimento de ajuste utilizaram-se as Equações (3.8) e (3.16) com velocidade da esteira igual a zero. Nestas equações, assumiu-se que o calor específico da erva-mate era 1780 $\text{J kg}^{-1} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ (Zanoelo, Benincá e Ribeiro, 2010), enquanto que a umidade de equilíbrio foi determinada pela Equação (3.18). Nesta última expressão, M_e é dado em kg kg^{-1} (base seca) e UR é a umidade relativa do ar em decimal (Zanoelo, 2005). Propriedades termodinâmicas do vapor d'água, da água líquida e do ar de secagem são extensivamente reportadas na literatura e não serão novamente apresentadas neste texto.

$$\frac{M_e}{1+M_e} = \left[\frac{-\exp(-5,7 \times 10^{-3} + 3,02)}{\ln(UR)} \right]^{(1/1,51)} \quad (3.18)$$

As Equações (3.8) e (3.16) constituem um sistema de equações diferenciais parciais que foi resolvido com o método numérico das linhas envolvendo uma fórmula de diferenças finitas para trás (BDF) para aproximar as primeiras derivadas no espaço e no tempo. Uma rotina computacional baseada nesta técnica numérica foi escrita em linguagem FORTRAN.

Cabe ressaltar, como já mencionado, que no caso de simulações de secagem em secadores operando em batelada, as Equações (3.8) e (3.16) são reduzidas às Equações (3.19) e (3.20), ou seja, um sistema de equações diferenciais ordinárias, cuja solução foi obtida pelo método de Runge-Kutta de 4ª ordem.

$$\frac{dM}{dt} = -C_s(M - M_e) \quad (3.19)$$

$$\frac{dT_s}{dt} = -\frac{C_s(M - M_e)}{(C_{p_{ss}} + C_{p_l}M)} [C_{p_v}(T_g - T_s) + \Delta H_v - C_{p_l}T_s] + \frac{h_m(T_g - T_s)}{(C_{p_{ss}} + C_{p_l}M)} \quad (3.20)$$

É preciso ainda mencionar que no caso de cálculos de curvas de secagem em secador operando em batelada, uma resposta simplificada pode ser obtida por solução analítica da Equação (3.19), visto que a mesma pode ser considerada não acoplada a Equação (3.20). Na verdade esta consideração pode ser feita porque a umidade de equilíbrio é pouco afetada pela variação de temperatura (Zanoelo, 2005). Nesta condição de umidade de equilíbrio constante, a Equação (3.19) é classificada como EDO de 1ª ordem separável, cuja solução é prontamente obtida e representada pela Equação (3.21), onde M_i é a umidade de alimentação da erva-mate no secador.

$$M = (M_i - M_e)\exp(-C_s t) + M_e \quad (3.21)$$

Na solução do modelo fenomenológico de secagem foram utilizados os seguintes passos de integração: 1 s no tempo e 1% do comprimento da esteira na posição axial.

3.2.4 Estratégia de Controle Inferencial

A Figura 3.3 é uma representação esquemática de um secador de esteira de erva-mate com o esquema de controle proposto, enquanto que a Figura 3.4 apresenta um diagrama de blocos em malha fechada. Essencialmente, um controlador proporcional-integral-derivativo (PID) com os parâmetros ajustados para manter a umidade em um valor desejado foi virtualmente testado na presente investigação. O controlador escolhido é usado quase que exclusivamente em motores elétricos acoplados a variadores de velocidade para ajuste de velocidades de esteira (Barton e Lewin, 2000). A umidade na descarga do secador investigado é controlada pela manipulação da velocidade da esteira a fim de conceder às folhas de mate o tempo de residência necessário para que esta variável seja mantida dentro do *set-point*. O modelo transiente representado pelas Equações (3.8) e (3.16) simula o processo de secagem em um secador de esteira. Variações dinâmicas de umidade na alimentação e na temperatura de secagem foram consideradas. A estratégia de controle inferencial utiliza valores de temperatura da superfície das folhas de erva-mate (medidas por meio de um sensor de infravermelho) e o modelo inferencial proposto, ou sensor virtual (combinação das Equações 3.1 e 3.2) infere o valor da variável controlada no processo. A faixa de operação da variável manipulada foi mantida entre 0,05 e 0,1 m s⁻¹.

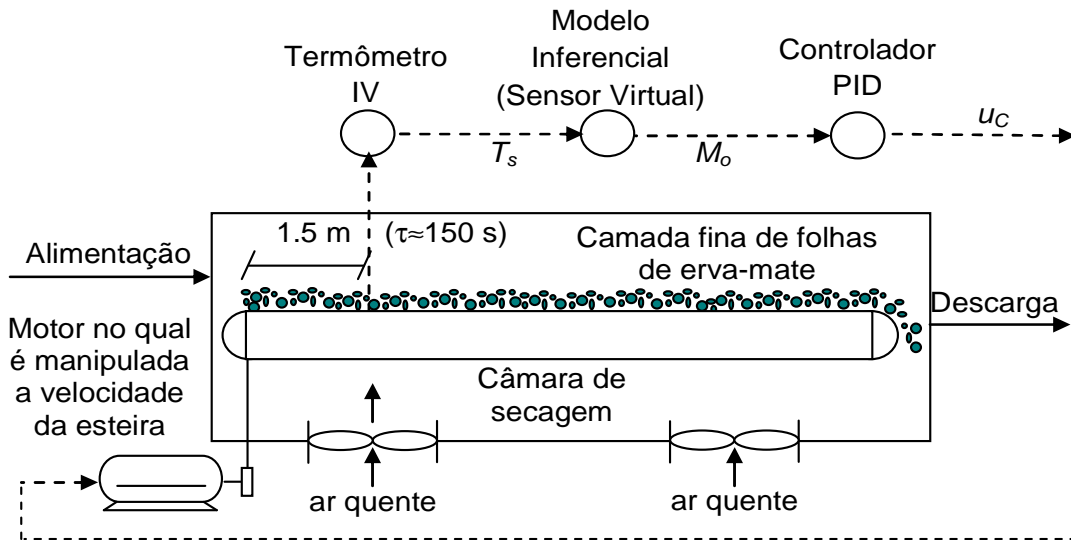


Figura 3.3. Esquema de uma planta real de um secador de esteira.

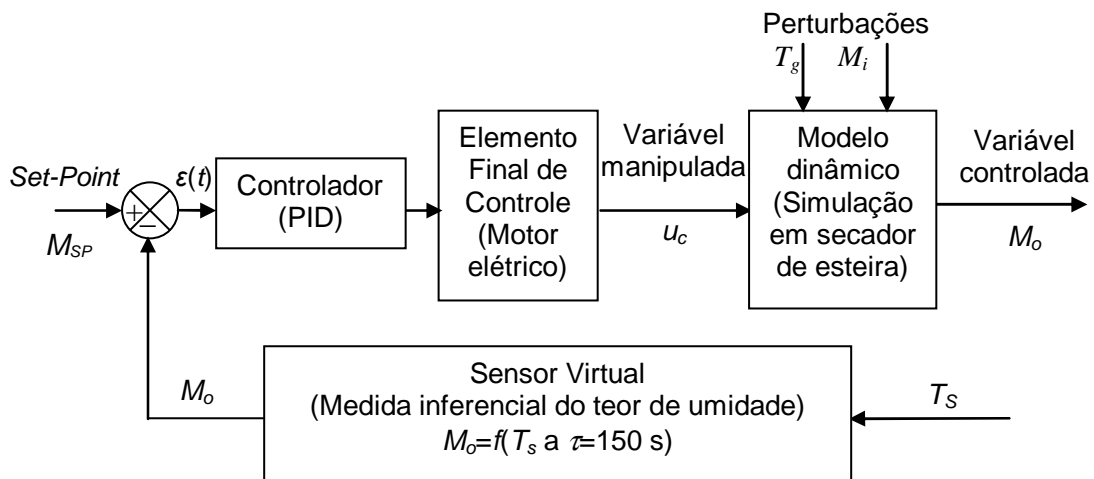


Figura 3.4. Diagrama de blocos de um processo de secagem.

O procedimento de ajuste dos parâmetros do controlador também envolveu o método simplex de otimização, o qual foi empregado para minimizar o somatório ao quadrado dos resíduos (ISE):

$$ISE = \int_0^{\infty} [\epsilon(t)]^2 dt \quad (3.22)$$

onde $\varepsilon(t)$ representa a diferença entre o *set-point* e os dados de umidade na descarga do secador calculados com o modelo fenomenológico (simulador do processo de secagem).

Como já observado na literatura (Temple, van Boxtel e van Straten, 2000) para o controle de secadores de chá, os procedimentos de ajuste de Cohen e Coon e Ziegler-Nichols (Stephanopoulos, 1984) não se apresentaram suficientemente robustos nas condições testadas. Neste sentido, o procedimento de sintonia do controlador PID para o processo de secagem de erva-mate foi realizado como segue. A simulação da secagem foi iniciada com o leito vazio. Em seguida, as folhas de erva-mate com teor de umidade em torno de 0,33 (b.s.) foram continuamente alimentadas em um secador de esteira de 10 metros de comprimento, onde entraram em contato com o ar quente que era soprado para o leito móvel a 104 °C e 0,26 m s⁻¹. Nesta condição, a velocidade inicial da esteira foi automaticamente ajustada em 0,05 m s⁻¹, o que corresponde a um tempo de residência do material de somente 200 s e uma umidade na descarga de aproximadamente 0,20 (b.s.). Uma vez que o sensor de infravermelho (o qual, por razões que serão posteriormente explicadas, localiza-se a 1,5 m da entrada do secador de esteira), determinou a temperatura da superfície das folhas de erva-mate, um novo *set-point* próximo a 0,03 (b. s.) foi imposto quando decorridos 30 segundos de operação. Os parâmetros do controlador foram ajustados para resolver de forma ótima este problema de controle do tipo servo, ou seja, impor ao processo a mudança no ponto de operação para o valor do *set-point* descrito acima através da minimização do critério ISE, dado pela Equação (3.22).

3.2.5 Modelos de Extração

Um balanço material de soluto no solvente é representado pela Equação (3.23). O termo à esquerda da igualdade representa o acúmulo de sólidos solúveis no seio da fase líquida, enquanto o termo à direita considera que a variação de concentração nesta fase é teoricamente devido a uma combinação de resistências internas e externas ao transporte de massa a partir das partículas de erva-mate.

$$\frac{d(X_l)}{dt} = k(X_{le} - X_l) \quad (3.23)$$

A equação diferencial acima é ordinária, de 1ª ordem e separável, e sendo assim pode ser resolvida por simples integração, o que resulta na Equação (3.24). Na solução desta EDO, assume-se como condição inicial ($t=0$) uma concentração de soluto igual a X_{li} .

$$X_l = X_{le} - (X_{le} - X_{li}) \exp(-kt) \quad (3.24)$$

O coeficiente de transporte é uma função dos perfis cinéticos obtidos em cada temperatura de extração. Neste sentido, este parâmetro é ajustado a estes resultados por minimização da função objetivo representada pela Equação (3.25), empregando o método simplex de otimização.

$$f = \sum_{i=1}^n \left(\frac{X_l^{calc,i} - X_l^{exp,i}}{X_l^{exp,i}} \right)^2 \quad (3.25)$$

A concentração no equilíbrio é uma função da temperatura de extração, porém devido ao grande volume de solvente e reduzida massa de sólidos, esta variável não é limitada pela solubilidade do soluto, mas pela disponibilidade de soluto livre, condicionada pelo processo de adsorção. A correlação entre a concentração de equilíbrio e a temperatura é estabelecida pela expressão de Arrhenius, sendo os parâmetros ajustáveis aos resultados experimentais destas variáveis.

Um modelo de extração alternativo ao de equilíbrio é definido pela Equação (3.26). Diferentemente da Equação (3.23), onde o mecanismo de transporte apresenta-se indefinido, neste modelo admite-se que a difusão da mistura soluto solvente no interior do sólido é o fenômeno dominante.

$$\frac{\partial X_s}{\partial t} = D \frac{\partial^2 X_s}{\partial r^2} \quad (3.26)$$

Como já mencionado, as partículas de erva-mate utilizadas nos ensaios de extração apresentam aproximadamente a forma de um disco de espessura δ e diâmetro médio l . Não foi observado uma diferença significativa entre estes comprimentos característicos, o que não permite a hipótese de transporte unidimensional. Entretanto, a fim de tornar a Equação (3.26) consistente, o modelo difusivo assume que as partículas são esferas de raio R , estimado pela Equação 3.27, que apresentam uma razão entre a área superficial e o volume igual a do disco que aproximadamente define o formato real dos fragmentos de folhas de erva-mate.

$$R = \frac{6l^2\delta}{4(l^2 + 2l\delta)} \quad (3.27)$$

A concentração inicial de sólidos solúveis na erva-mate, experimentalmente determinada por sucessivas extrações a 100 °C, foi utilizada como condição inicial no tempo, para solução da EDP caracterizada pela Equação (3.26). As duas condições de contorno adicionais requeridas em r foram definidas na superfície (Equação 3.28), e no centro da partícula (Equação 3.29). A Equação (3.28) define que a resistência convectiva ao transporte de massa é desprezível, enquanto que a Equação (3.29) estabelece uma condição de simetria no centro da partícula, o que fixa o domínio de integração na direção radial entre o centro e a superfície dos fragmentos de folhas.

$$X_s(r = R) = X_l \quad (3.28)$$

$$\frac{\partial X_s}{\partial r}(r = 0) = 0 \quad (3.29)$$

Definidas as condições de contorno, a Equação (3.26) foi resolvida numericamente pelo método das diferenças finitas implícitas e foram utilizados os seguintes passos de integração: 0,5 s no tempo e $1,5 \times 10^{-6}$ m na posição radial. O coeficiente de difusão da Equação (3.26) foi ajustado de

modo a reproduzir os resultados experimentais de concentração na fase líquida. Novamente o método simplex de otimização foi empregado de forma a minimizar a função objetivo representada pela Equação (3.25).

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 VELOCIDADE DO GÁS NO SECADOR EM BATELADA

As medidas de velocidade do ar soprado no secador em batelada utilizado nos experimentos são apresentadas na Figura 4.1. É possível observar uma grande variação de velocidade, porém, estes valores se apresentam bem distribuídos em torno da média calculada ($0,13 \pm 0,08 \text{ m s}^{-1}$).

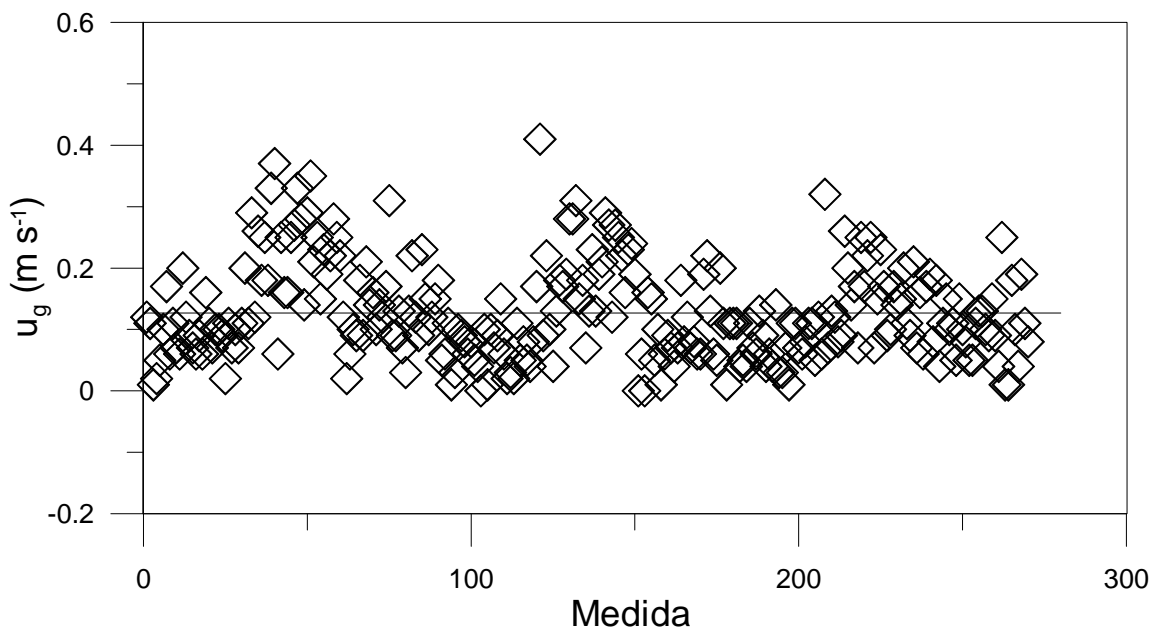


Figura 4.1. Distribuição das medidas de velocidade do gás (ar) de secagem (símbolos) e a sua média (linha) no secador de bandejas utilizado para a obtenção dos dados experimentais.

4.2 SECAGEM

4.2.1 Secagem e Transferência de Calor em Secador

As Figuras 4.2 e 4.3, 4.6 e 4.7, 4.10 e 4.11, 4.14 e 4.15 reportam resultados de temperatura da superfície das folhas de erva-mate em duas

diferentes umidades iniciais do produto em um secador de batelada operando a temperaturas de 70, 80, 90, 100, 75 e 115 °C, respectivamente. Um efeito negativo da umidade inicial sobre a temperatura medida das folhas foi revelado em todas as temperaturas de secagem, o que significa que um aumento da umidade de alimentação do material ocasiona uma redução da temperatura experimental da superfície das folhas durante a secagem.

As Figuras 4.2, 4.6, 4.10, 4.14, 4.22 e 4.24 demonstram que o modelo fenomenológico (Equações. 3.19 e 3.20), o qual teoricamente descreve uma operação de secagem em batelada, é capaz de reproduzir estes resultados experimentais quando o coeficiente aparente de transferência de calor é igual a $181 \pm 41 \text{ J s}^{-1} \text{ °C}^{-1} \text{ kg}^{-1}$. A mesma evidência é apresentada nas Figuras 4.3, 4.7, 4.11 e 4.15, mas envolvendo a Equação (3.1) para simular a transferência de calor do fluido para a partícula. Ambos os modelos descreveram corretamente o aumento quase linear da temperatura da superfície das folhas de erva-mate com o aumento do tempo nos períodos iniciais de secagem, e um valor máximo de temperatura do material tendendo a temperatura do ar para quando o tempo tende ao infinito.

As Figuras 4.4 e 4.5 apresentam os desvios relativos entre as temperaturas calculadas e experimentais da superfície das folhas de erva-mate com umidades iniciais de 0,14 a 1,70 (b.s.) submetidas a secagem a 70 °C. Dados similares são apresentados nas Figuras 4.8 e 4.9, 4.12 e 4.13, 4.16 e 4.17, 4.18 e 4.19, 4.20 e 4.21 com base em experimentos e simulações em temperaturas de secagem de 80, 90, 100, 110 e 120 °C, respectivamente. Em todos estes casos, observa-se que exceto por um período inicial de aquecimento, os resíduos calculados não são superiores a 20%. Entretanto, o aspecto mais importante observado nestas figuras é a diferença residual entre os resultados experimentais e calculados obtidos entre 100 e 200 s de secagem. Neste particular período de tempo, a diferença média entre as temperaturas estimadas com a Equação (3.1) e os resultados experimentais, em todas as temperaturas de secagem investigadas, é aproximadamente igual a $3,3 \pm 0,9 \%$. Quando o modelo fenomenológico é considerado, o erro aumenta ligeiramente para $5,1 \pm 2,7 \%$. De um ponto de vista prático, esses resíduos reduzidos definem a melhor posição para fixação do sensor de infravermelho, a qual é prontamente calculada pela multiplicação da melhor

condição de tempo de residência (150 s) pela velocidade média ideal da esteira indicada para obtenção da umidade desejada do produto.

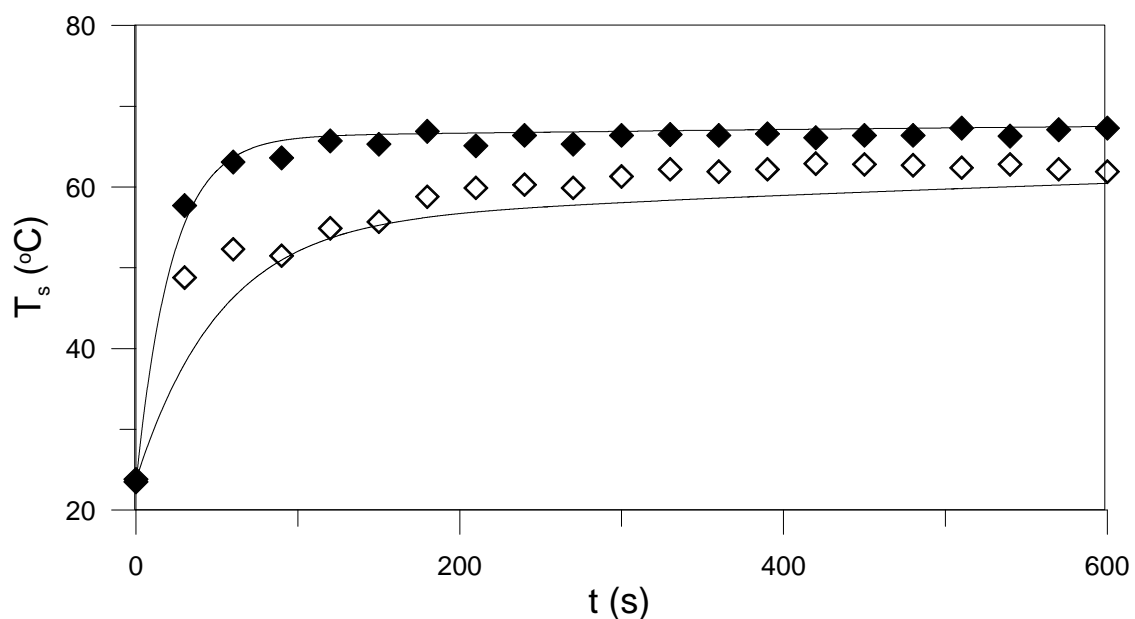


Figura 4.2. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 70 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com o modelo fenomenológico, sendo $M_i = 1,70$ (\diamond) e $M_i = 0,51$ (\blacklozenge).

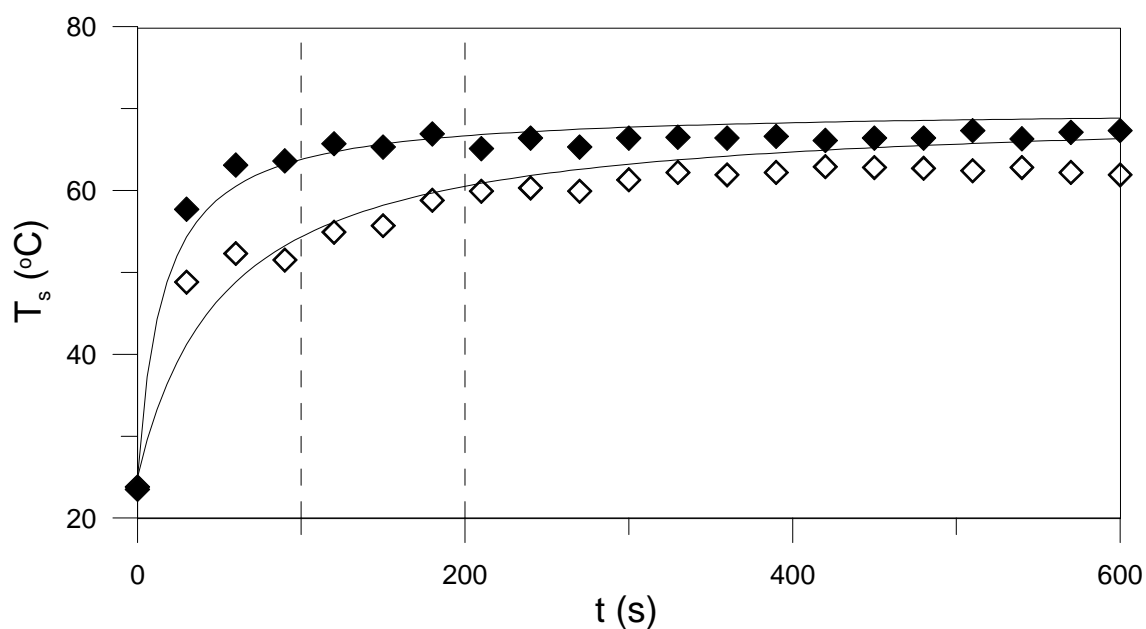


Figura 4.3. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 70 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com a Equação (3.1), sendo $M_i = 1,70$ (\diamond) e $M_i = 0,51$ (\blacklozenge).

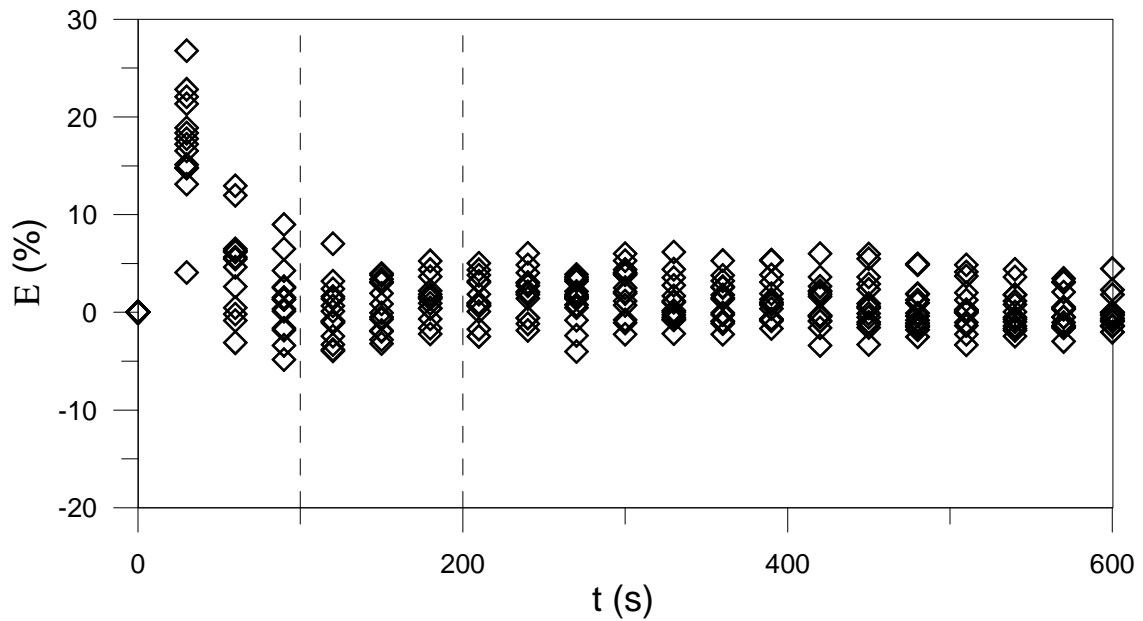


Figura 4.4. Resíduos calculados com o modelo fenomenológico para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 70 °C.

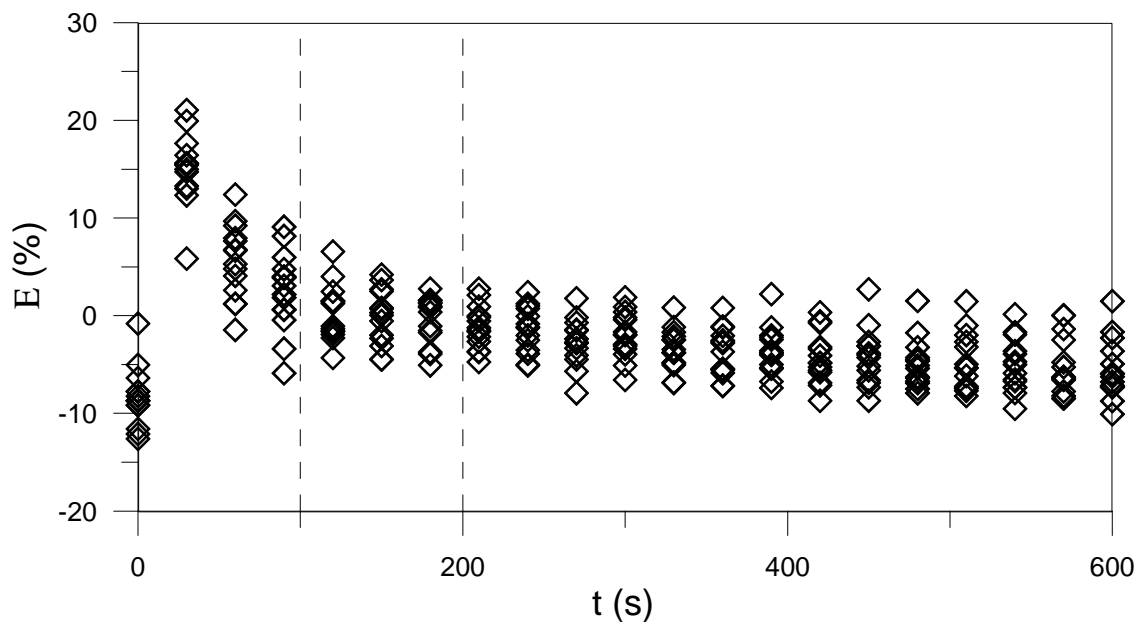


Figura 4.5. Resíduos calculados com a Equação (3.1) para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 70 °C.

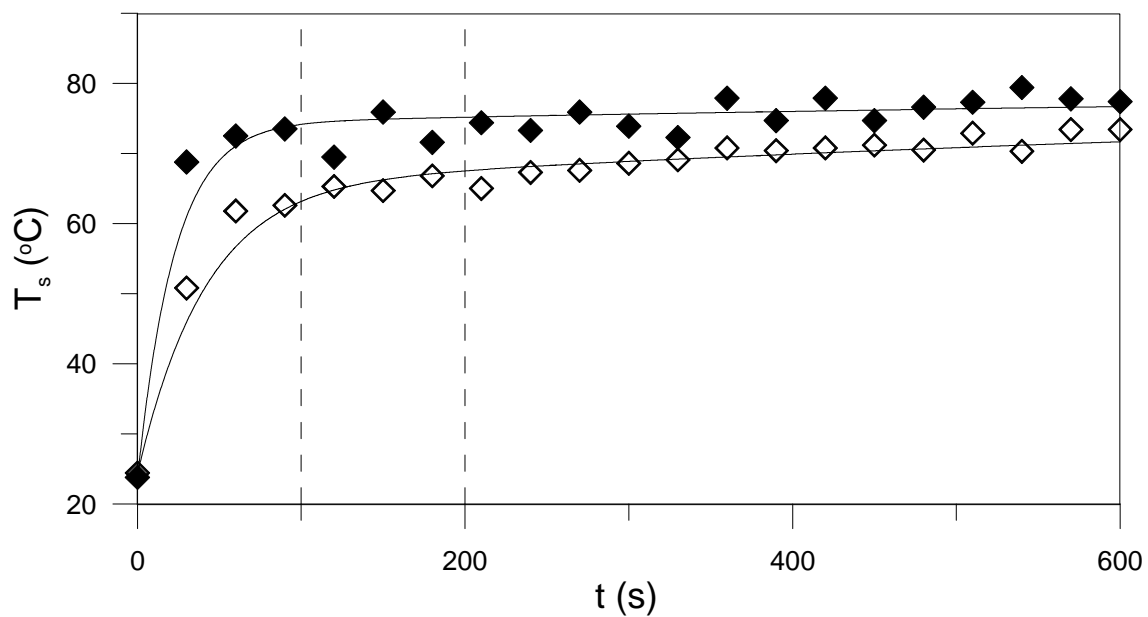


Figura 4.6. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 80 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com o modelo fenomenológico, sendo $M_i = 1,29$ (\diamond) e $M_i = 0,54$ (\blacklozenge).

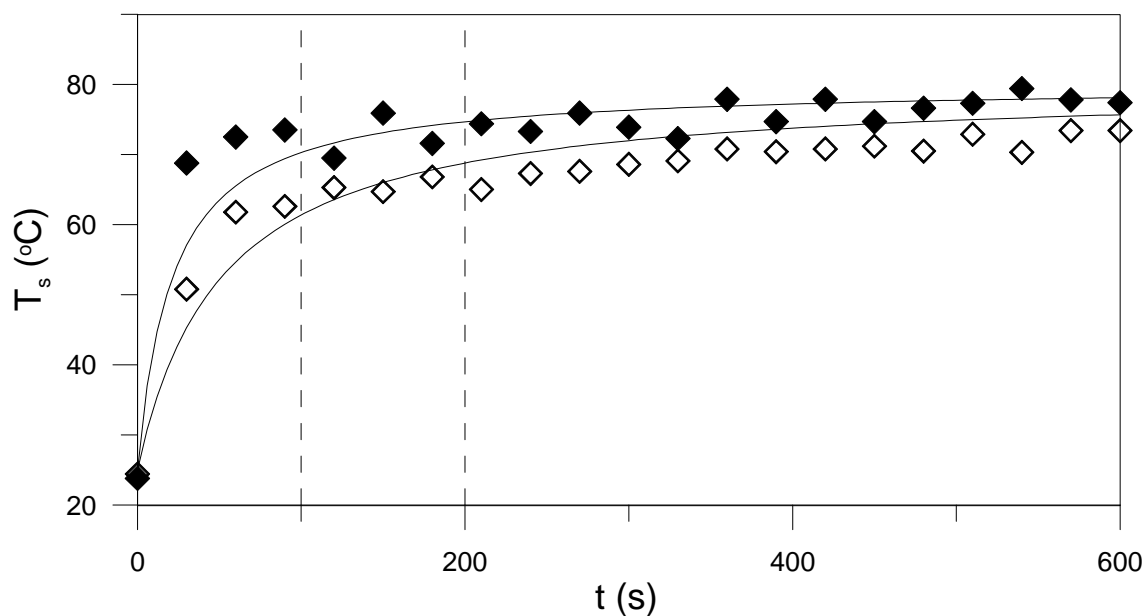


Figura 4.7. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 80 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com a Equação (3.1), sendo $M_i = 1,29$ (\diamond) e $M_i = 0,54$ (\blacklozenge).

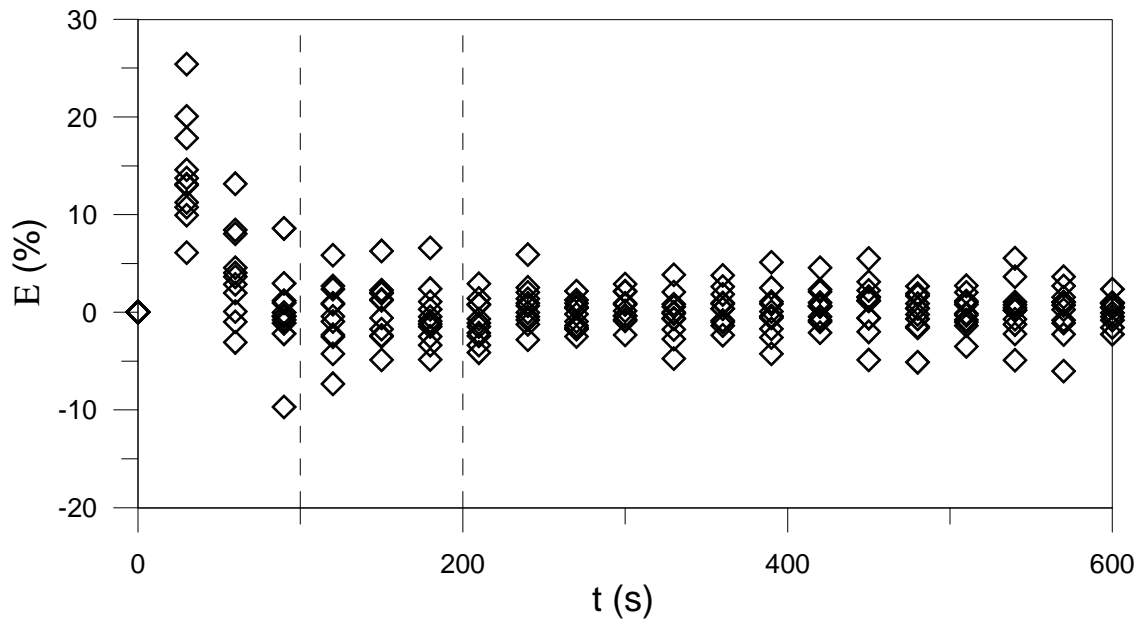


Figura 4.8. Resíduos calculados com o modelo fenomenológico para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 80 °C.

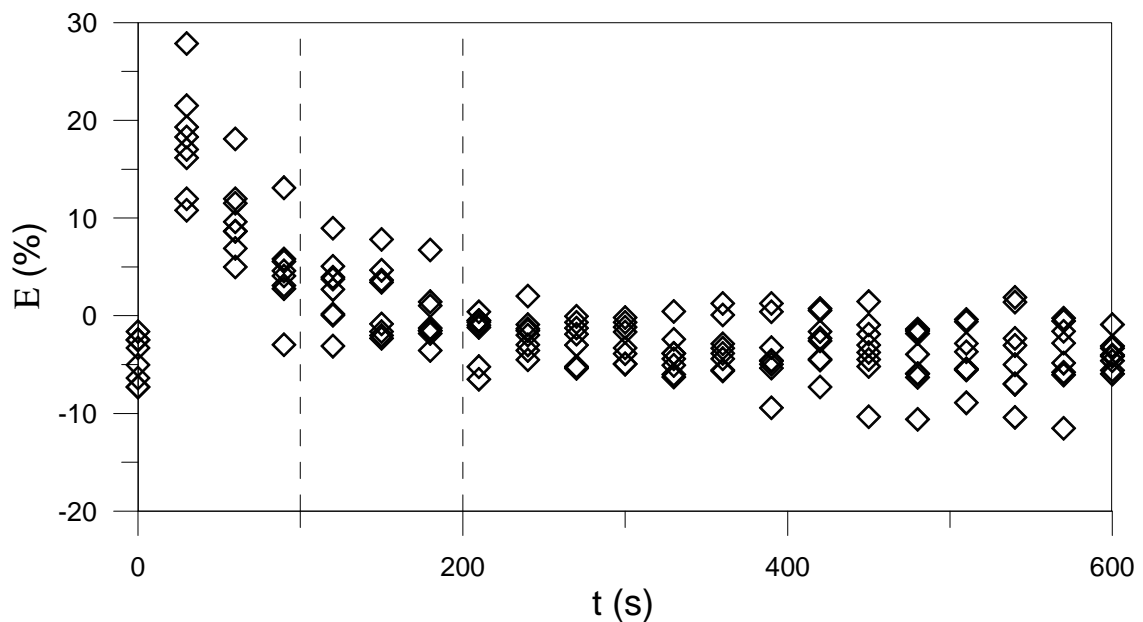


Figura 4.9. Resíduos calculados com a Equação (3.1) para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 80 °C.

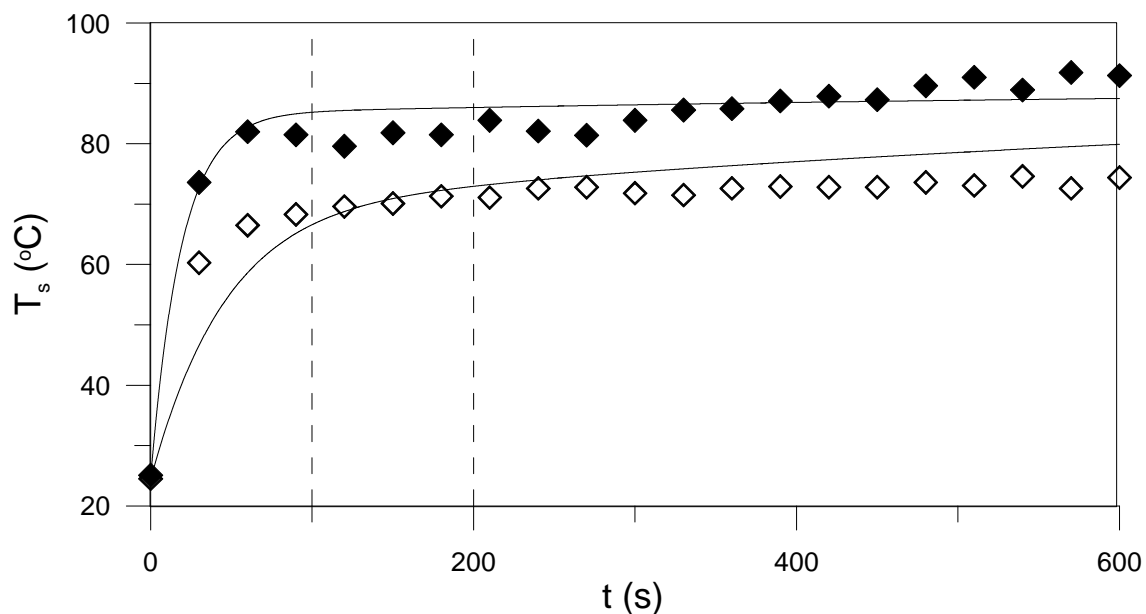


Figura 4.10. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 90 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com o modelo fenomenológico, sendo $M_i = 1,44$ (\diamond) e $M_i = 0,39$ (\blacklozenge).

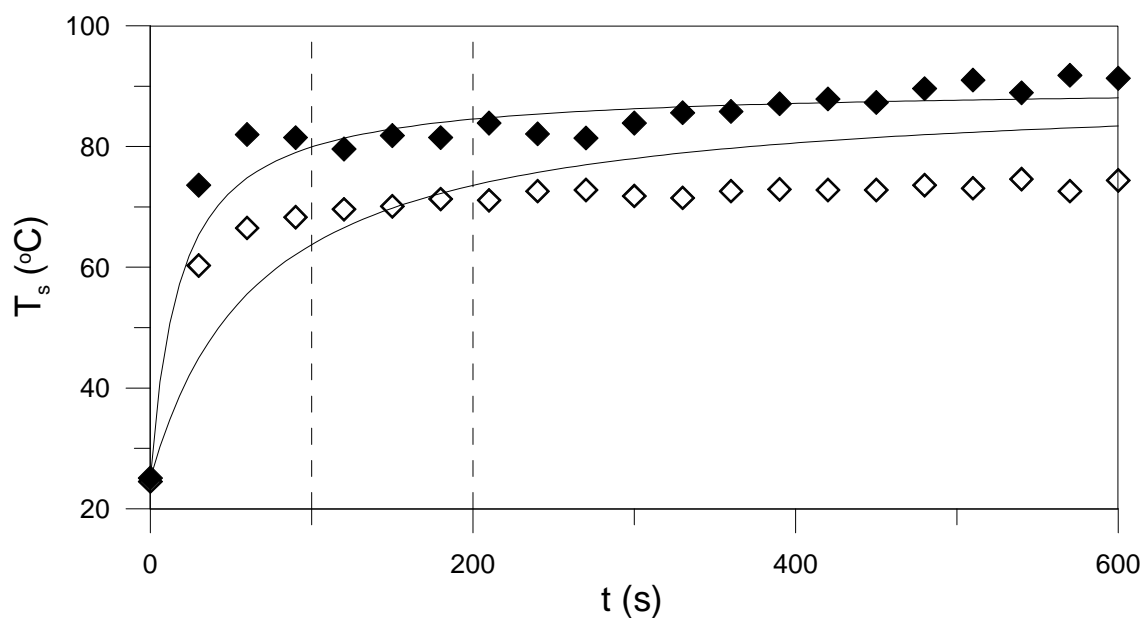


Figura 4.11. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 90 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com a Equação (3.1), sendo $M_i = 1,44$ (\diamond) e $M_i = 0,39$ (\blacklozenge).

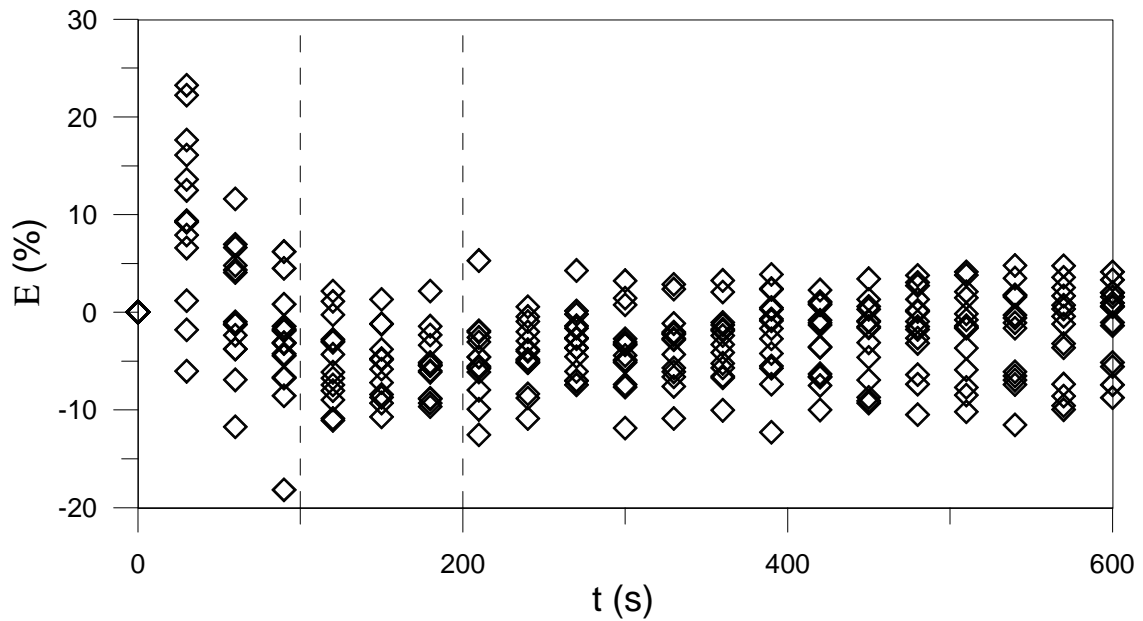


Figura 4.12. Resíduos calculados com o modelo fenomenológico e para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 90 °C.

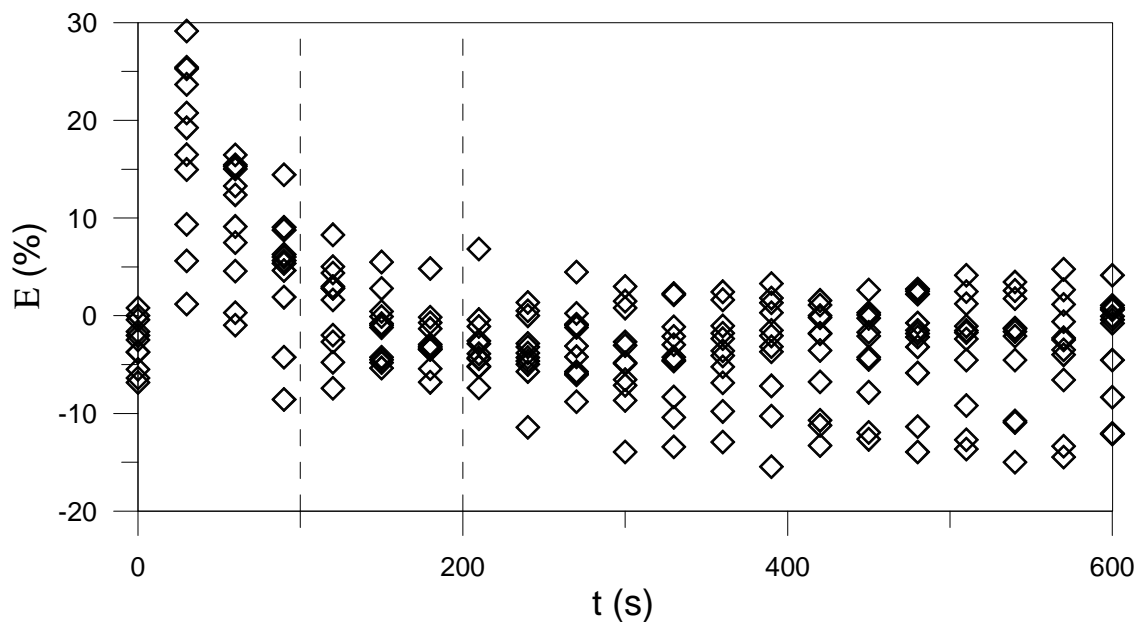


Figura 4.13. Resíduos calculados com a Equação (3.1) para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 90 °C.

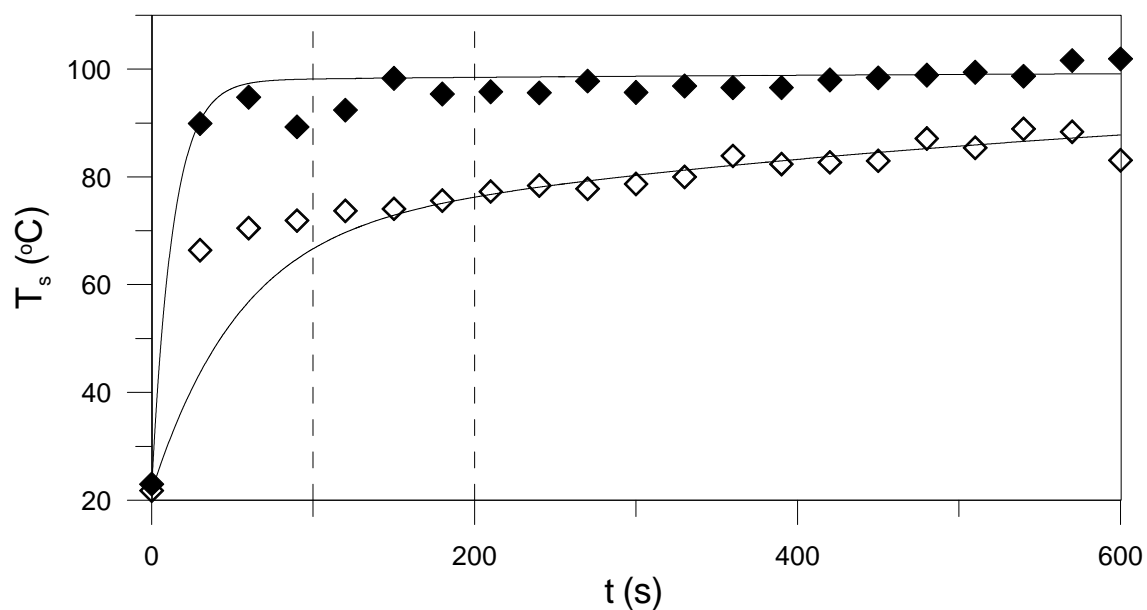


Figura 4.14. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 100 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com o modelo fenomenológico, sendo $M_i = 1,65$ (\diamond) e $M_i = 0,14$ (\blacklozenge).

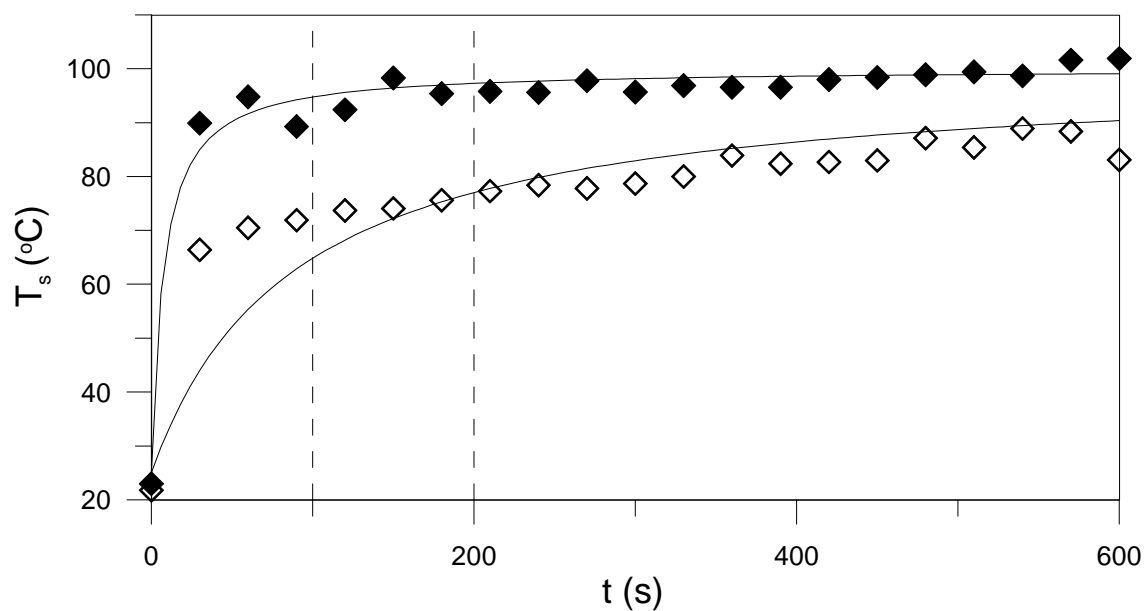


Figura 4.15. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 100 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com a Equação (3.1), sendo $M_i = 1,65$ (\diamond) e $M_i = 0,14$ (\blacklozenge).

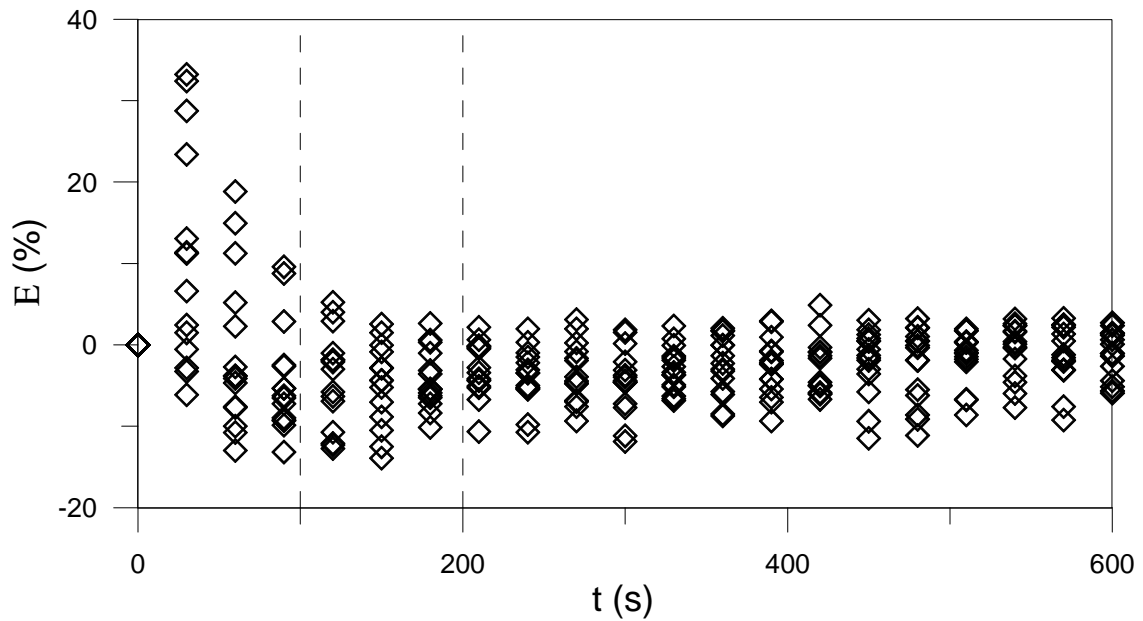


Figura 4.16. Resíduos calculados com o modelo fenomenológico para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 100 °C.

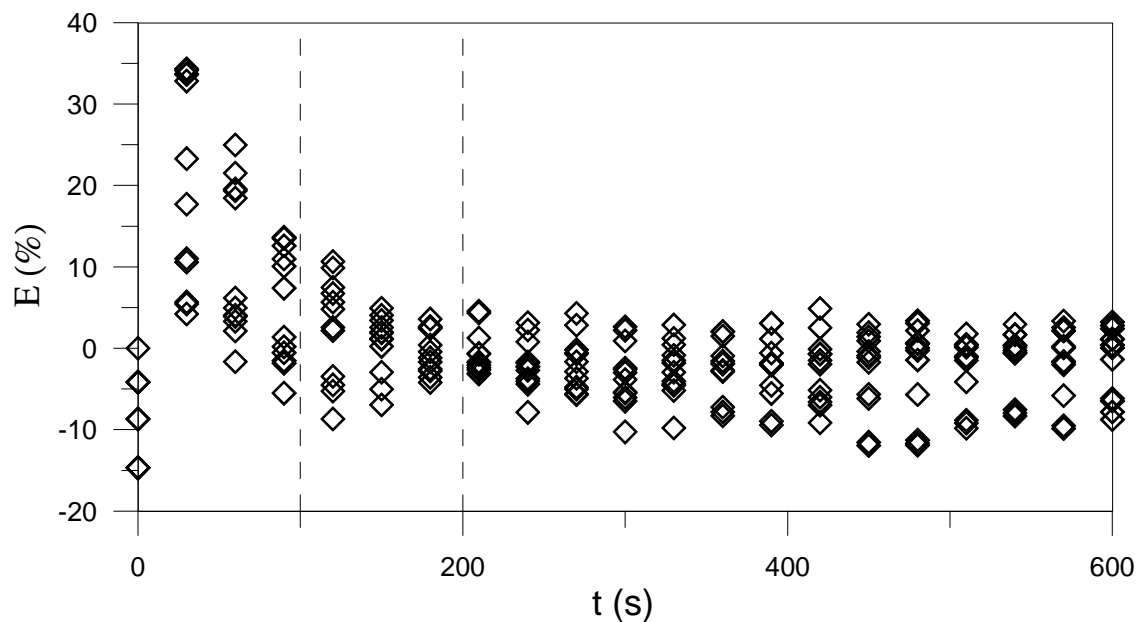


Figura 4.17. Resíduos calculados com a Equação (3.1) para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 100 °C.

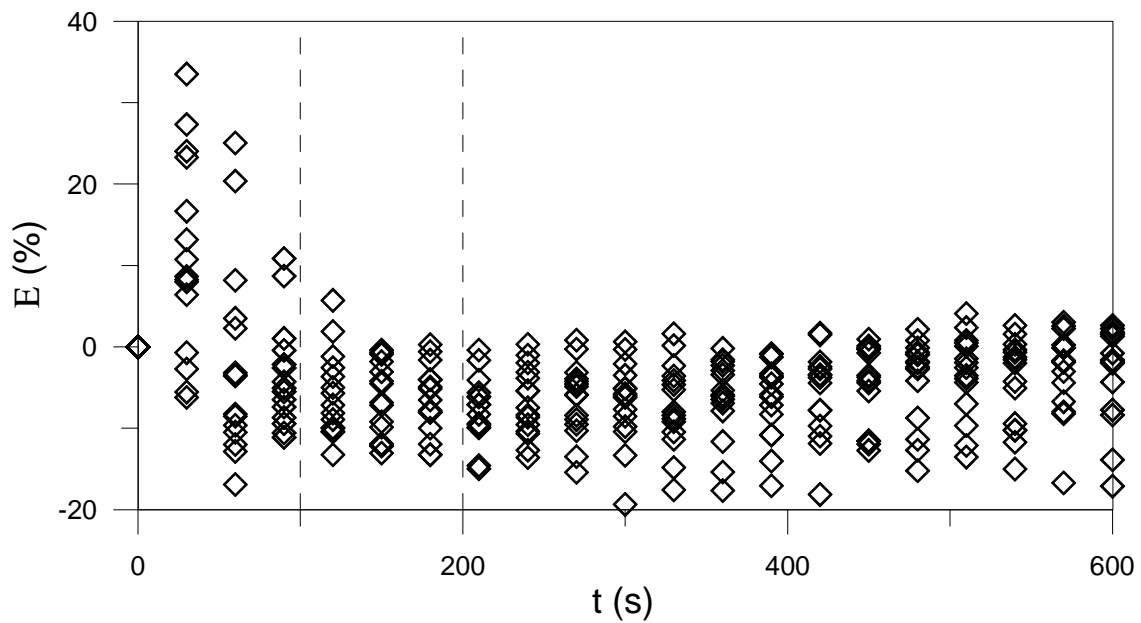


Figura 4.18. Resíduos calculados com o modelo fenomenológico para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 110 °C.

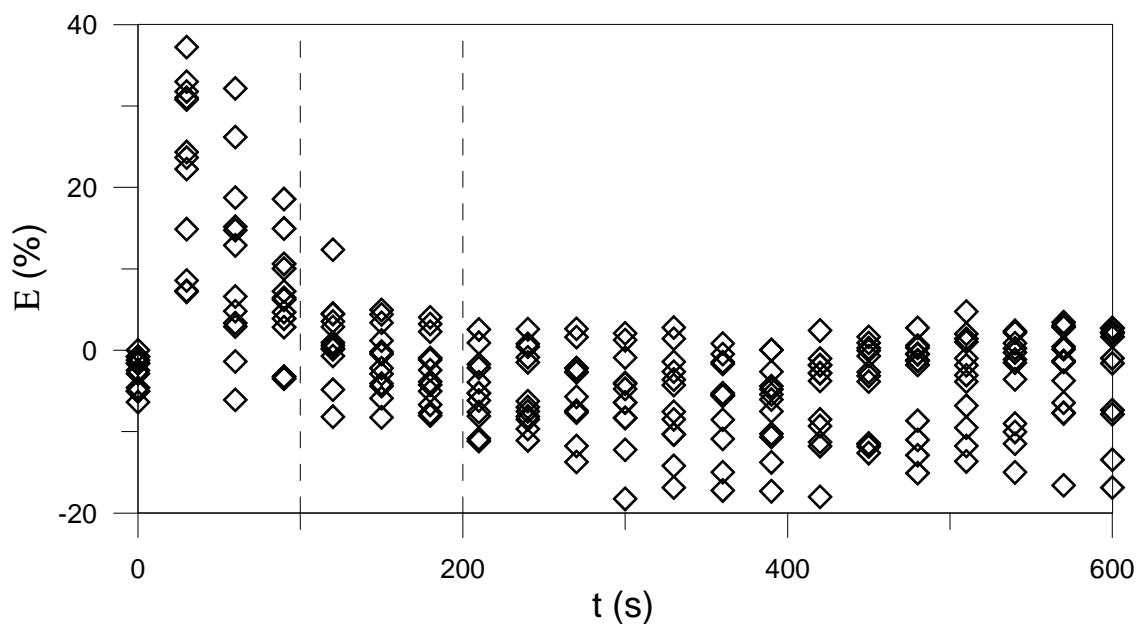


Figura 4.19. Resíduos calculados com a Equação (3.1) para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 110 °C.

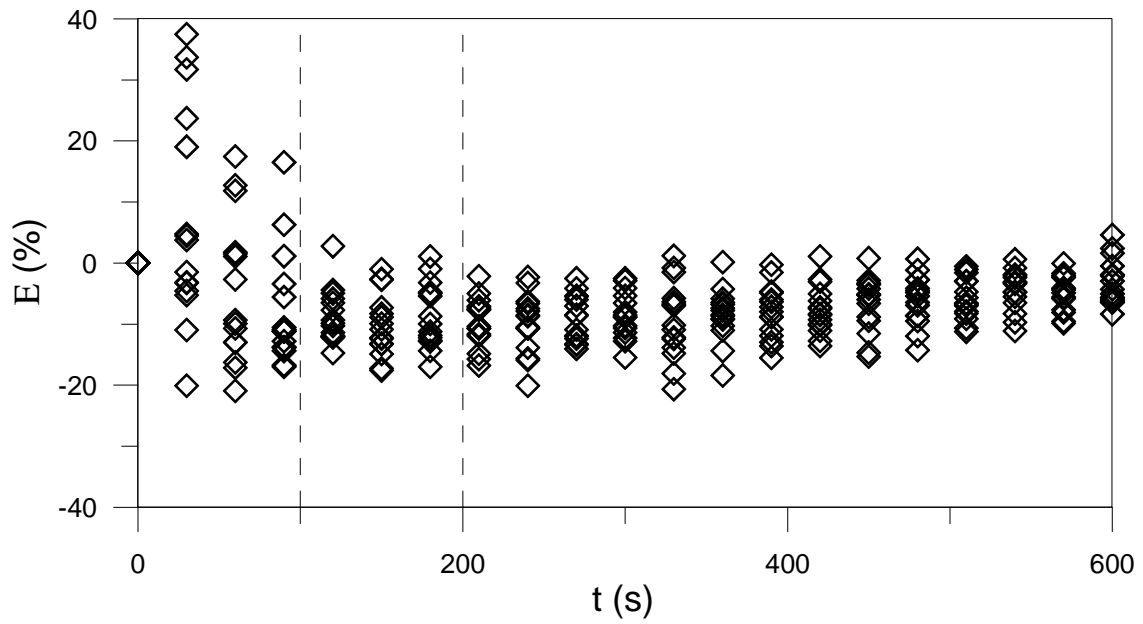


Figura 4.20. Resíduos calculados com o modelo fenomenológico para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 120 °C.

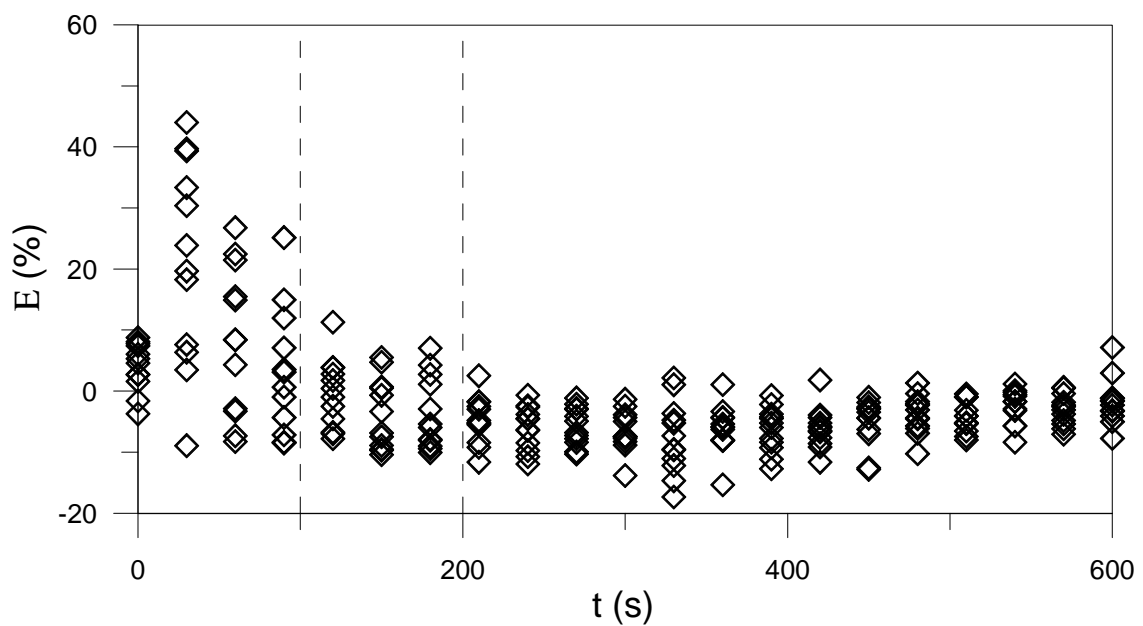


Figura 4.21. Resíduos calculados com a Equação (3.1) para todas as umidades iniciais testadas a uma temperatura de secagem de 120 °C.

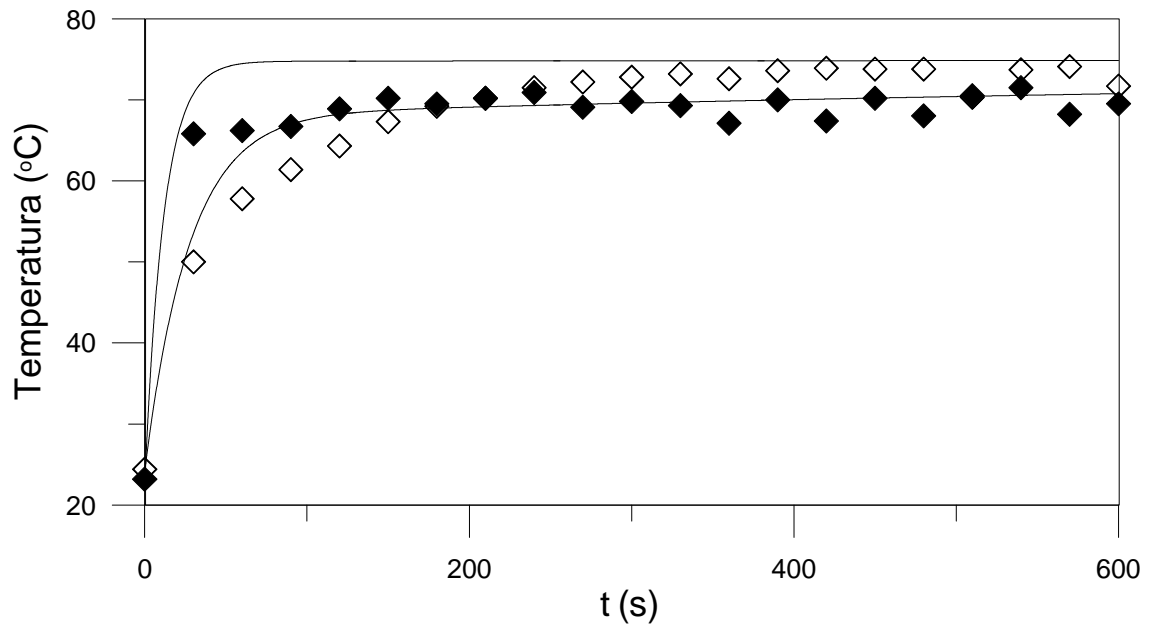


Figura 4.22. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 75 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas com o modelo fenomenológico (linha contínua), sendo $M_i = 0,75$ (◇) e $M_i = 0,47$ (◆).

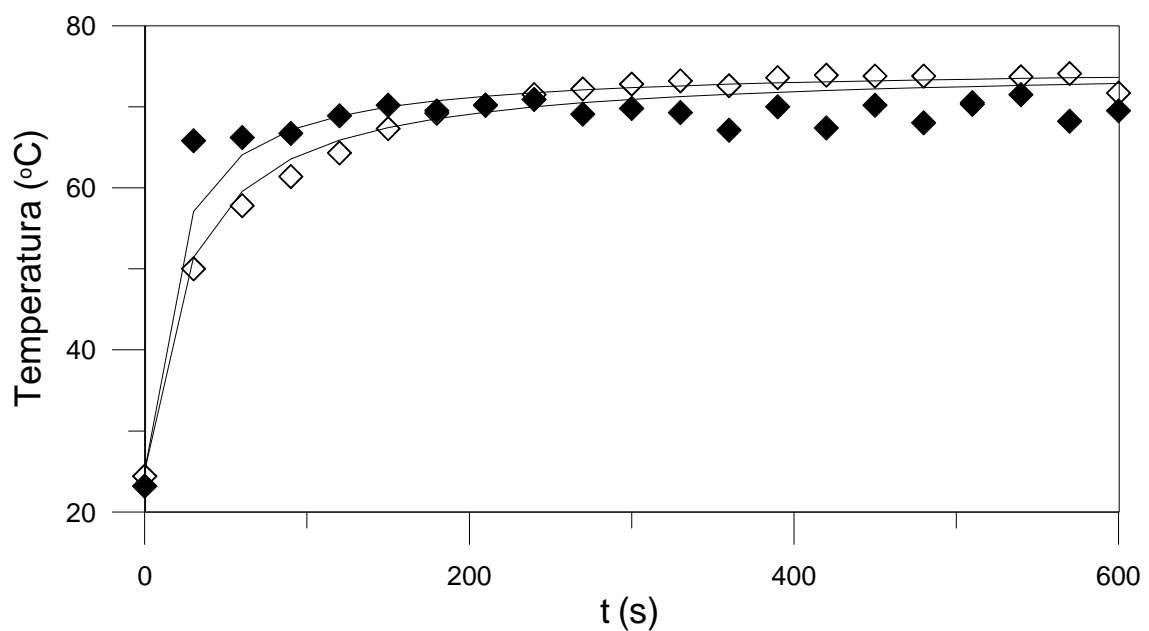


Figura 4.23. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 75 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e validação da Equação 3.1 (linha contínua), sendo $M_i = 0,75$ (◇) e $M_i = 0,47$ (◆).

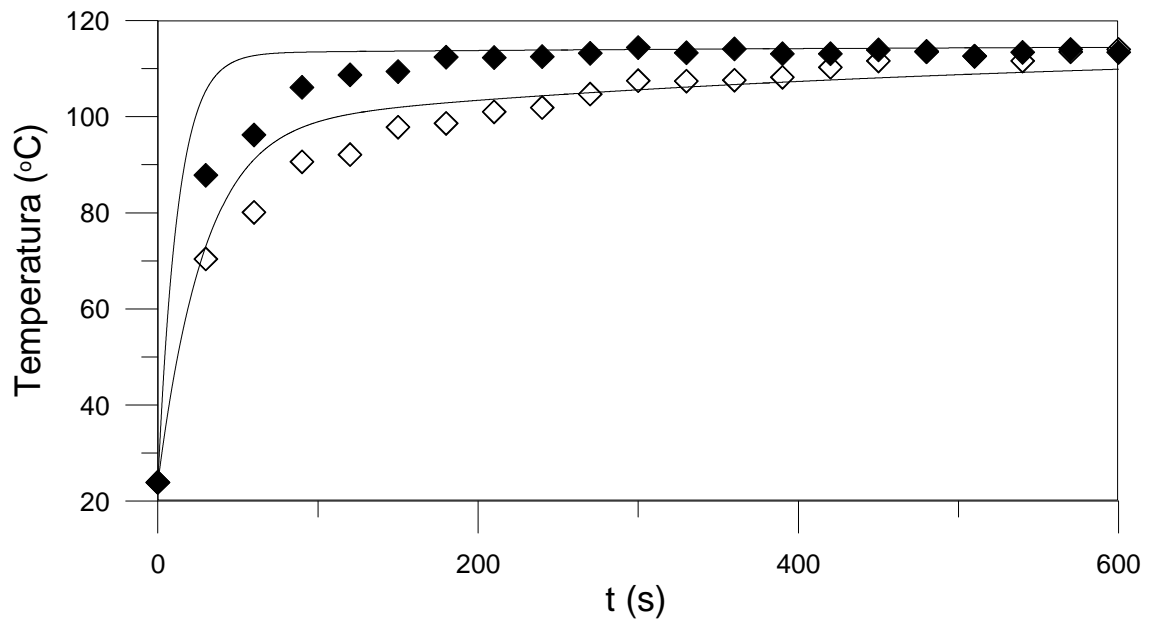


Figura 4.24. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 115 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas com o modelo fenomenológico (linha contínua), sendo $M_i = 0,76$ (\diamond) e $M_i = 0,11$ (\blacklozenge).

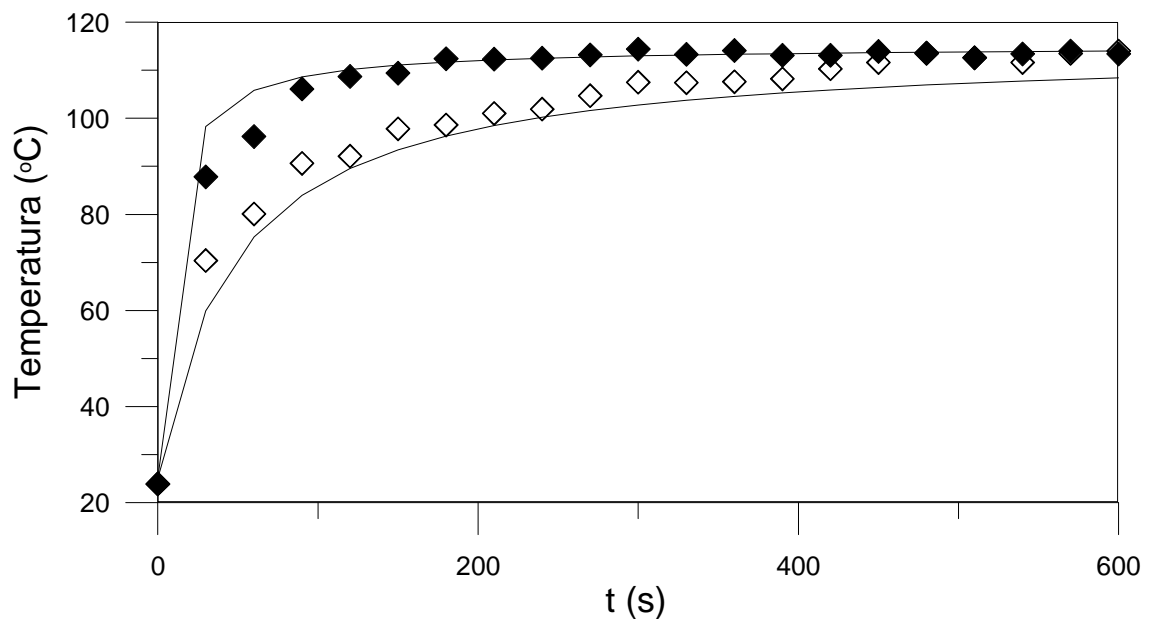


Figura 4.25. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 115 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e validação da Equação 3.1 (linha contínua), sendo $M_i = 0,76$ (\diamond) e $M_i = 0,11$ (\blacklozenge).

As Figuras 4.23 e 4.24 apresentam os resultados experimentais nas temperaturas de 75 e 115 °C utilizados na validação da Equação 3.1. Dados experimentais semelhantes aos apresentados nas Figuras 4.2, 4.6, 4.10, 4.14, 4.18 e 4.22, para temperaturas de secagem de 85, 95, 105 °C foram utilizados juntamente com os resultados nas demais temperaturas para estimar o h_m e também para validação da Equação (3.1) e, estão presentes no Anexo A.

A confiabilidade das temperaturas das folhas de erva-mate determinadas com o modelo fenomenológico (Equações 3.8 e 3.16) é um aspecto fundamental para um controle efetivo da umidade das folhas com base no controle inferencial sugerido. Estimativas realísticas de umidade das folhas de erva-mate na saída do secador de esteira são encontradas somente com a alimentação de valores consistentes de temperatura da fase sólida do secador no modelo inferencial. Como já explicado anteriormente, o controle inferencial utiliza temperaturas das folhas calculadas com o modelo fenomenológico em um tempo de residência de 150 s para determinar a umidade na entrada do secador (Equação 3.1). Baseado em estimativa confiável da umidade na alimentação, que corresponde ao fator pré-exponencial na Equação (3.2) ou ao primeiro termo entre chaves no lado direito da Equação (4.1), o modelo de inferência deve estimar corretamente os valores da variável não medida a ser controlada (umidade na descarga), em qualquer tempo de secagem.

$$M = \left\{ \frac{\tau(T_g - T_s)}{(T_s - T_{si})[62 \ln(T_g) - 232]} \right\} \exp \left[-0.112t \exp \left(\frac{-401}{T_g} \right) \right] \quad (4.1)$$

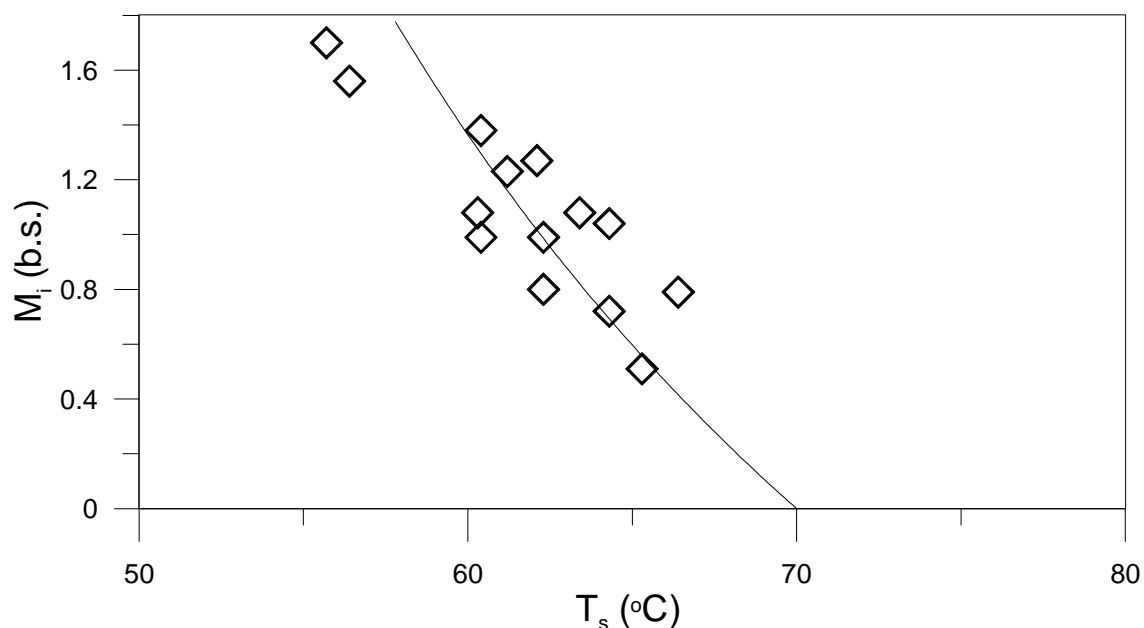


Figura 4.26. Comparação entre umidades iniciais experimentais (\diamond) e calculadas (linhas) pela Equação (3.1) com base na temperatura da superfície das folhas de erva-mate medidas em $\tau = 150$ s a uma temperatura de secagem de 70 °C.

As Figuras 4.26 a 4.31 evidenciam a correlação entre a umidade inicial e a temperatura das folhas referentes a um tempo de residência no secador batelada igual a 150 s. Para todas as temperaturas de secagem empregadas, os resultados experimentais foram descritos pela Equação (3.1) envolvendo parâmetros definidos na Equação (4.1). A ausência de tendências nos resíduos, observada pela distribuição, corrobora a validade do modelo inferencial baseado na estimativa de umidades iniciais com a Equação (3.1). Outro ponto positivo interessante nestas figuras é que as umidades iniciais aproximam-se de zero quando a temperatura da superfície é próxima a da temperatura do gás de secagem utilizada, o que é consistente com considerações teóricas, com relação aos dados experimentais.

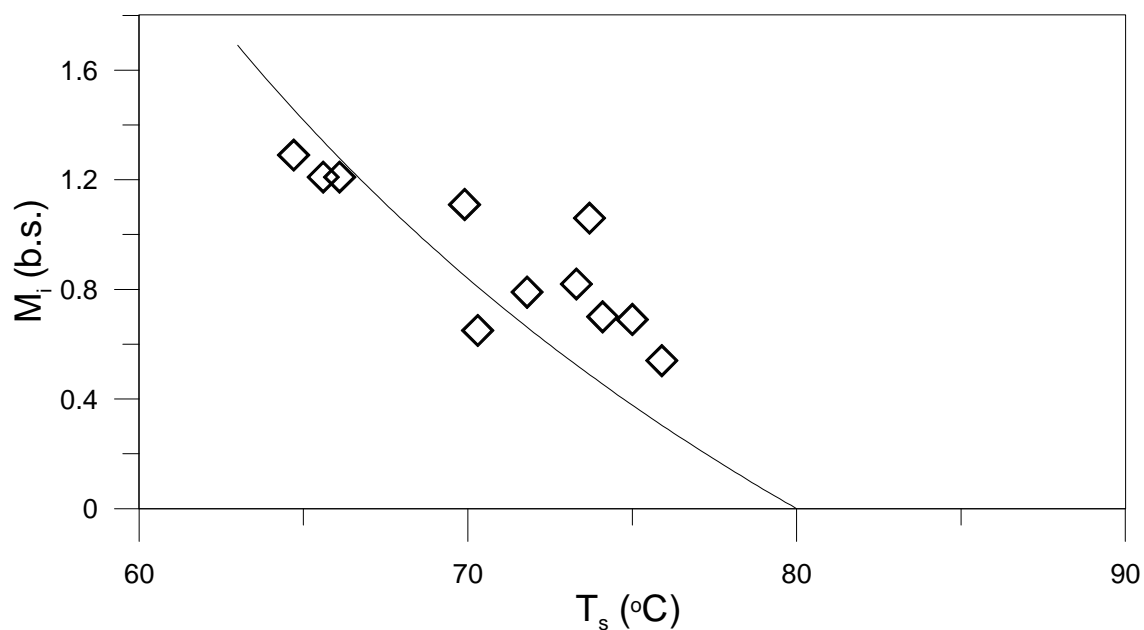


Figura 4.27. Comparação entre umidades iniciais experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) pela Equação (3.1) com base na temperatura da superfície das folhas de erva-mate medidas em $\tau = 150$ s a uma temperatura de secagem de 80 °C.

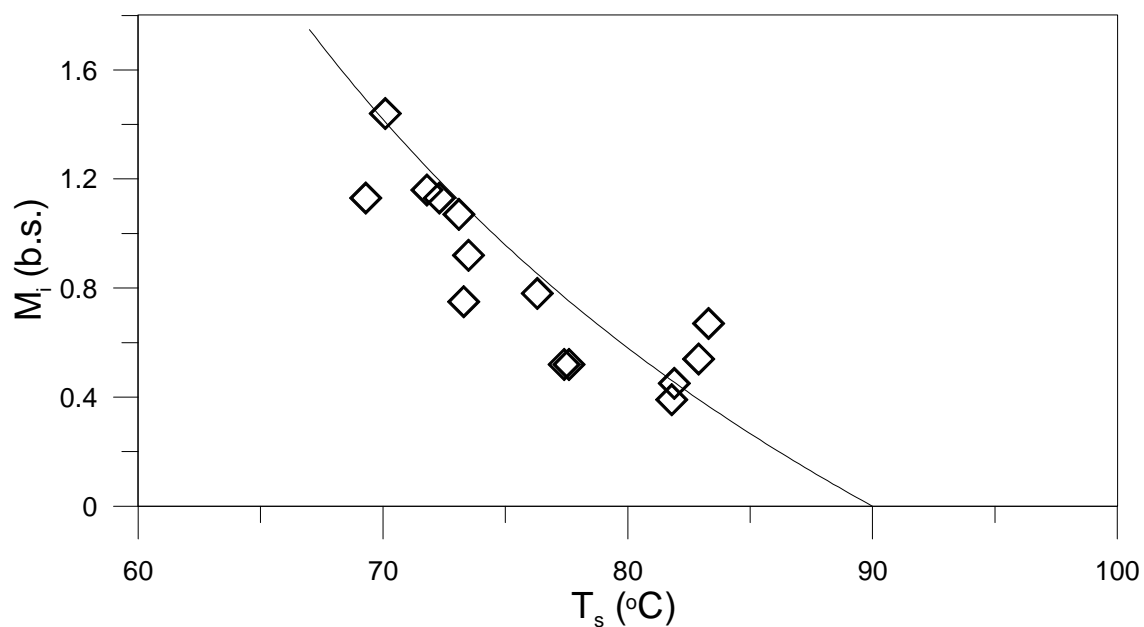


Figura 4.28. Comparação entre umidades iniciais experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) pela Equação (3.1) com base na temperatura da superfície das folhas de erva-mate medidas em $\tau = 150$ s a uma temperatura de secagem de 90 °C.

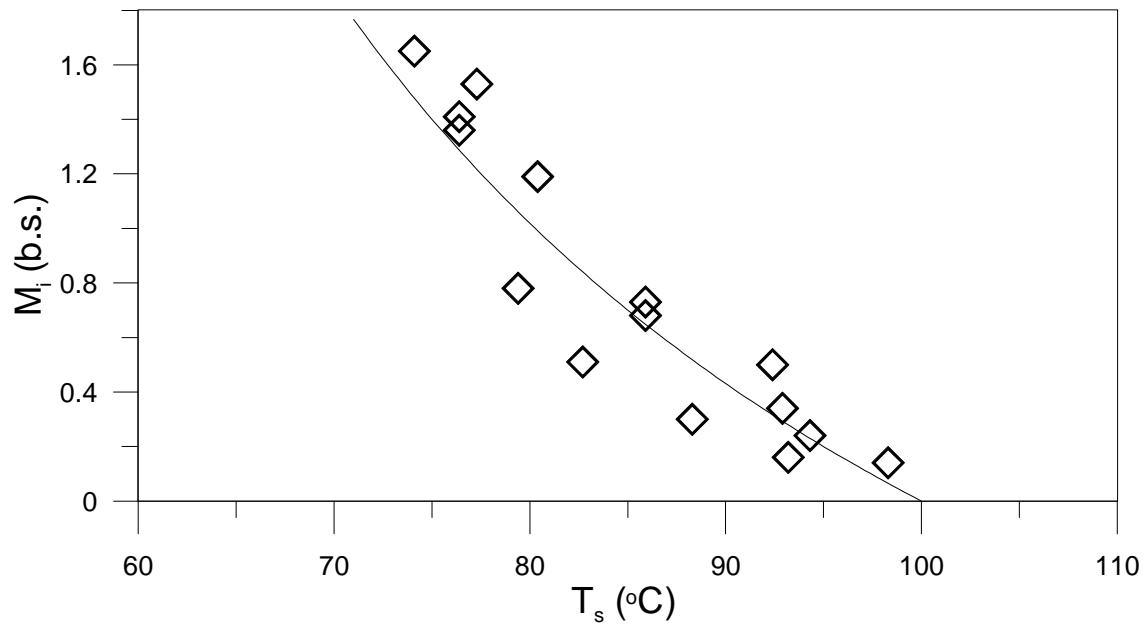


Figura 4.29. Comparação entre umidades iniciais experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) pela Equação (3.1) com base na temperatura da superfície das folhas de erva-mate medidas em $\tau = 150$ s a uma temperatura de secagem de 100 °C.

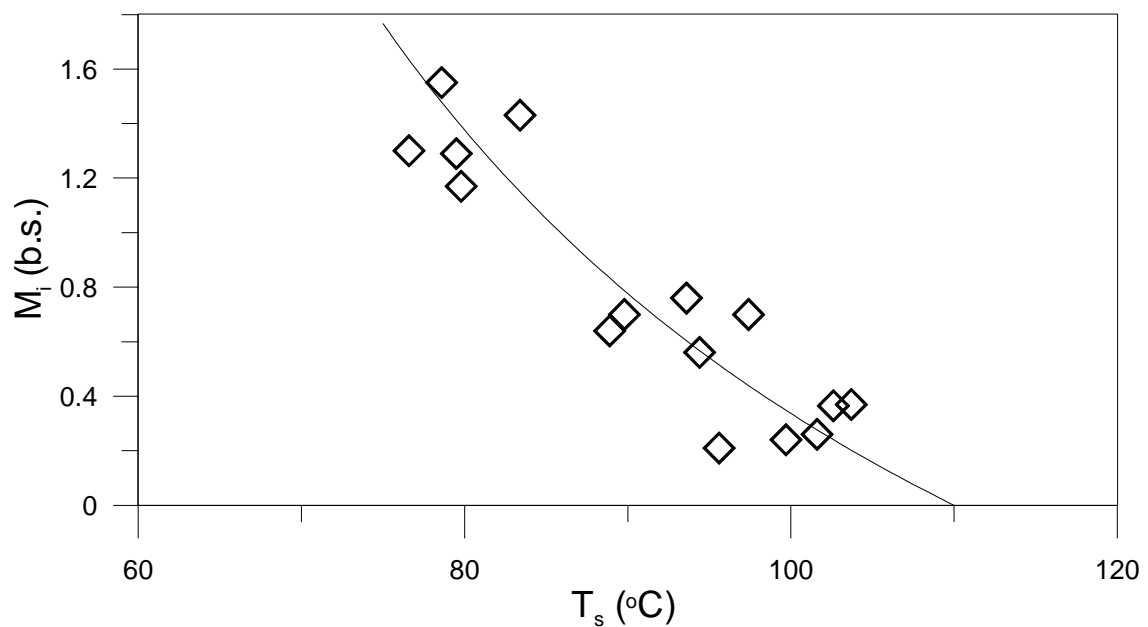


Figura 4.30. Comparação entre umidades iniciais experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) pela Equação (3.1) com base na temperatura da superfície das folhas de erva-mate medidas em $\tau = 150$ s a uma temperatura de secagem de 110 °C.

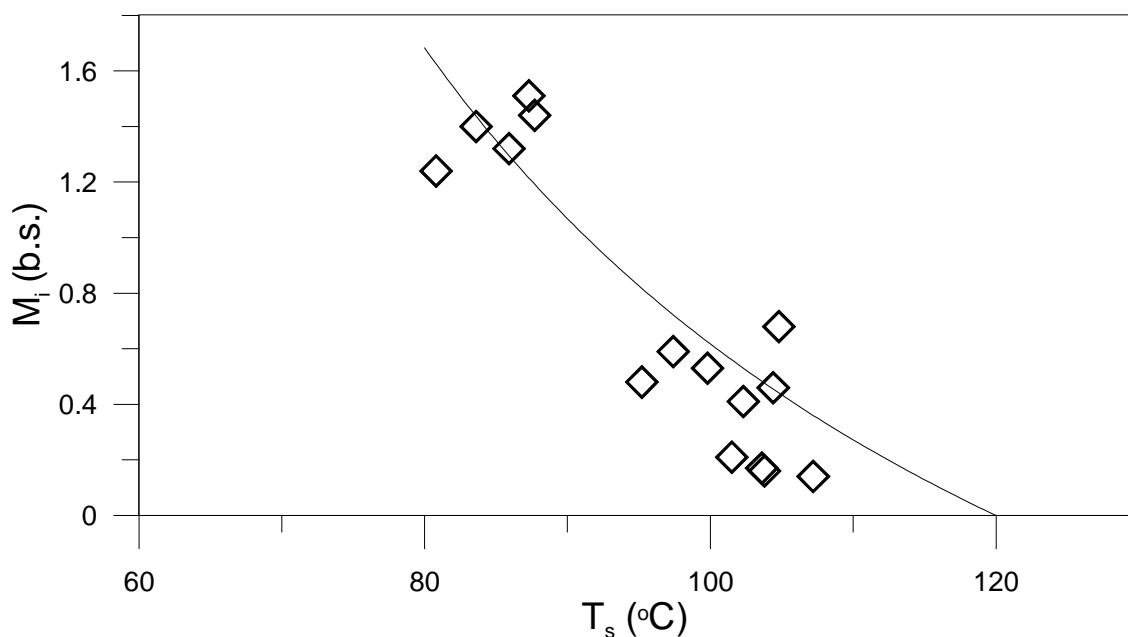


Figura 4.31. Comparação entre umidades iniciais experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) pela Equação (3.1) com base na temperatura da superfície das folhas de erva-mate medidas em $\tau = 150$ s a uma temperatura de secagem de 120 °C.

Curvas de secagem nas diferentes temperaturas investigadas são reportadas nas Figura 4.32 a 4.37. O modelo fenomenológico de secagem (Equações 3.21), assim como o empírico (Equação 3.2), cujo conjunto de parâmetros ajustados é mostrado na Equação (4.1), não somente descrevem corretamente o decréscimo de umidade em um período de taxa constante, mas também reproduzem de maneira ainda mais precisa os valores experimentais de umidade nos intervalos de queda de velocidade de secagem, onde a variável controlada aproxima-se do *set-point* (2,4 a 3,4 % b.s.). O acordo entre os resultados experimentais e calculados obtidos com o modelo fenomenológico indica que este se apresenta como uma ferramenta matemática consistente para obtenção de respostas de umidade virtuais em malhas abertas e fechadas em um secador de esteira, na presença de perturbações aleatórias do processo. A consistência do modelo empírico de secagem (Equação 3.2), o qual é empregado no modelo inferencial, torna este último capaz de estimar corretamente a variável controlada com base em resultados de temperaturas das folhas de erva-mate.

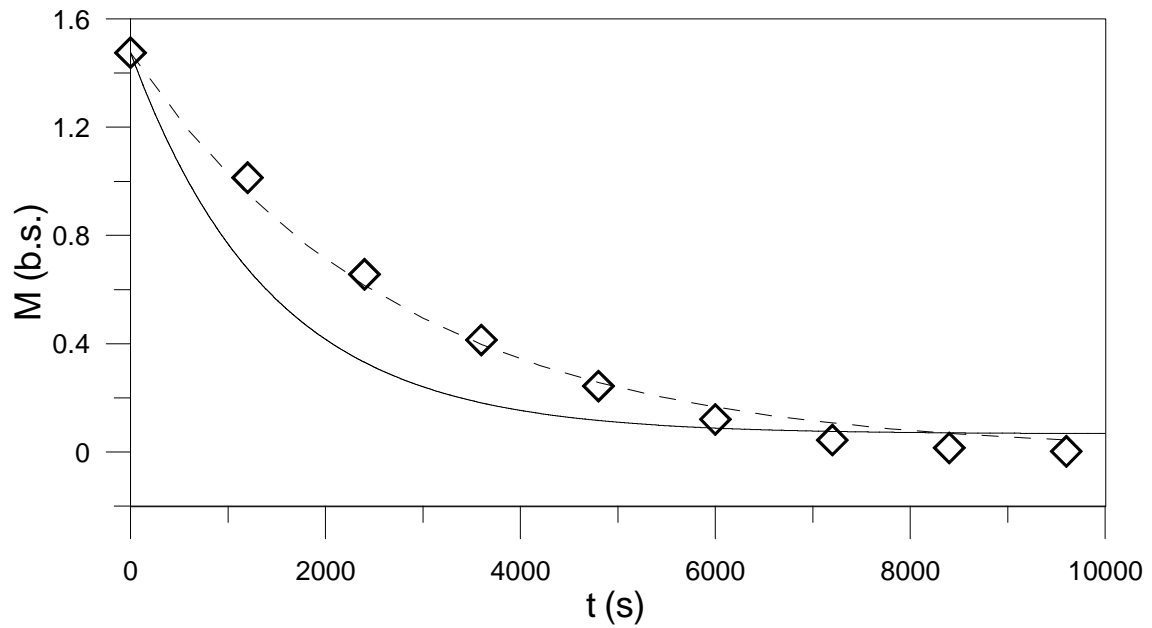


Figura 4.32. Curvas experimentais (símbolos) e calculadas (linha sólida: modelo fenomenológico; tracejada: modelo empírico) de secagem a 70 °C.

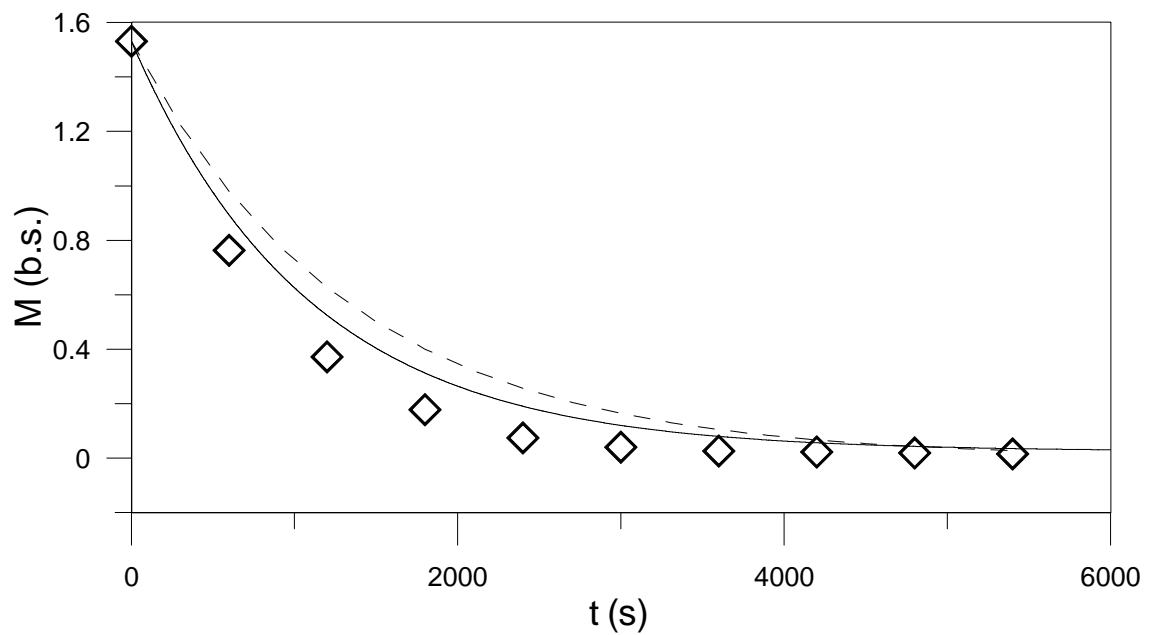


Figura 4.33. Curvas experimentais (símbolos) e calculadas (linha sólida: modelo fenomenológico; tracejada: modelo empírico) de secagem a 80 °C.

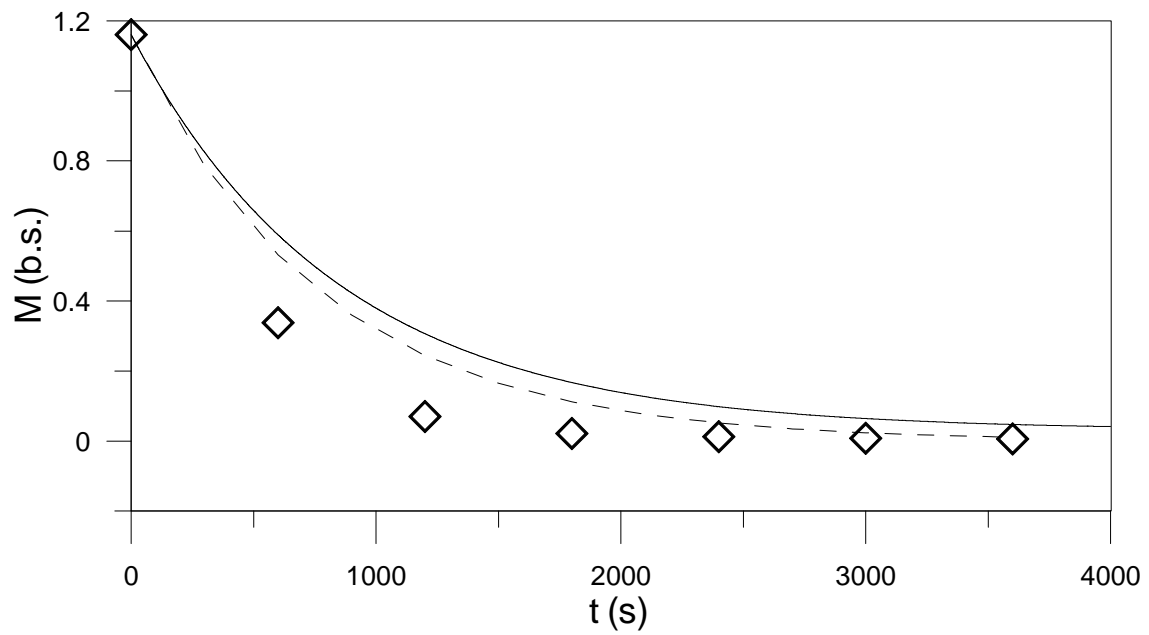


Figura 4.34. Curvas experimentais (símbolos) e calculadas (linha sólida: modelo fenomenológico; tracejada: modelo empírico) de secagem a 90 °C .

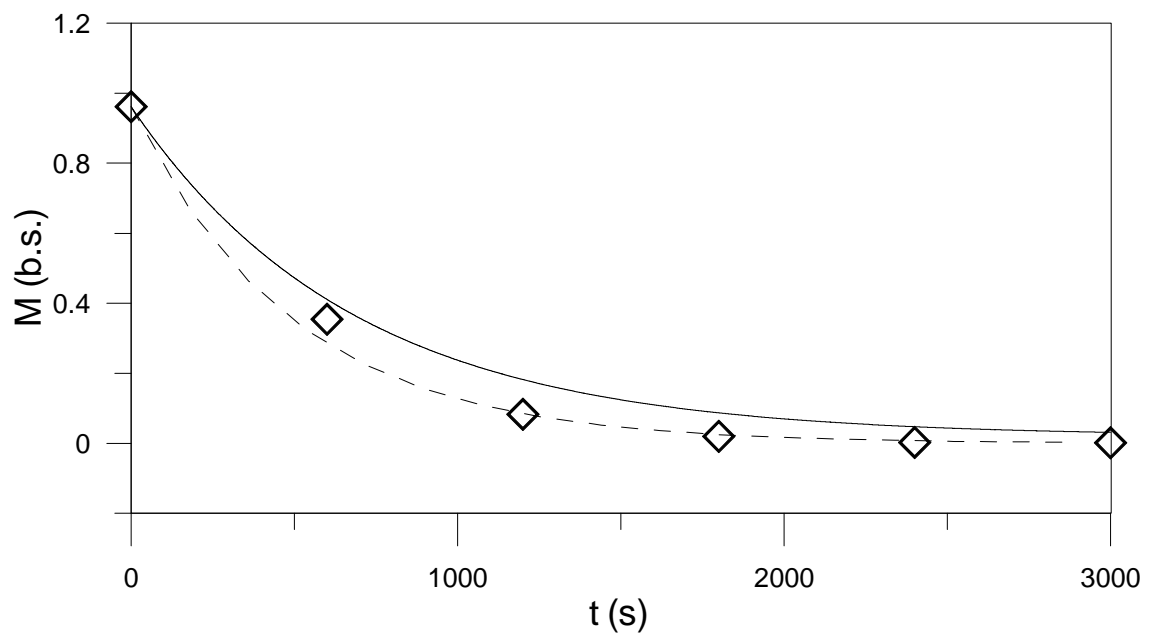


Figura 4.35. Curvas experimentais (símbolos) e calculadas (linha sólida: modelo fenomenológico; tracejada: modelo empírico) de secagem a 100 °C .

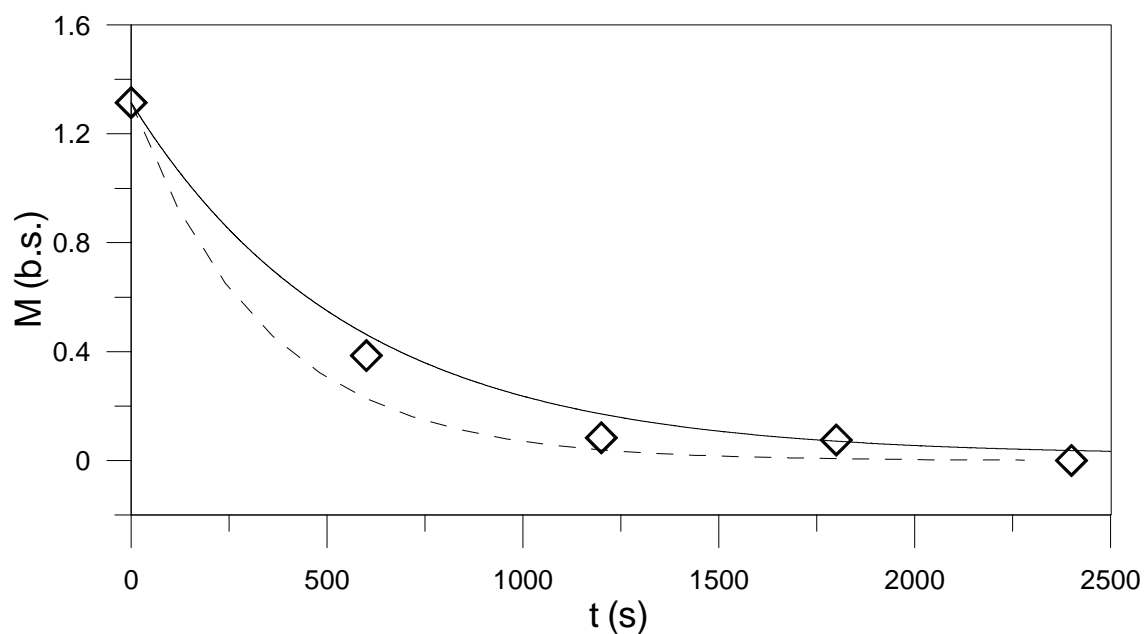


Figura 4.36. Curvas experimentais (símbolos) e calculadas (linha sólida: modelo fenomenológico; tracejada: modelo empírico) de secagem a 110 °C.

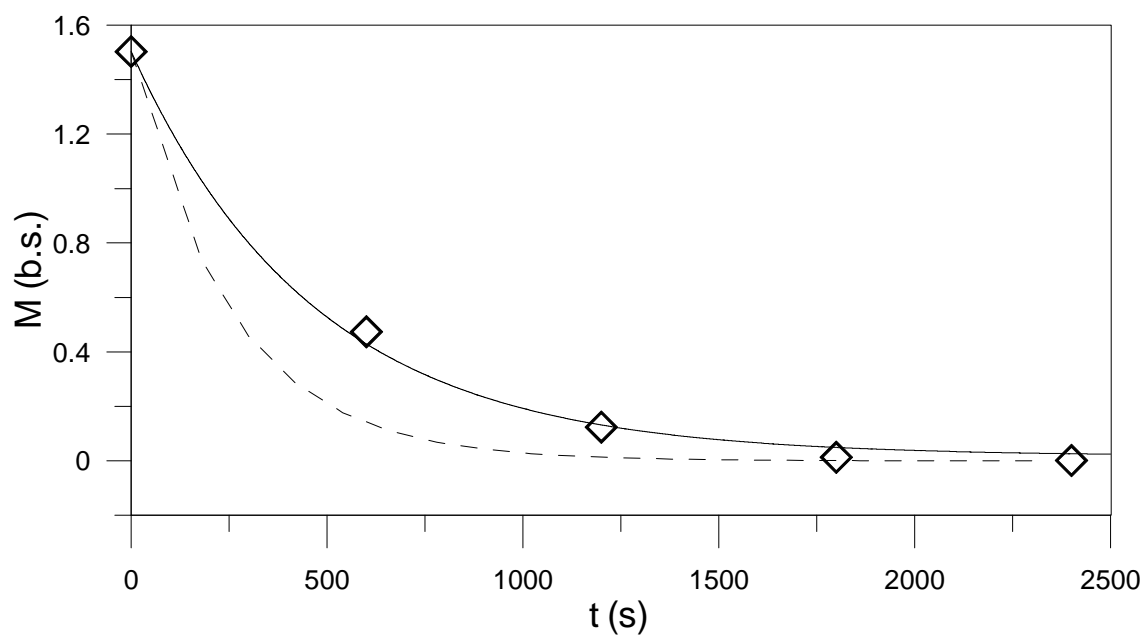


Figura 4.37. Curvas experimentais (símbolos) e calculadas (linha sólida: modelo fenomenológico; tracejada: modelo empírico) de secagem a 120 °C.

Dados semelhantes aos apresentados nas Figuras 4.32 a 4.37 em temperaturas intermediárias foram utilizados para a validação dos modelos propostos e alguns e são apresentados no Anexo B.

4.2.2 Controle do Processo de Secagem

O conjunto de parâmetros do controlador PID que permitiu a estabilidade da operação de controle foi obtido por aplicação do procedimento de ajuste descrito em detalhes na seção 3.2.4 (Estratégia de Controle Inferencial). Neste procedimento, uma velocidade ótima da esteira transportadora aproximadamente igual a $0,01 \text{ m s}^{-1}$, revelada nas Figuras 4.39 e 4.40, foi escolhida para definir a posição do sensor de temperatura de infravermelho ($1,5 = u_c \tau$). Em particular, encontrou-se um tempo derivativo igual a 5,78 s, enquanto o ganho do processo e o tempo integral foram de $0,11 \text{ m s}^{-1}$ e 0.93 s, respectivamente.

Embora o ganho do controlador PID geralmente seja adimensional, neste caso isso não ocorre porque a variável manipulada (u_c) e a variável controlada (M_0) têm dimensões diferentes. Portanto, para a equação do PID ter consistência dimensional, o ganho do controlador (K_p) tem que ter a mesma dimensão de u_c , ou seja, $[\text{m s}^{-1}]$, visto que M_0 e, portanto, o “erro” são adimensionais.

O desempenho do controlador PID sintonizado foi explorado por meio da análise de respostas de umidade na descarga do secador de esteira em malha aberta e fechada, quando variações aleatórias da temperatura do gás de secagem e da umidade de alimentação das folhas foram impostas em intervalos de 30 s. A Figura 4.38 ilustra estas perturbações, que foram geradas pela biblioteca IMSL do FORTRAN, as quais são reportadas na literatura durante um processo clássico de secagem em plantas comerciais de manufatura de mate (Zanoelo, Abitante e Meleiro, 2008).

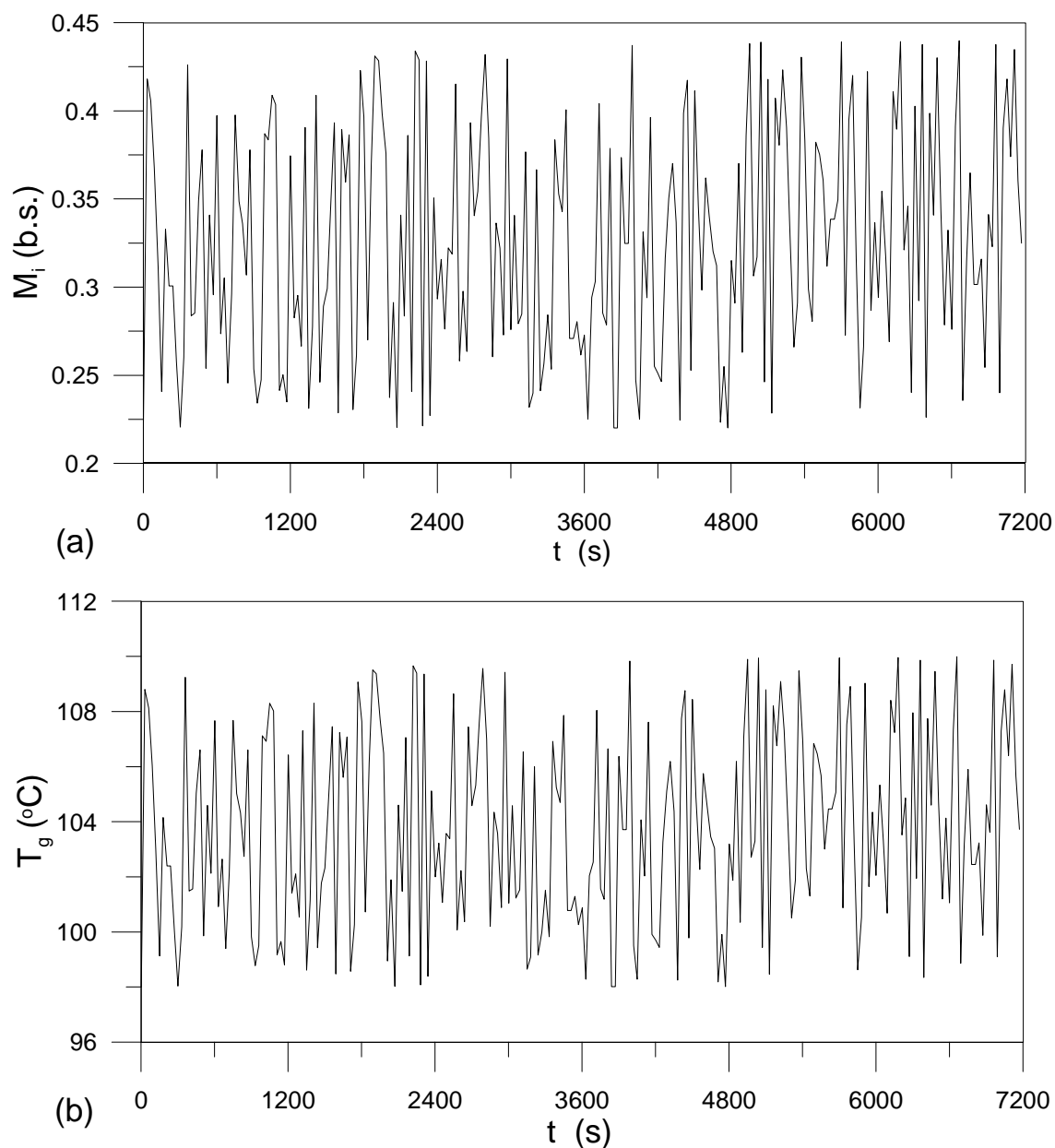


Figura 4.38. Variações aleatórias de umidade das folhas de erva-mate na alimentação (a) e de temperatura do gás de secagem (b).

As simulações em malha fechada apresentadas nas Figuras 4.39b e 4.40b evidenciam um controle rigoroso na umidade da folha de erva-mate na descarga, enquanto que em malha aberta a umidade varia em torno de valores não aceitáveis para a variável controlada para as mesmas perturbações. As Figuras 4.39a e 4.40a não revelam nenhuma ação de controle até 30 s de operação porque neste intervalo de tempo a temperatura da superfície das folhas de erva-mate ainda não foi medida pelo termômetro de infravermelho, o qual se encontra a 1,5 m afastado da entrada do secador. Assim, um valor

constante da variável manipulada pode ser verificada neste período. Após 30 s de secagem, quando a esteira está parcialmente carregada, uma primeira medida de temperatura da fase sólida no secador é registrada e a velocidade da esteira é diminuída a fim de que a umidade na descarga seja reduzida até o *set-point*. Quando a umidade decresce para aproximadamente 3 % (b.s.), a velocidade da esteira é aumentada para permitir a secagem contínua das folhas de erva-mate. A partir deste ponto, a variável manipulada é automaticamente ajustada a cada 30 s para estabilizar o processo frente às perturbações impostas.

Uma comparação entre as respostas em malha fechada e resultados relatados por Zanoelo, Abitante e Meleiro (2008), na presença de perturbações similares, mostra que o modelo inferencial sugerido é uma ferramenta eficiente e econômica que pode ser empregada para substituir os sensores de umidade *on-line* requeridos para controle de secadores de esteira de erva-mate.

Testes de robustez da estratégia de controle inferencial são apresentados no Anexo C. Os resultados reportados na Figura C1 evidenciam que em condições iniciais de operação idênticas as consideradas na Figura 4.39, porém assumindo um *set-point* igual a 0,08 (b.s.), a umidade na descarga mantém-se no valor desejado. A Figura C2 reforça a robustez do controlador visto que o mesmo mantém a umidade na descarga após uma mudança no *set-point* com o secador em operação.

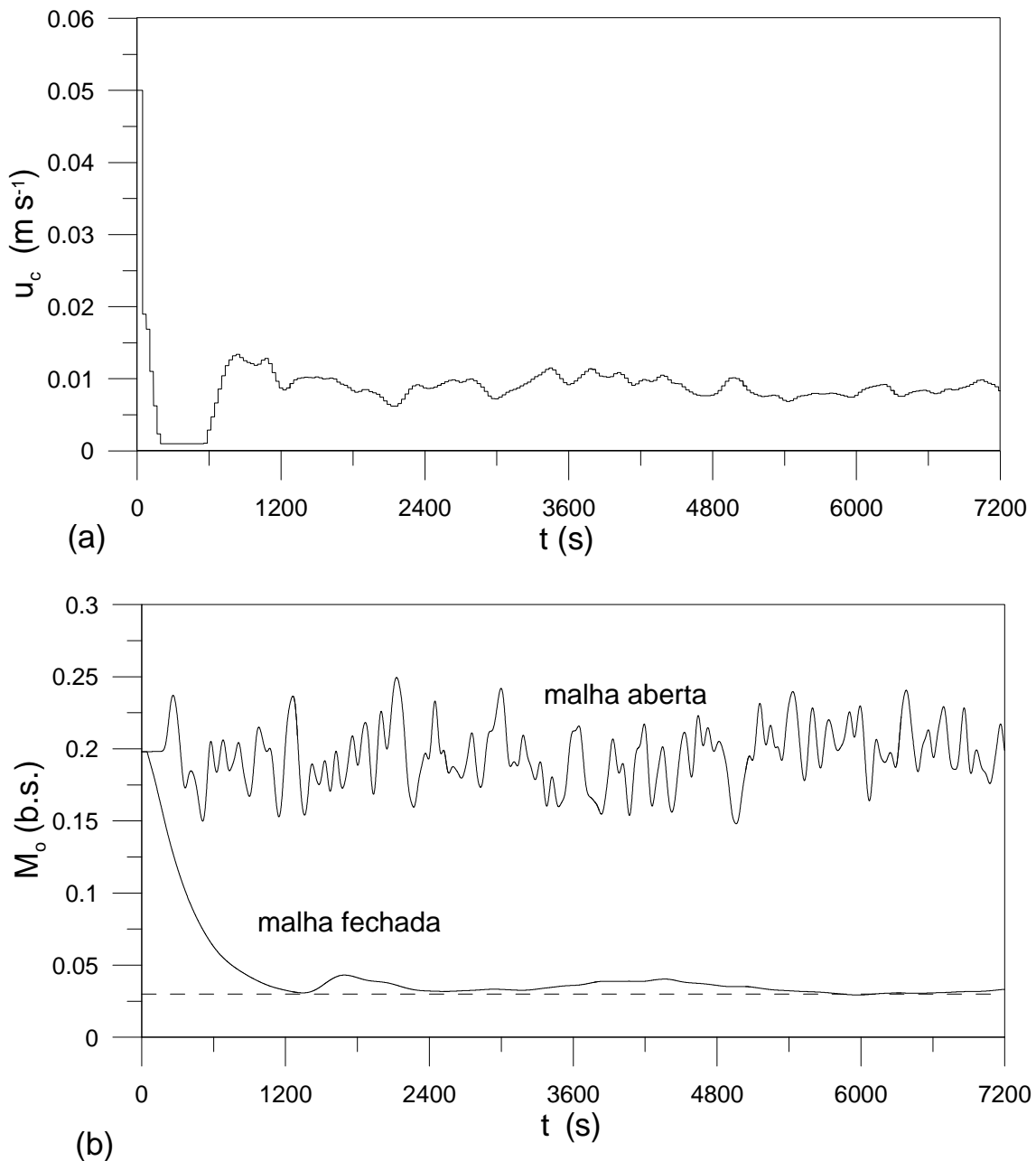


Figura 4.39. Controle inferencial de umidade na descarga de um secador de esteira de erva mate considerando perturbações aleatórias na umidade de alimentação apresentadas na Figura 4.38a, sendo (a) as variações de u_c e (b) o comportamento da variável controlada em malha aberta e fechada. A linha pontilhada representa o valor do *set-point*.

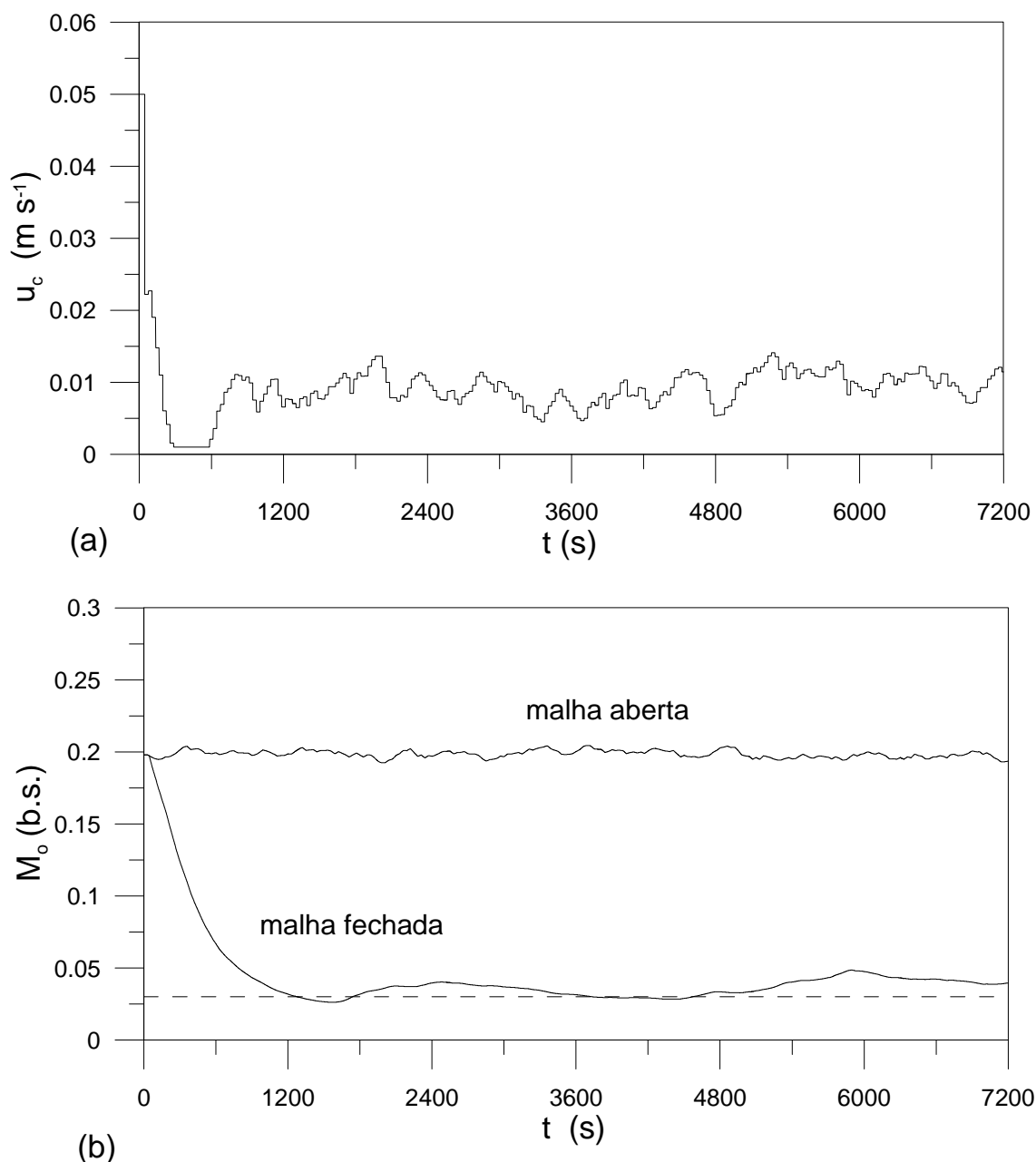


Figura 4.40. Controle inferencial de umidade na descarga de um secador de esteira de erva mate considerando perturbações aleatórias na temperatura do gás de secagem apresentadas na Figura 4.38b, sendo (a) as variações de u_c e (b) o comportamento da variável controlada em malha aberta e fechada. A linha pontilhada representa o valor do *set-point*.

4.2 EXTRAÇÃO DE SÓLIDOS SOLÚVEIS EM ÁGUA

Os ensaios de extração para determinação da quantidade total de sólidos solúveis na erva-mate revelaram aproximadamente 0,42 kg destes

compostos por kg de sólido seco, valor idêntico ao reportada por Sambiasi, Escalada e Schmalko (2002) em investigação análoga. É importante recordar que este dado é fundamental para solução do modelo difusivo de extração representado pela Equação (3.26), visto que a concentração inicial de sólidos solúveis na erva-mate, experimentalmente determinada por sucessivas extrações a 100 °C, foi utilizada como condição de contorno para solução desta equação diferencial parcial.

As Figuras 4.41 a 4.44 apresentam os resultados experimentais de variação de fração mássica do soluto na fase líquida em função do tempo extração, envolvendo fragmentos de erva-mate de diâmetro médio igual a $4,90 \times 10^{-4}$ m.

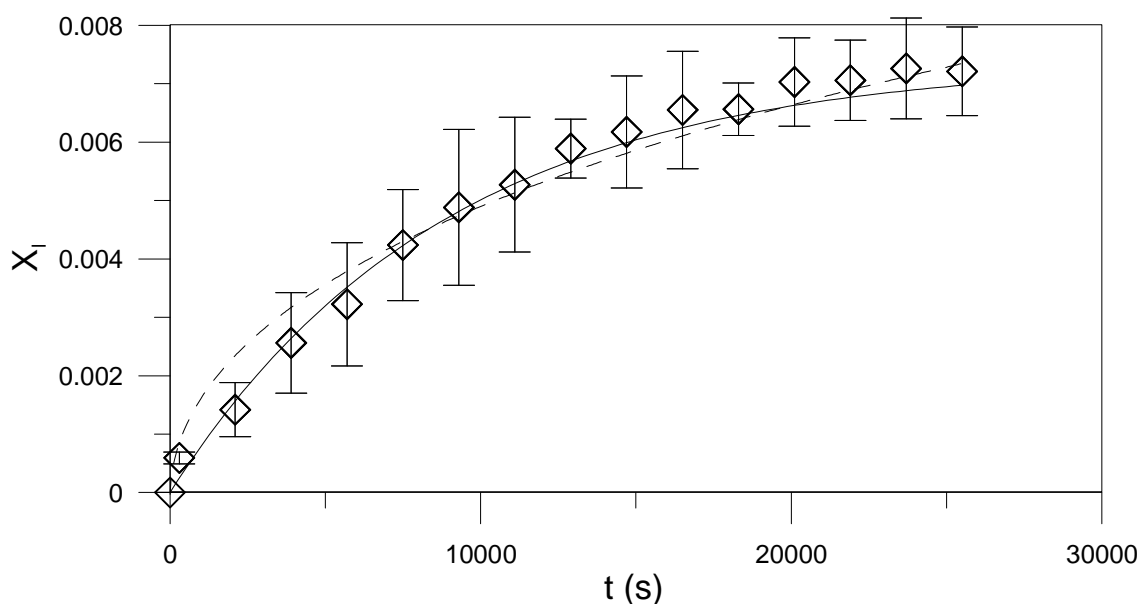


Figura 4.41. Cinética de extração de sólidos solúveis de erva-mate a $T=18^{\circ}\text{C}$ e $R=2,45 \times 10^{-4}$ m. (\diamond): experimentos; linha contínua: modelo de equilíbrio; linha tracejada: modelo difusivo.

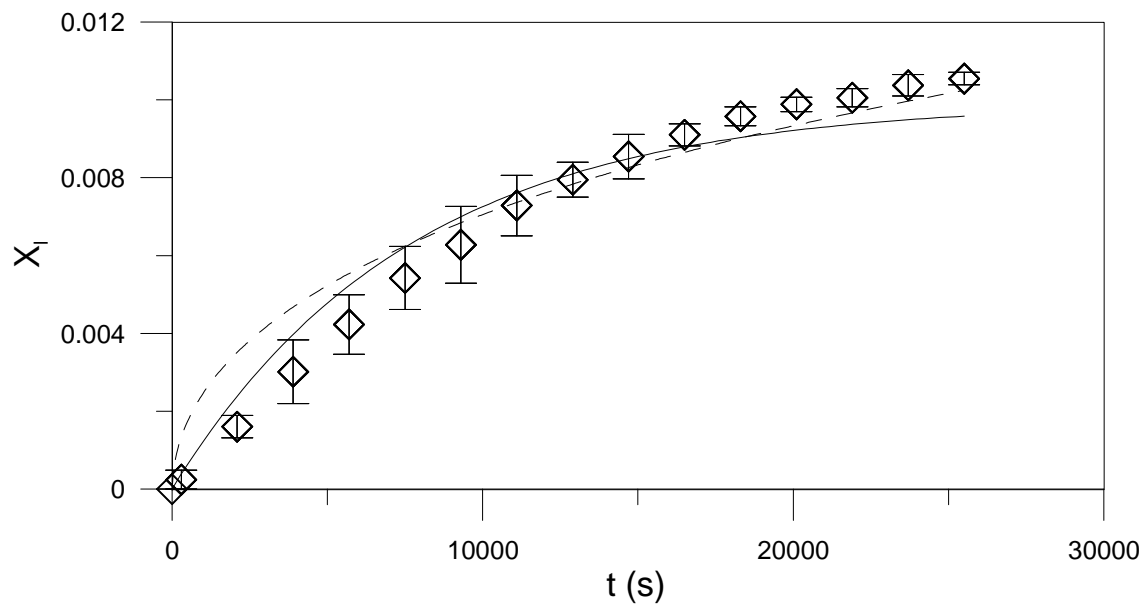


Figura 4.42. Cinética de extração a $T=45^{\circ}\text{C}$ e $R=2,45\times 10^{-4}$ m. (\diamond): experimentos; linha contínua: modelo equilíbrio; linha tracejada: modelo difusivo.

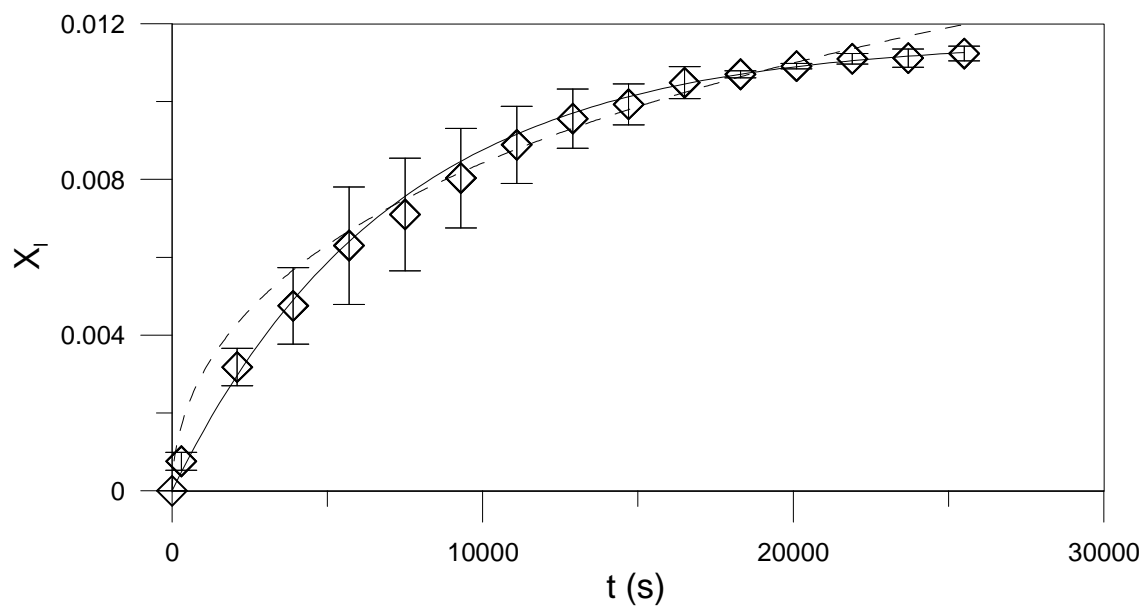


Figura 4.43. Cinética de extração de sólidos solúveis de erva-mate a $T=61^{\circ}\text{C}$ e $R=2,45\times 10^{-4}$ m. (\diamond): experimentos; linha contínua: modelo equilíbrio; linha tracejada: modelo difusivo.

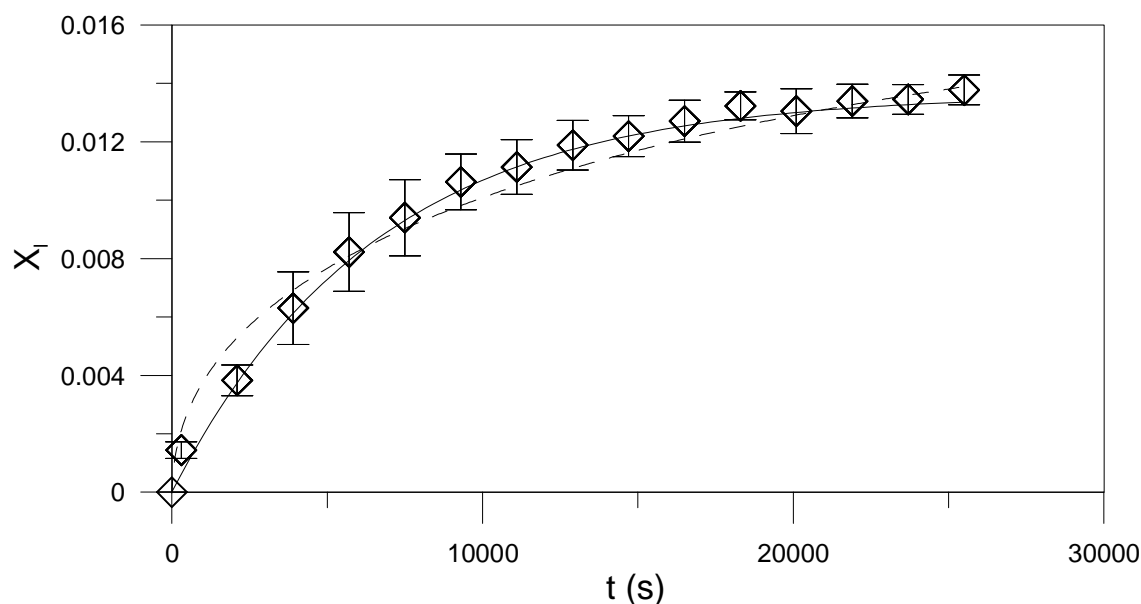


Figura 4.44. Cinética de extração a $T=80^{\circ}\text{C}$ e $R=2,45\times 10^{-4}$ m. (\diamond): experimentos; linha contínua: modelo equilíbrio; linha tracejada: modelo difusivo.

Nas Figuras 4.41 a 4.44 um crescimento aproximadamente logarítmico da concentração de sólidos solúveis é observado nas diferentes temperaturas, o qual é corretamente reproduzido pelos modelos de equilíbrio e difusivo investigados. Os desvios reduzidos entre resultados calculados e experimentais são atribuídos ao caráter semi-empírico dos modelos, os quais envolvem parâmetros ajustados aos dados reportados nestas figuras. Apesar de não computado o incremento do desvio padrão, devido a utilização de um conjunto finito de experimentos repetidos, as concentrações calculadas encontram-se aproximadamente dentro da faixa de erro dos resultados experimentais.

No procedimento de obtenção dos resultados calculados reportados nas Figura 4.41 a 4.44, as Equações (4.2) e (4.3) foram empregadas para correlacionar os parâmetros do modelo de equilíbrio à temperatura de extração, enquanto que a Equação (4.4) foi utilizada para determinar a dependência do parâmetro do modelo difusivo com o mesmo fator. As Figuras 4.45, 4.46 e 4.47 corroboram a validade da lei de Arrhenius para estimativa destes parâmetros.

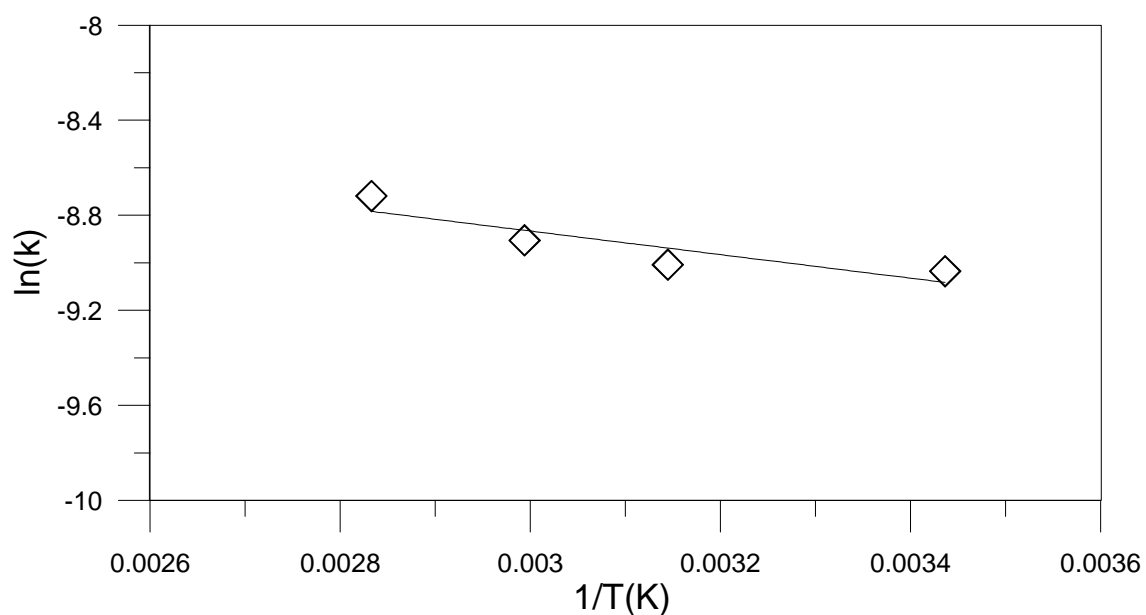


Figura 4.45. Parâmetro de transporte do modelo de equilíbrio em função da temperatura. Valores calculados com a Equação (4.2) (Arrhenius) (linha) e ajustados aos dados de extração envolvendo partículas com $R=2,45 \times 10^{-4}$ m (símbolos).

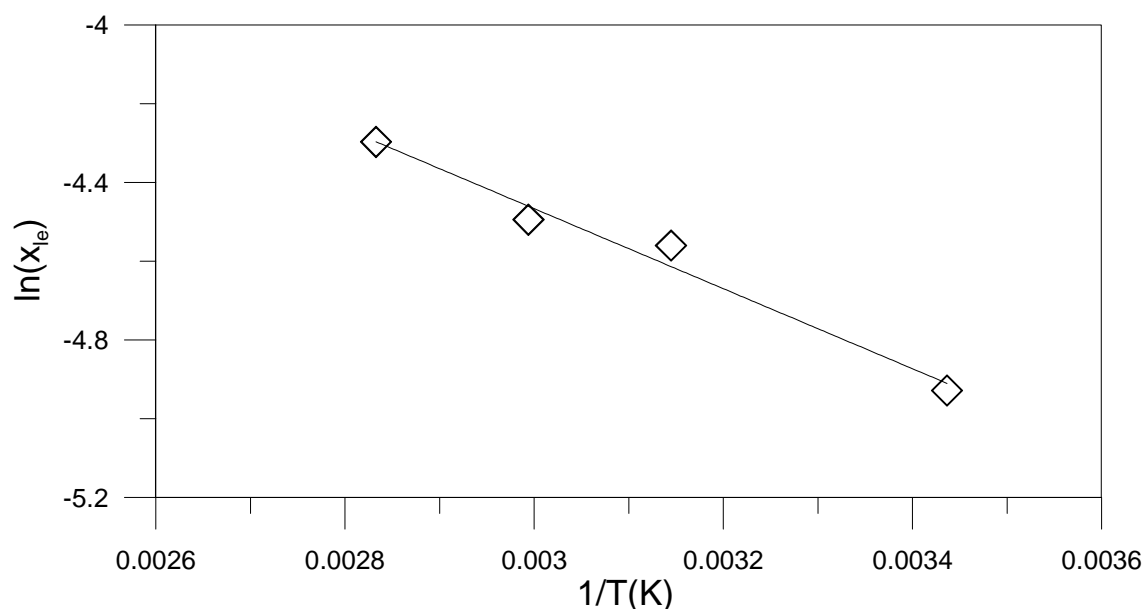


Figura 4.46. Concentração de equilíbrio na fase líquida em função da temperatura. Valores calculados com a Equação (4.3) (Arrhenius) (linha) e ajustados aos dados de extração envolvendo partículas com $R=2,45 \times 10^{-4}$ m (símbolos).

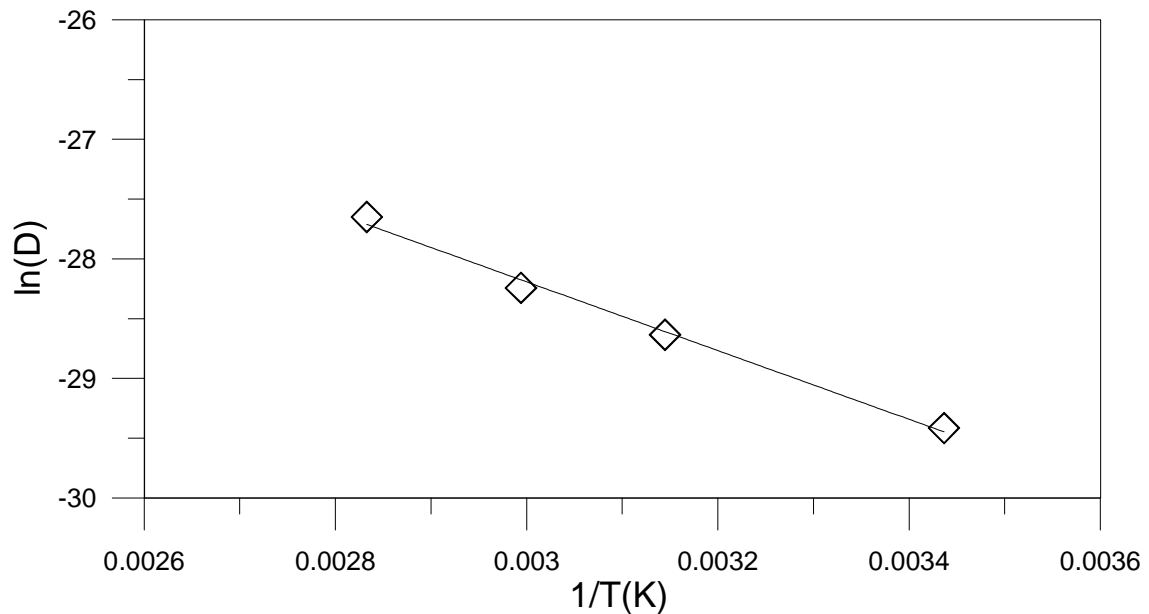


Figura 4.47. Coeficiente de difusão em função da temperatura. Valores calculados com a Equação (4.4) (Arrhenius) (linha) e ajustados aos dados de extração envolvendo partículas com $R=2,45 \times 10^{-4}$ m (símbolos).

$$k = 6,242 \times 10^{-4} \exp\left(\frac{-496}{T+273}\right) \quad (4.2)$$

$$X_{le} = 0,242 \exp\left(\frac{-1016}{T+273}\right) \quad (4.3)$$

$$D = 3,173 \times 10^{-9} \exp\left(\frac{-2874}{T+273}\right) \quad (4.4)$$

As Figuras 4.48 a 4.51 indicam resultados experimentais e calculados de concentração de soluto na fase líquida para fragmentos esféricos de erva-mate com diâmetro médio de $5,7 \times 10^{-4}$ m. Neste caso, os parâmetros de transporte

dos modelos de equilíbrio e difusivo não foram ajustados, mas estimados pelas Equações (4.2) e (4.4), respectivamente. No primeiro modelo, o efeito da alteração do tamanho da partícula é considerado no cálculo da concentração de equilíbrio, agora estimada pela Equação (4.5), a partir de dados no equilíbrio reportados na Figura 4.52, obtidos com os maiores fragmentos de erva-mate utilizados nos ensaios de extração ($5,7 \times 10^{-4}$ m). No caso do modelo difusivo, a modificação do diâmetro das partículas altera os perfis de concentração, sem que seja necessário reajustar os coeficientes difusivos, porque os limites de integração no espaço são alterados.

$$X_{le} = 5,73 \times 10^{-2} \exp\left(\frac{-583}{T+273}\right) \quad (4.5)$$

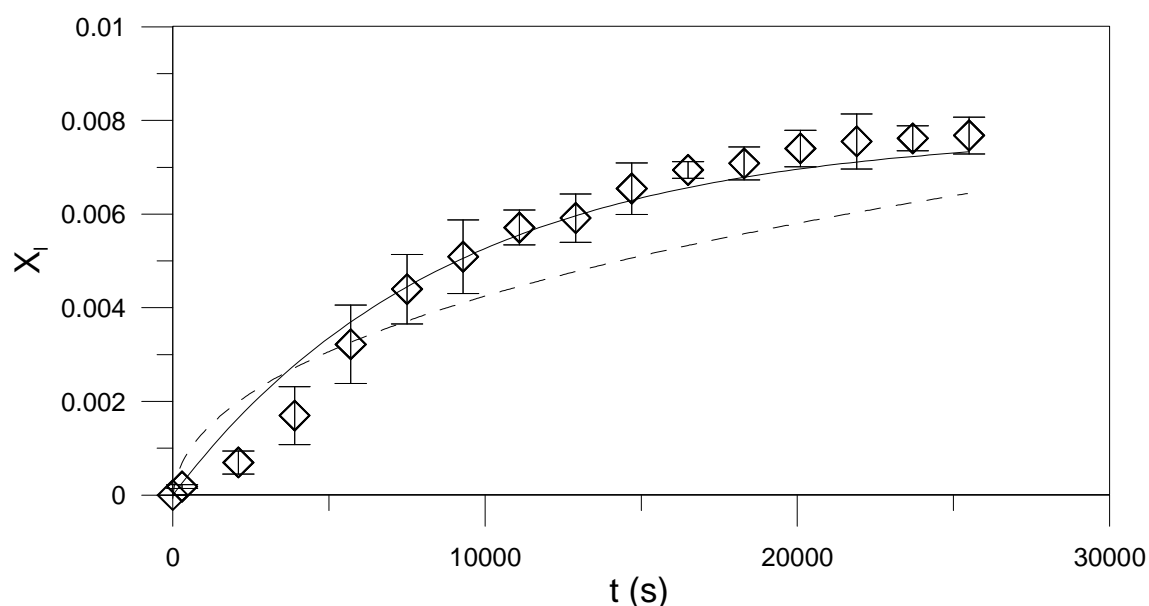


Figura 4.48. Cinética de extração de sólidos solúveis de erva-mate a $T=18^{\circ}\text{C}$ e $R=2,85 \times 10^{-4}$ m. (símbolos): experimentos; linha contínua: modelo de equilíbrio; linha tracejada: modelo difusivo.

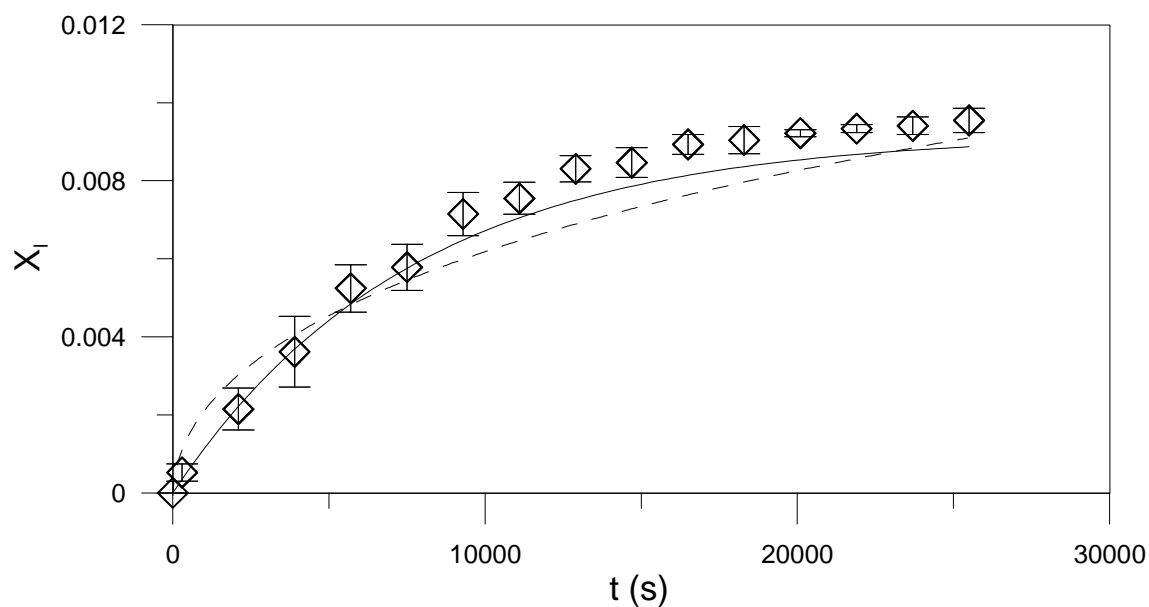


Figura 4.49. Cinética de extração a $T=45^{\circ}\text{C}$ e $R=2,85 \times 10^{-4}$ m. (símbolos): experimentos; linha contínua: modelo equilíbrio; linha tracejada: modelo difusivo.

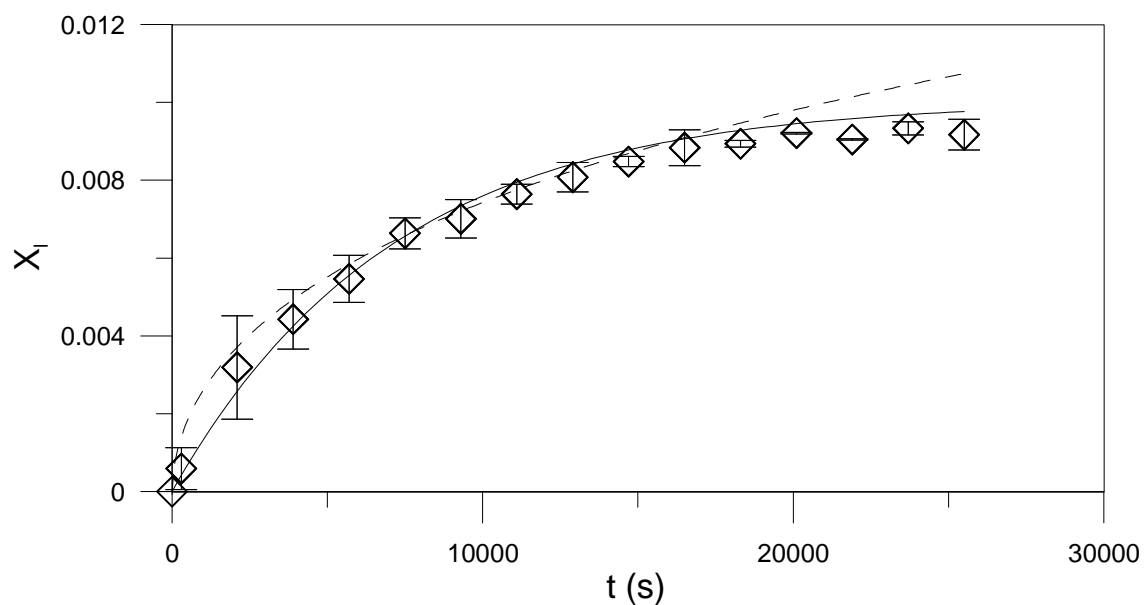


Figura 4.50. Cinética de extração de sólidos solúveis de erva-mate a $T=61^{\circ}\text{C}$ e $R=2,85 \times 10^{-4}$ m. (símbolos): experimentos; linha contínua: modelo de equilíbrio; linha tracejada: modelo difusivo.

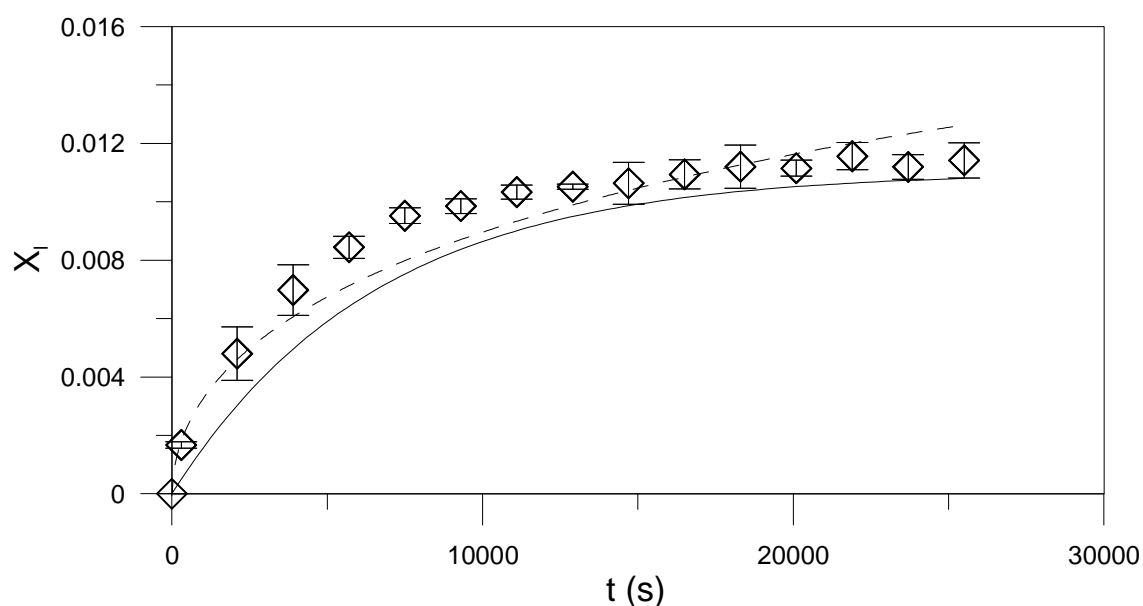


Figura 4.51. Cinética de extração de sólidos solúveis de erva-mate a $T=80^{\circ}\text{C}$ e $R=2,85 \times 10^{-4}$ m. (símbolos): experimentos; linha contínua: modelo de equilíbrio; linha tracejada: modelo difusivo.

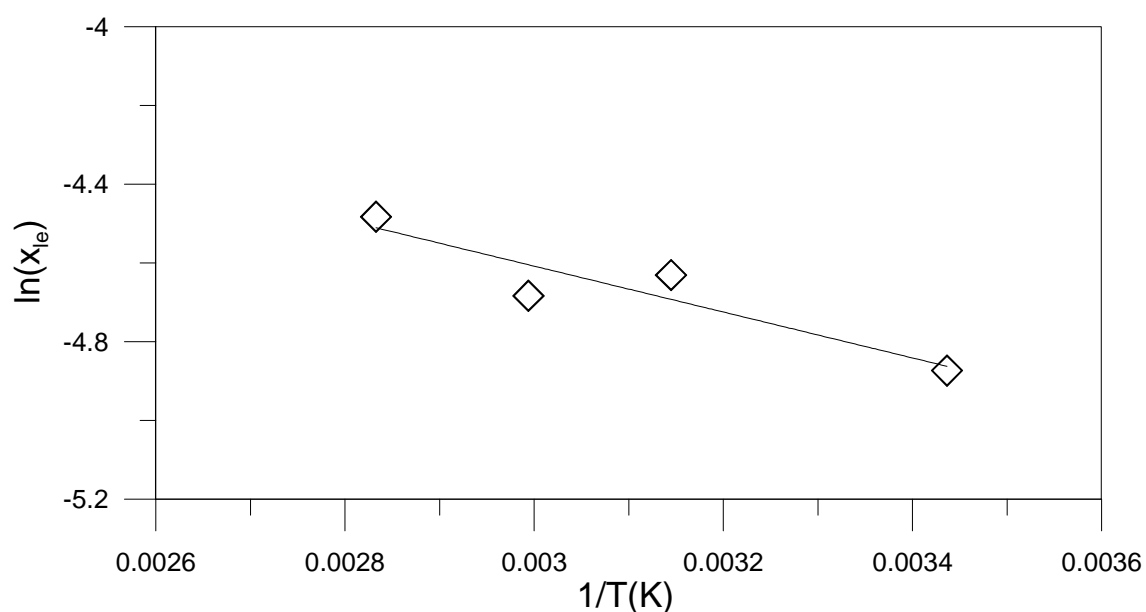


Figura 4.52. Concentração de equilíbrio na fase líquida em função da temperatura para experimentos com partículas de diâmetro médio igual a $5,7 \times 10^{-4}$ m. (símbolos): resultados experimentais; linha: equação de Arrhenius.

A maior diferença entre os resultados calculados e experimentais reportados nas Figuras 4.48 a 4.51, quando comparada aos perfis observados nas Figuras 4.41 a 4.44, é atribuída à redução do número de parâmetros

ajustáveis dos modelos. Em particular, no modelo de equilíbrio somente a concentração de equilíbrio foi ajustada, gerando a Equação (4.5), enquanto que o modelo difusivo não envolve qualquer procedimento de ajuste de parâmetros.

A Figura 4.53 evidencia o efeito da temperatura sobre os perfis de concentração para partículas de erva-mate de diâmetro médio igual a $4,9 \times 10^{-4}$ m. O incremento da temperatura aumenta a inclinação das curvas de extração, ou seja, diminui a resistência ao transporte de massa do soluto, e aumenta a concentração no equilíbrio devido ao maior volume de soluto desorvido da fase sólida. Resultados idênticos são extensivamente reportados na literatura para produtos similares (Bucić-Kojić *et al.*, 2007) e também para erva-mate (Linares *et al.*, 2010). Um comportamento análogo é observado quando os resultados de extração com fragmentos de diâmetro médio igual a $5,7 \times 10^{-4}$ m são observados.

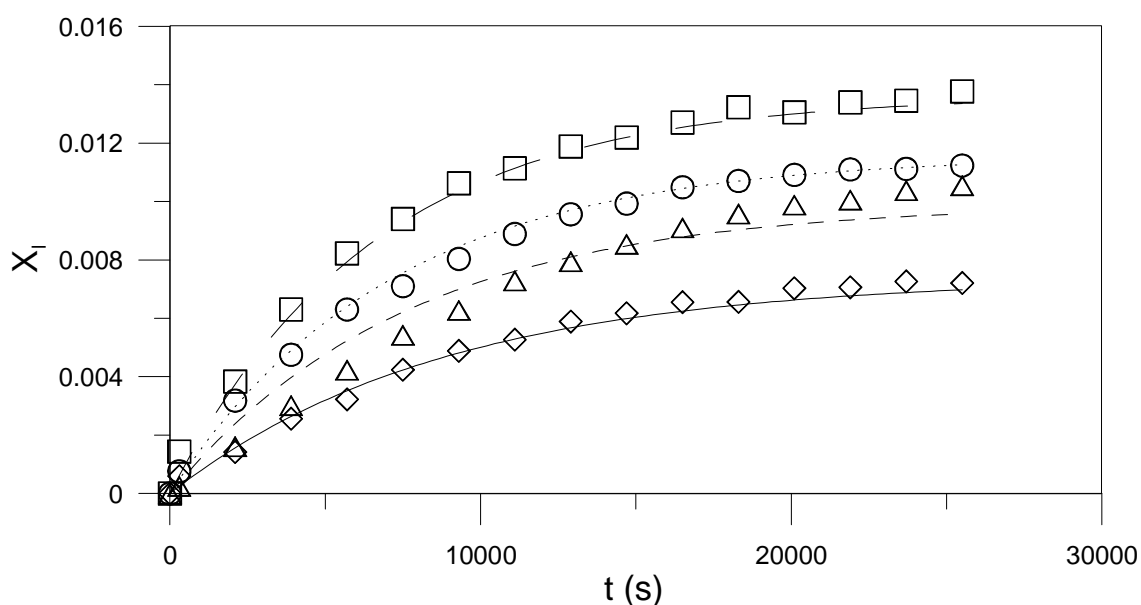


Figura 4.53. Efeito da temperatura sobre os perfis experimentais (símbolos) e calculados (modelo de equilíbrio) de concentração de soluto na fase líquida ($R=2,45 \times 10^{-4}$ m). (\diamond) e linha contínua: $T=18^\circ\text{C}$; (\triangle) e linha tracejada: $T=45^\circ\text{C}$; (\circ) e linha com pontos: $T=61^\circ\text{C}$; (\square) e linha com traços longos: $T=80^\circ\text{C}$.

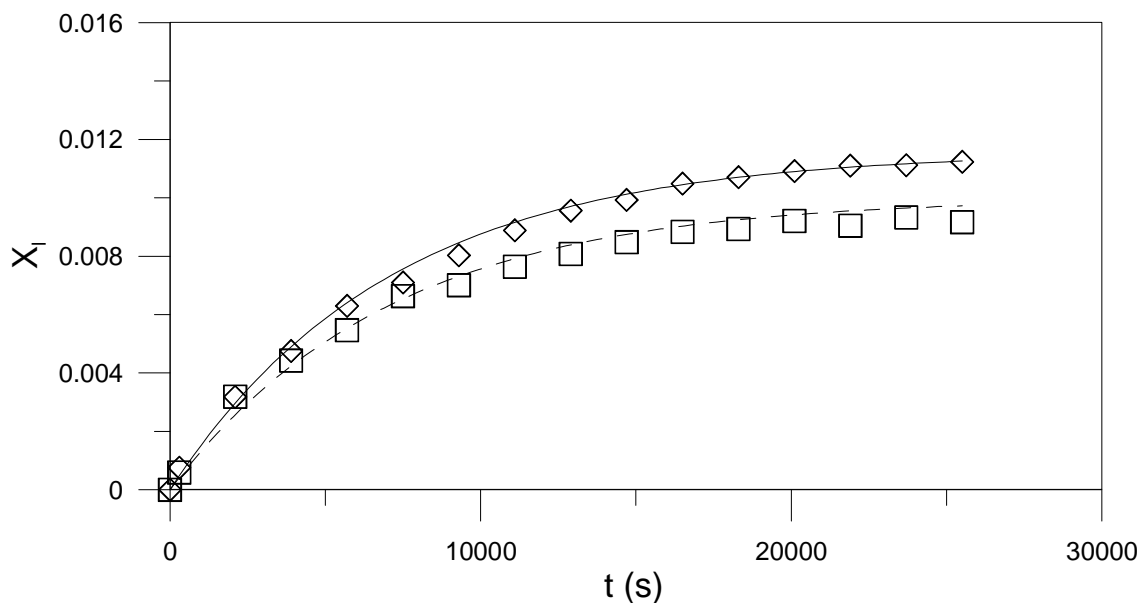


Figura 4.54. Efeito do tamanho das partículas de erva-mate sobre os perfis experimentais (símbolos) e calculados (modelo de equilíbrio) de concentração de soluto na fase líquida a $T=61^{\circ}\text{C}$. (\diamond) e linha contínua: $R=2,45\times 10^{-4}$ m; (\square) e linha tracejada: $R=2,85\times 10^{-4}$ m.

As Figuras 4.54 e 4.55 reportam a influência do tamanho das partículas sobre as curvas de extração a 61 e 80°C , respectivamente. Em ambas as situações a redução do diâmetro médio ocasiona um incremento da extração, como já observado em estudos análogos (Herodež *et al.*, 2003; Bucić-Kojić *et al.*, 2007). No modelo de equilíbrio este fenômeno é atribuído ao incremento da concentração de equilíbrio devido à redução de tamanho, porém no modelo difusivo a redução de diâmetro determina um aumento da derivada segunda em relação ao raio. Em resumo, no modelo representado pela 2ª lei de Fick, a resistência ao transporte difusivo não é alterada, mas sim à distância a ser percorrida pelo soluto até a superfície das partículas.

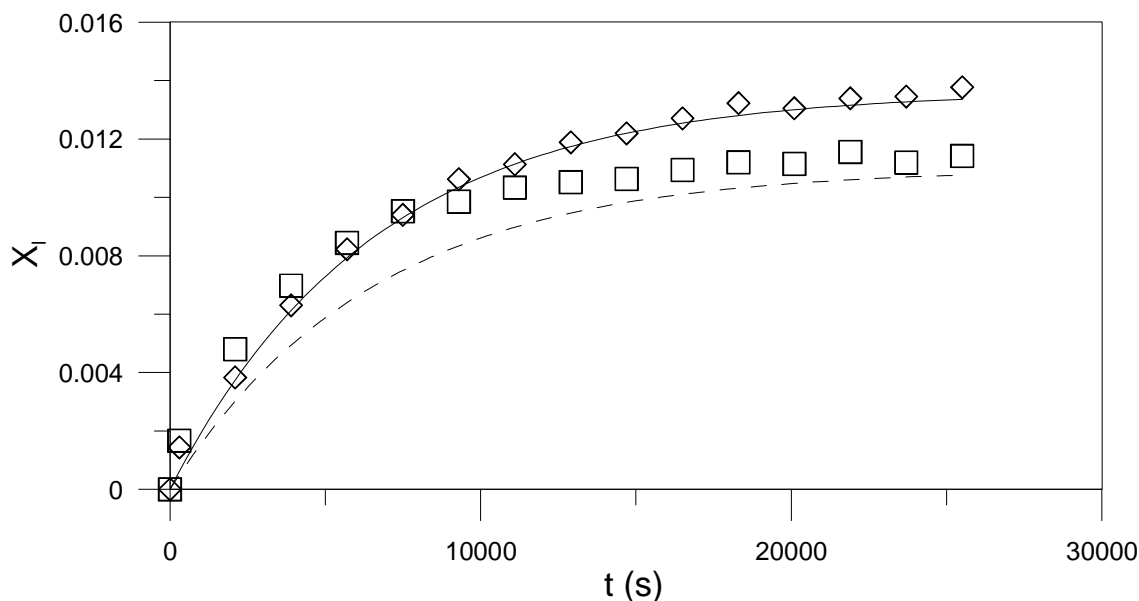


Figura 4.55. Efeito do tamanho das partículas de erva-mate sobre os perfis experimentais (símbolos) e calculados (modelo de equilíbrio) de concentração de soluto na fase líquida a $T=80^{\circ}\text{C}$. (\diamond) e linha contínua: $R=2,45 \times 10^{-4} \text{ m}$; (\square) e linha tracejada: $R=2,85 \times 10^{-4} \text{ m}$.

Um aspecto fenomenológico importante a ser considerado é o mecanismo de transporte que controla o processo de transferência do soluto para a fase fluida. Ensaio de extração foram preliminarmente realizados com agitação e sem agitação, mantendo a massa de fragmentos de folhas com diâmetro médio igual a $4,9 \times 10^{-4} \text{ m}$ envolta em papel de filtro e fixa no centro do vaso de extração. Este procedimento foi repetido a temperatura constante de 18, 45, 61 e 80°C . Nenhuma diferença significativa foi observada nos perfis. Este comportamento é um forte indício do efeito desprezível da resistência externa ao transporte de massa, ou seja, da superfície dos fragmentos de folha até o seio da fase líquida. Por outro lado, a alteração das curvas de extração devido à utilização de partículas de tamanhos diferentes, caracteriza que a difusão é um fenômeno relevante. Estes aspectos, quando somados indicam que o processo é controlado pelo transporte de massa interno ao soluto.

Embora o coeficiente de transporte do modelo de equilíbrio seja uma combinação das resistências internas e externas, em função do mecanismo de difusão ser dominante, deduz-se que este parâmetro deve ser uma função do coeficiente difusivo. De acordo com Stapley (2002), para partículas esféricas a

relação entre a difusividade e o coeficiente de transporte do modelo de equilíbrio (k) é dada pela seguinte expressão:

$$D = \frac{m_l R^2 k}{12[m_l + m_s H]} \quad (4.6)$$

onde m_l é a massa de solvente (0,35 kg), R é o raio das partículas de erva, m_s é a massa de sólido seco (0,015 kg) e H é a constante de Henry, dada pela Equação (4.7), considerando dados de concentração no equilíbrio nas diferentes temperaturas investigadas (Figura 4.56).

$$H = 2,26 \times 10^{-2} \exp\left(\frac{2193}{T+273}\right) \quad (4.7)$$

A validade da Equação (4.6) pode ser verificada por uma comparação entre os resultados de D obtidos por ajuste com o modelo difusivo (Equação 4.4) e os valores resultantes da aplicação da Equação (4.6). Os resultados reportados na Figura 4.57 indicam que os coeficientes de difusão da mistura soluto-solvente nas partículas de erva-mate são correlacionadas, de alguma forma, nos modelo de equilíbrio e difusivo. A magnitude do coeficiente de difusão é coerente com valores encontrados na literatura para difusividade de líquidos em sólidos, o que corrobora o procedimento de modelagem do processo de extração.

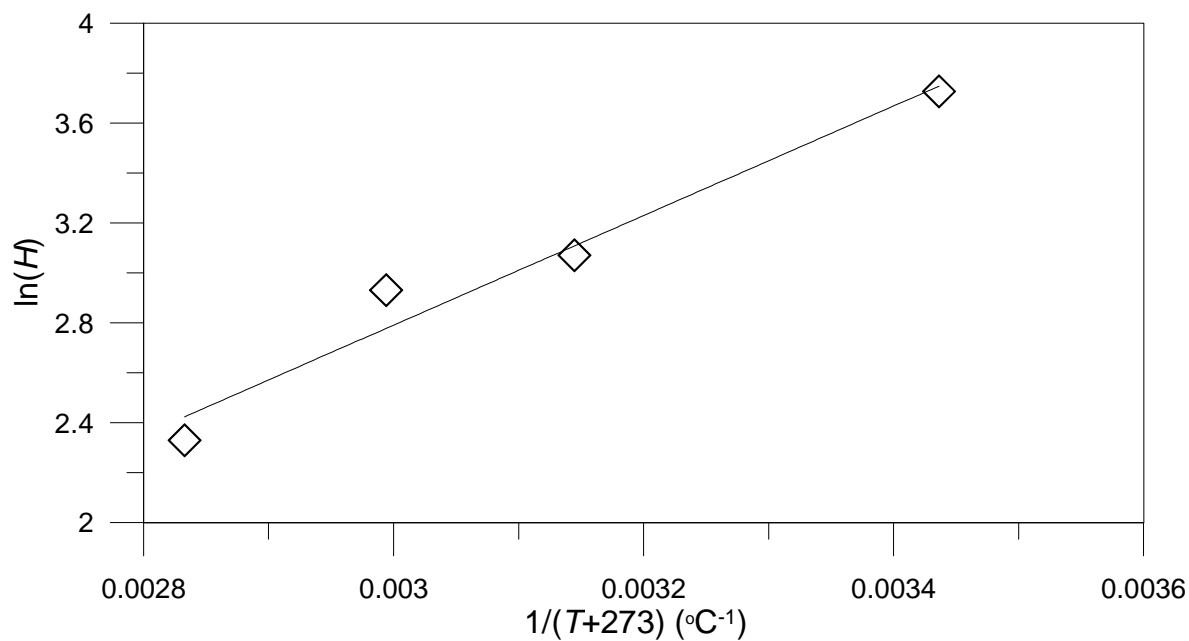


Figura 4.56. Constante de Henry para as diferentes temperaturas investigadas, sendo (\diamond) dados experimentais e (linha contínua) dados calculados.

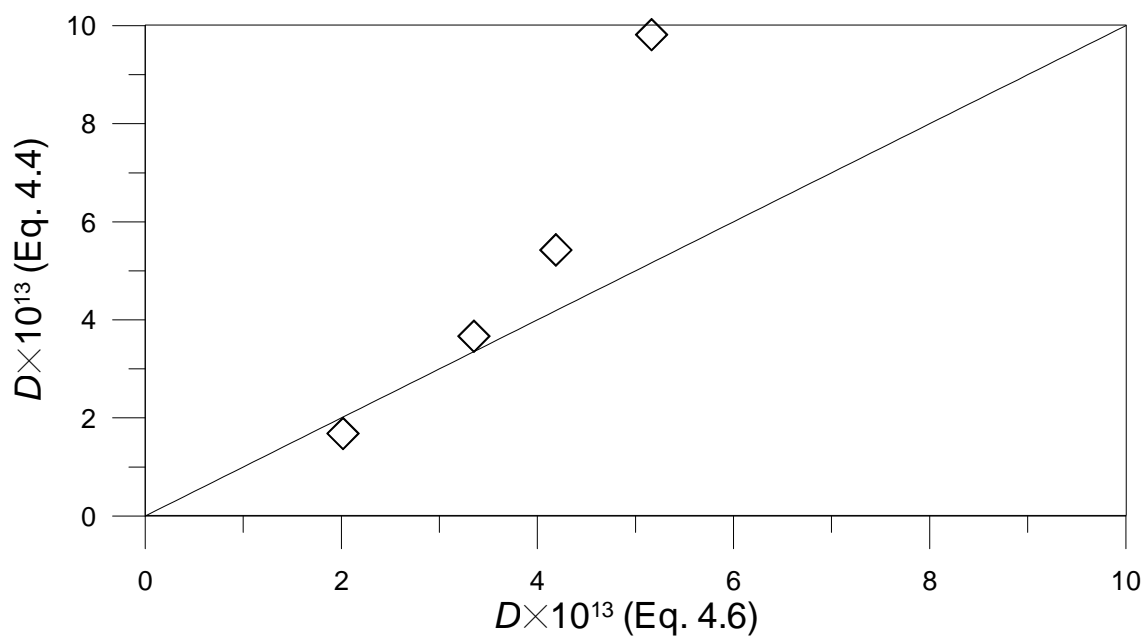


Figura 4.57. Comparação entre valores de difusividade da mistura soluto-solvente nas partículas de erva-mate obtidos a partir do modelo de equilíbrio (Equação 4.6) e difusivo (Equação 4.4).

5. CONCLUSÕES

Um modelo dinâmico descrito por um sistema de duas equações diferenciais parciais derivadas de balanços de energia e massa para a água na fase sólida de um leito de camada delgada de folhas de erva-mate foi sugerido para simular uma operação de secagem contínua em um secador de esteira. Baseado na correlação entre resultados experimentais de temperatura e umidade de folhas de erva-mate, um sensor virtual foi aplicado como parte de uma nova estratégia inferencial para controle de umidade de erva-mate na descarga de secadores de esteira industriais. O desempenho de um controlador PID sintonizado por meio da técnica ISE foi verificado pela comparação entre as respostas de umidade do produto, em malha aberta e fechada, na descarga do referido secador. Os valores inferidos da variável controlada foram mantidos próximo ao *set-point* (3% em base seca) por manipulação da velocidade da esteira, a fim de compensar perturbações aleatórias na umidade de alimentação do produto e na temperatura do gás de secagem. Os modelos propostos foram capazes de reproduzir, de maneira correta, as curvas de secagem e o aumento da temperatura das folhas para diferentes umidades iniciais da matéria-prima em função do tempo de secagem. O sensor virtual proposto para controlar a umidade final da erva-mate processada correlaciona corretamente os dados de temperatura das folhas com a umidade inicial destas, o que tornou viável a estratégia inferencial de controle.

Os ensaios de extração de sólidos solúveis em extrator batelada utilizando água como solvente revelaram que nas condições investigadas os efeitos da temperatura e da granulometria das partículas da matriz sólida sobre a taxa de extração são significativos. Os resultados experimentais e calculados com o modelo de equilíbrio e puramente difusivo indicaram que o aumento do primeiro fator acima referido, bem como a redução do tamanho das partículas de erva-mate, incrementa o coeficiente de difusão e a concentração no equilíbrio de sólidos solúveis na fase líquida do extrator. O comportamento observado é consistente com inúmeras investigações disponíveis na literatura envolvendo sistemas similares de extração sólido-líquido. A cinética de extração de sólidos solúveis da erva-mate nas diferentes condições experimentais investigadas foi corretamente descrita pelos modelos adotados.

A disponibilidade de tais modelos validados permite a aplicação dos mesmos para dimensionamento de extratores industriais, assim como para otimização do processo de extração, visando a obtenção de extratos em pó de erva-mate, que devido às suas propriedades aromáticas e nutracêuticas encontram grande aplicação em diversos segmentos da indústria farmacêutica, de cosméticos e alimentícia.

Uma sugestão para trabalhos futuros relacionado ao controle do processo de erva-mate é a utilização de mais de uma posição para o sensor de temperatura de superfície. A adequação do modelo proposto para a secagem de outras matérias-primas alimentares pode também ser considerada.

A aplicação dos modelos de extração de sólidos solúveis propostos no dimensionamento e otimização de processos relacionados para a matéria-prima testada e, também, para outras matérias-primas pode também ser considerada na definição de objetivos para trabalhos futuros.

REFERENCIAS

- Abdel-Jabbar, N. M.; Jumah, R. Y.; Al-Haj-Ali, M. Q. State estimation and state feedback control for continuous fluidized bed dryers. *Journal of Food Engineering*, v. 70, p. 197-203, 2005.
- Abitante, A. L. Modelagem dinâmica e análise de um sistema de controle de umidade de folhas de erva-mate em secadores contínuos de esteira. *Dissertação*. Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR, Brasil, 2007.
- Al-Haj-Ali, M. Q. Modeling and control of continuous fluidized bed dryers, M. Sc. *Thesis*, Jordan University of Science and Technology: Irbid, Jordan, 2001.
- Amendola, D.; De Faveri, D. M.; Spigno, G. Grape marc phenolics: extraction kinetics, quality and stability of extracts. *Journal of Food Engineering*, v. 97, p. 384-392, 2010.
- Andrade F. M. Diagnóstico da Cadeia Produtiva da *Ilex paraguariensis* St. Hill., Erva-Mate. São Mateus do Sul: *Fundo Brasileiro para a Biodiversidade/FUNBIO*, 1999.
- Arjona, R.; Ollero, F.; Vidal, B. Automation of na olive waste industrial Rotary dryer. *Journal of Food Engineering*, v. 68, p. 239-247, 2005.
- Altafini, C.; Furini, M. Robust control of a flash dryer plant. *International Conference on Control a Applications Hartford*, p. 785-790, 1997.
- Barton, A. D.; Lewin, P. L. Experimental comparison of the performance of different chain conveyor controllers. *Journal of Systems and Control Engineering*, v. 214, p. 361–369, 2000.
- Bastos, D. H. M.; Ishimoto, E. Y.; Marques, M. O. M.; Ferri, A. F.; Torres, E. A. F. S. Essential oil and antioxidant activity of green mate and mate tea (*Ilex paraguariensis*) infusions. *Journal of Food and Analysis*, v. 19, p. 538–543, 2006.
- Bastos, D.H.M.; Oliveira, D.M.; Matsumoto, R.L.T.; Carvalho, P.O.; Ribeiro, M.L. Yerba maté composition and pharmacological properties. medicinal and aromatic plant. *Science and Biotechnology*, v. 1, p. 37-46, 2007.
- Bellon-Maurel, V.; Orliac, O.; Christen, P. Sensors and measurements in solid state fermentation: a review. *Process Biochemistry*, v. 38, p. 881-896, 2003.

- Benincá, C. Estabilidade do ácido 5-o-cafeoilquínico: relação entre a cinética química e o processamento de erva-mate. *Dissertação*. Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR, Brasil, 2009.
- Bracesco, N.; Sanchez, A. G.; Contreras, V.; Menini, T.; Gugliucci, A. Recent advances on *Ilex paraguariensis* research: Minireview. *Journal of Ethnopharmacology*, Aceito para publicação em 2010.
- BRASIL – ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução de Diretoria Colegiada– RDC nº 275 / 2005.
- BRASIL – ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução de Diretoria Colegiada– RDC nº 302 / 2002.
- Bucić-Kojić, A.; Planinić, M.; Tomas, S.; Bilić, M.; Velić, D. Study of solid-liquid extraction kinetics of total polyphenols from grape seeds. *Journal of Food Engineering*, v. 81, p. 236-242, 2007.
- Buschmuller, C.; Wiedey, W.; Döscher, C.; Dressler, J.; Breitzkreutz, J. In-line monitoring of granule moisture in fluidized-bed dryers using microwave resonance technology. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, v. 69 (1), p. 380-387, 2008.
- Cardozo-Júnior, E. L.; Ferrarese-Filho, O.; Cardozo-Filho, L.; Ferrarese, M. L. L.; Donaduzzi, C. M.; Sturion, J. A. methylxanthines and phenolic compounds in mate (*Ilex paraguariensis* St. Hil.) Progenies Grown in Brazil. *Journal of Food Composition and Analysis*, v. 20, n. 7, p. 553–558, 2007.
- Carvalho, P. E. R. Espécies Arbóreas Brasileiras. Embrapa Informações Tecnológicas; Colombo, PR: *Embrapa Floresta*, 1039 p., 2003.
- Chang, C. J.; Chiu, K. L.; Chen†, Y. L.; Yang, P. W. Effect of ethanol content on carbon dioxide extraction of polyphenols from tea. *Journal of Food Composition and Analysis*, v. 14 (1), p. 75-82, 2001.
- Clifford, M. N.; Ramirez-Martinez, J. R. Chlorogenic acids and purine alkaloids contents of mate leaf and beverage. *Food Chemistry*, v. 1, p. 13-21, 1990.
- Corazza, F. C. Estimação de estado e controle ótimo de um secador industrial de gelatina – análise de viabilidade técnica. *Tese*. Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2004.

- Corrêa, N. A.; Corrêa, R. G.; Freire, J. T. Adaptive control of past drying in spout bed using the GPC algorithm. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, v. 17, p. 639-648, 2000.
- Cuènou, P.; Martinez, M. A. P.; Loizeau, P. A.; Spichiger, R.; Andrews, S. e Manen, J. F. Molecular phylogeny and biogeography of the genus *Ilex* L. (Aquifoliaceae), *Annals of Botany*, 85, 111-122, 2000.
- Da Croce, D. M.; Floss, P. A. Cultura da erva-mate no Estado de Santa Catarina. Florianópolis: EPAGRI. 81p. (EPAGRI Boletim Técnico, 100), 1999.
- Didriksen, H. Model based predictive control of a rotary dryer. *Chemical Engineering Journal*, v. 86, p. 53–60, 2000.
- Douglas, P. L.; Kwade, A.; Lee, P. L.; Mallick, S. K. Whaley, M. G. Modelling, simulation and control of rotary sugar dryers. In Mujumdar A. S (ed) Proc.Drying'92. *Elsevier Science Publishers B.V.*, Holland, v. 3, p. 1928-1933, 1992.
- Dufour, P. Control engineering in drying technology: Review and Trends. *Drying Technology*, v. 24, p. 889-904, 2006.
- EMBRAPA – Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária, Cultivo de erva-mate. Embrapa Florestas – *Sistema de Produção*, 2005. Disponível em <http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Ervamate/CultivodaErvaMate/18_5_preparacao_do_cha_mate_tostado.htm>. Acessado 11/02/2010.
- Esmelindro, M. C.; Toniazzo, G.; Lopes, D.; Oliveira, D.; Dariva, C. Effects of processing conditions on the chemical distribution of mate tea leaves extracts obtained from CO₂ extraction at high pressures. *Journal of Food Engineering*, v. 70 (4), p. 588-592, 2005.
- Esmelindro, M. C.; Toniazzo, G.; Waczuk, A.; Dariva, C.; Oliveira, D. Caracterização físico-química da erva-mate: influência das etapas do processamento industrial. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v. 22(2), 193–204, 2002.
- Fellows, P. J. Tecnologia do processamento de alimentos: princípios e prática. 2 edição. Porto Alegre: *Artmed*, 602 p., 2006.
- Gawande, n. A.; Reinhart, D. R.; Thomas, P. A.; McCreanor, P. T.; Townsend, T. G. Municipal solid waste in situ moisture content measurement using

- an electrical resistance sensor. *Waste Management*, v. 23 (7), p. 667-674, 2003.
- Goldenberg, D. Mate: a risk factor for oral and oropharyngeal cancer. *Oral Oncology*, 38, 646-649, 2002.
- Gugliucci, A.; Stahl, A. J. Low density lipoprotein oxidation is inhibited by extracts of *Ilex paraguariensis*. *Biochemistry and Molecular Biology International*, v. 35, p. 47–56, 1995.
- Hall, M. N.; Robertson, A.; Scotter, C. N. G. Near-infrared reflectance prediction of quality, theaflavin content and moisture content of black tea. *Food Chemistry*, v. 27, p. 61–75, 1988.
- Halloy, S. R. P.; Reid, J. B. Growing yerba mate. In: Use of climate, soil and crop information for identifying potential land use change in the Hokianga and Western Kaipara Region (*Wratt D ed*), chap. 11, 88-97, Naiwa, Wellington, New Zealand, 2003.
- Heck, C. L.; De Mejia, E. G. Yerba mate tea (*Ilex paraguariensis*): a comprehensive review on chemistry, health implications, and technological considerations. *Journal of Food Science*, v. 72, 138–151, 2007.
- Herodež, Š. S.; Hadolin, M., Škerget, M.; Knez, Ž. Solvent extraction study of antioxidants from Balm (*Melissa officinalis* L.) leaves. *Food Chemistry*, v. 80, p. 275-282, 2003.
- IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. *Sistema IBGE de recuperação automática*, 2009. Acesso em: <http://www.sidra.ibge.gov.br>. Último acesso 23/08/2010.
- INYM – Instituto Nacional de la Yerba Mate. *Informe Mensual del Sector Yerbatero*. December 2009. INYM, 1-5.
- Jacques, R. A.; Dariva, C.; Oliveira, J. V. de; Caramão, E. B. Pressurized liquid extraction of mate tea leaves. *Analytica Chimica Acta*, v. 625, p. 70-76, 2008.
- Jaganyi, D.; Price, R. D. Kinetics of tea infusion: the effect of the manufacturing process on the rate of extraction of caffeine. *Food Chemistry*, v. 64, p. 27-31, 1999.
- Jaganyi, D.; Wheeler, P. J. Rooibos tea: equilibrium and extraction kinetics of aspalathin. *Food Chemistry*, v. 83, p. 121-126, 2003.

- Jayas, D. S.; Cenkowski, S.; Pabis, S.; Muir, W. E. Review of thin-layer drying and wetting equations. *Drying Technology*, v. 9, p. 551-588, 1991.
- Jenson, V. G.; Jeffreys, V. G. *Mathematical Methods in Chemical Engineering*, (2nd Edition). *Academic Press*, London, UK, 1997.
- Kawakami, M.; Kobayashi, A. Volatile constituents of green mate and roasted mate. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 39, p. 1275-1279, 1991.
- Keränen, K.; Mäkinen, J. T.; Korhonen, P.; Juntunrn, E.; Heikkinen, V.; Mäkelä, J. Infrared temperature sensor system for mobile devices. *Sensors and Actuators A: Physical*, v. 158, p. 161 - 167, 2010.
- King, M. B.; Mubarak, A.; Kim, J. D.; Bott, T. R. The mutual solubilities of water with supercritical and liquid carbon dioxides. *The Journal of Supercritical Fluids*, v. 5 (4), p. 296-302, 1992.
- Kiranoudis, C. T.; Bafas, G. V.; Maroulis, Z. B.; Marinos-Kouris, D. MIMO Control of conveyor-belt drying chambers. *Drying Technology*, v. 13, p. 73–97, 1995.
- Kiranoudis, C. T.; Maroulis, Z. B.; Marinoskouris, D. Dynamic simulation and control of conveyor-belt dryers. *Drying Technology*, v. 12, p. 1575–1603, 1994.
- Linares, A. R.; Hase, S. L.; Vergara, M. L.; Resnik, S. L. Modeling yerba mate aqueous extraction kinetics influence of temperature. *Journal of Food Engineering*, v. 97, p. 471-477, 2010.
- Liu, P.; Tan, S. X. D.; Yan, B.; McGaughy, B. An efficient terminal and model order reduction algorithm. *Integration, the VLSI journal*, v. 41, p. 210–218, 2008.
- López, P.; Isolabella, S.; Anesini, C.; Ferraro, G.; Filip, R.; Anais do 4º Congresso Sudamericano de la Yerba Mate, Posadas, Argentina, 2006
- Lourenço, R. S.; Medrado, M. J. S.; Fowler, J. A. P.; Mosele, S. H. Influência do substrato no desenvolvimento de mudas de erva-mate (*Ilex paraguariensis* St. Hil.). *Perspectiva*, v. 24, n. 88, p. 81–99, 2000.
- Maccari Junior, A. Análise do pré-processamento da erva-mate para chimarrão. *Tese*. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Agrícola, 2005.

- Malheiros, G. C. Estudo da alteração da cor e degradação da clorofila durante a armazenagem de erva-mate tipo chimarrão. 103 f. *Dissertação* (Mestrado em Ciência e Tecnologia dos Alimentos) – Setor de Ciências Agrárias, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2007.
- Mantanus, J.; Ziémons, E.; Lebrun, P.; Rozet, E.; Klinkenberg, R.; Streel, B.; Evrad, B.; Hubert, Ph. Moisture content determination of pharmaceutical pellets by near infrared spectroscopy: method development and validation. *Analytica Chimica Acta*, v. 642, p. 186-192, 2009.
- Mendes, R. M. de O. Caracterização e avaliação da erva-mate (*Ilex paraguariensis* St. Hil.), beneficiada no Estado de Santa Catarina. 119 f. *Dissertação* (Mestrado em Engenharia Química). Curso de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2005.
- Mizukami, Y.; Sawai, Y.; Yamaguchi, Y. Moisture content measurements of tea leaves by electrical impedance and capacitance. *Biosystems Engineering*, v. 93, p. 293–299, 2006.
- Mujumdar, A. S. Handbook of Industrial Drying. *Taylor and Francis*, New York, USA, 2006.
- Nuñez, J. C.; Känzig, R. G. Secanza de yerba mate. In: Erva-mate: biologia e cultura no Cone Sul; Winge, H.; Ferreira, A. G.; Mariath, J. E. A.; Tarasconi, L. C.; UFRGS: Porto Alegre, 175-180, 1995.
- Ortega, M. G.; Castaño, F.; Vargas, M.; Rubio, F. R. Multivariable robust control for a rotary dryer: Analysis and design. *Control Engineering Practice*, v. 15, p. 487-500, 2007.
- Pan, Z.; Xu, W.; Huang, J.; Zhang, M.; Shi, J. Easy bowling: a small bowling machine based on virtual simulation. *Computers & Graphics*, v. 27, p. 231-238, 2003.
- Panchariya, P. C.; Popovic, D.; Sharma, A. L. Thin-layer modelling of black tea drying process. *Journal of Food Engineering*, v. 52, p. 349–357, 2002.
- Panda, R. C. Dynamics and control of a continuous fluidized bed dryer. Ph.D. *Thesis*, Department of Chemical Engineering, Indian Institute of Technology, India, 1993.
- PARANÁ – SEAB – Secretaria da Agricultura e do Abastecimento do Paraná.
DERAL – Departamento de Economia Rural. Análise da Conjuntura

- Agropecuária Safra 2009/2010 *Comércio Exterior do Mate*, por Rucker, N. A. e Mazuchowski, J. Z. Outubro de 2009.
- PARANÁ – SEAB – Secretaria da Agricultura e do Abastecimento do Paraná. Diagnóstico e Alternativas para a Erva-mate *Ilex paraguariensis*, por Mazuchowski, J., Z. e Rucker, N. A. Curitiba, 141 p., 1993.
- Penteado, S. R. C.; Iede, E. T.; Leite, M. S. P. Pragas da erva-mate: perspectivas de controle, p. 27-38. *In* II Congresso Sul-Americano da Erva-Mate e III Reunião Técnica da Erva-Mate. *Encantado*, edição dos Organizadores, 2000.
- Peralta, J. M.; Schmalko, M. E. Modeling Heat and Mass Transfer in the Heat Treatment Step of Yerba Maté Processing. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 24, n. 1, p. 73-82, 2007.
- Perez, L.H. Chá-mate e especiarias: exportações brasileiras de 1996 a 2006. *informações econômicas*, v. 7, p. 40-49, 2007.
- Pérez-Correa, J. R.; Agosin, E. Solid state fermentation, automation of solid substrate fermentation processes. *In*: Flickinger M., Drew, S., editors. *Encyclopedia of bioprocess technology: fermentation, biocatalysis and bioseparation*, New York. Wiley, p. 2429-2446, 1999.
- Perry, R. H. e Chilton, C. H. Manual de Engenharia Química, Seção 13. Ed. Guanabara Dois, Rio de Janeiro, 1980.
- Piñeiro, Z.; Palma, M.; Barroso, C. G. Determination of catechins by means of extraction with pressurized liquids. *Journal of Chromatography A*, v. 1026, p. 19-23, 2004.
- Pinelo, M.; Sineiro, J.; Núñez, M. J. Mass transfer during continuous solid-liquid extraction of antioxidants from grape byproducts. *Journal of Food Engineering*, v. 77, p. 57-63, 2006.
- Powell, M., Savolainen, V., Cuénod, P., Manen, J. F., Andrews, S. The mountain holly (*Nemopanthus mucronatus*: Aquifoliaceae) revisited with molecular data. *Kew Bulletin* 55: 341-347, 2000.
- Price, W. E.; Spitzer, J. C. The temperature dependence of the rate of extraction of soluble constituents of black tea. *Food Chemistry*, v.46, p. 133-136, 1993.

- Ramallo, L. A.; Lovera, N. N.; Schmalko, M. E. Effect of the application of intermittent drying on *Ilex paraguariensis* quality and drying kinetics. *Journal of Food Engineering*, v. 97, p. 188-193, 2010.
- Rantanen, J.; Lehtola, S., Rämetsä, P.; Mannermaa, J. P.; Yliruusi, J. On-line monitoring of moisture content in an instrumented fluidized bed granulator with a multi-channel NIR moisture sensor. *Powder Technology*, v. 99, p. 163-170, 1998.
- Rywotycki, R. Electric sensor for prompt measurement of moisture content in solid food products. *Journal of Food Process Engineering*, v. 25, p. 473-483, 2003.
- Sambiassi, C.; Escalada, A. M.; Schmalko, M. E. Extraction optimization of soluble compounds of yerba mate. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, v. 44, p. 189-193, 2002.
- Sansberro, P. A.; Mroginski, L. A.; Bottini, R. A. Giberelinas y brotación de la yerba mate (*Ilex paraguariensis* St. Hil.). Universidad Nacional del Nordeste: *Comunicaciones Científicas y Tecnológicas*, 3 p, 2000.
- Santos, T. B.; Mitchell, D. A.; Krieger, N.; Moure, V. R.; Zanoelo, E. F. Experimental and modelling study of enzymatic oxidation of 5-o-caffeoylquinic acid by polyphenol oxidases. *Food Technology Biotechnology*, v. 48, p. 548-553, 2010.
- Santos, T. B. Estudo cinético da oxidação enzimática do ácido 5-o-caffoilquínico por polifenoloxidasas. *Dissertação*. Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR, Brasil, 2009.
- Schmalko, M. E.; Morawicki, R. O.; Ramallo; L. A. simultaneous determination of specific heat capacity and thermal conductivity using the finite-difference method. *Journal of Food Engineering*, v. 31, p. 531-540, 1997.
- Schmalko, M. E.; Scipioni, P. G.; Ferreyra, D. J. Effect of water activity and temperature in color and chlorophylls changes in yerba mate leaves. *International Journal of Food Properties*, v. 8, p. 313–322, 2005.
- Senol, A.; Aydin, A. Solid-liquid of caffeine from tea waste using battery type extractor: Process optimization. *Journal of Food Engineering*, v.75, p. 565-573, 2006.
- SIDRA, Sistema IBGE de recuperação automática. Produção da extração vegetal e da silvicultura. Disponível em:

<<http://www.sidra.ibge.gov.br/bda/tabela/protabl.asp>>. Acessado 13/02/2010.

- Shinskey, F. G. *Process Control Systems: application, design and tuning*, McGraw-Hill, 4th Edition, 1996.
- Spigno, G.; De Faveri, D. M. Microwave-assisted extraction of tea phenols: A phenomenological study. *Journal of Food Engineering*, v. 93, p. 210-217, 2009.
- Spiro, M.; Page, C. M. The kinetics of mechanism of caffeine infusion from coffee: Hydrodynamic aspects. *Journal of Science of Food Agriculture*, v. 35, p. 925-930, 1984.
- Spiro, M.; Selwood, R. M. The kinetics mechanism of caffeine infusion from coffee: The effect of particle size. *Journal of Science of Food Agriculture*, v. 35, p. 915-924, 1984.
- Stapley, A. G. F. Modelling the kinetics of tea and coffee infusion. *Journal of the Science Food and Agriculture*, v. 82, p. 1661-1671, 2002.
- Stephanopoulos, G. *Chemical Process Control: An Introduction to Theory and Practices*. Prentice Hall, Englewood Cliffs, USA, 1984.
- Tang, Z., Cenkowski, S., Izydorczyk, M. Thin-layer drying of spent grains in superheated steam, *Journal of Food Engineering*, v. 67, p. 457–465, 2005.
- Temple, S. J. Control of fluidized bed tea drying. Ph.D. *Thesis*. Wageningen University, Wageningen, Netherlands, 2000.
- Temple, S. J., van Boxtel, A. J. B. Control of fluid bed tea dryers: Controller design and tuning. *Computers and Eletronics in Agriculture*, v. 26, p. 159-170, 2000.
- Temple, S. J.; van Boxtel, A. J. B. Thin layer drying of black tea. *Journal of Agricultural Engineering Research*, v. 74, p. 167–176, 1999.
- Temple, S. J.; van Boxtel, A. J. B.; van Straten, G. Control of fluid bed tea dryers: controller performance under varying operating conditions. *Computers and Electronics in Agriculture*, v. 29, p. 217–231, 2000.
- Trelea, I. C.; Trystan, G.; Courtois, F. Optimal constrained non-linear control of batch processes application to on drying. *Journal of Food Engineering*, v. 31, p. 403-421, 1997.

- van't Land, C. M. Industrial drying equipment. Selection and application. New York: *Marcel Dekker*, 362 p., 1991.
- Vidor, M. A.; Ruiz, C. P.; Moreno, S. V.; Floss, P. A. Marcadores moleculares em estudos de caracterização de erva-mate (*Ilex paraguariensis* St. Hill.): o sabor. *Ciência Rural*, v. 32, p. 415-420, 2002.
- Vilcahuaman, L. J. M. Caracterización y evaluación económica del sistema agroforestal yerba mate en el sur de Brasil: un enfoque financeiro, de optimización y de riesgo. PhD *Thesis*, Institucion de Ensenanza e Investigaciomen Ciencias Agrícolas, México, 1999.
- Wang, h. G.; Senior, P. R.; Mann, R.; Yang, W. Q. Online measurement and control of solids moisture in fluidized bed dryers. *Chemical Engineering Science*, v. 64, p. 2893-2902, 2009.
- Wang, L.; Weller, C. L. Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants. *Food Science e Technology*, v. 17, p. 300-312, 2006.
- Wiriyumpaiwong, S., Soponronnarit, S., Prachayawarakorn, S. Comparative study of heating processes for full-fat soybeans. *Journal of Food Engineering*, v. 65, p. 371–382, 2004.
- Zanoelo, E. F. A Theoretical and Experimental Study of Simultaneous Heat and Mass Transport resistances in a shallow fluidized bed dryer of mate leaves. *Chemical Engineering and Processing*, v. 46, n. 12, p. 1365-1375, 2007.
- Zanoelo, E. F. Equilibrium moisture for mate leaves. *Biosystems Engineering*, v. 92, p. 445–452, 2005.
- Zanoelo, E. F.; Abitante, A.; Meleiro, L. A. Dynamic modeling and feedback control for conveyors-belt dryers of mate leaves. *Journal of Food Engineering*, v. 84, p. 458–468, 2008.
- Zanoelo, E.F.; Benincá, C.; Ribeiro, E. Thermophysical properties of mate leaves: experimental determination and theoretical: effect of moisture content. *Journal of Food Process Engineering*, Aceito para publicação 2010.
- Zanoelo, E. F., Cardozo-Filho, L.; Lara, E.; Cardozo-Júnior, E., L. Superheated steam drying of mate leaves and effect of drying conditions on the phenol content. *Journal of Food Process Engineering*, v. 29, p. 253-268, 2006.

Zanoelo, E. F.; Di Celso, G. M.; Kaskantzis, G. Drying kinetics of mate leaves in a packed bed dryer. *Biosystems Engineering*. v. 96, p. 487-494, 2007.

ANEXO A

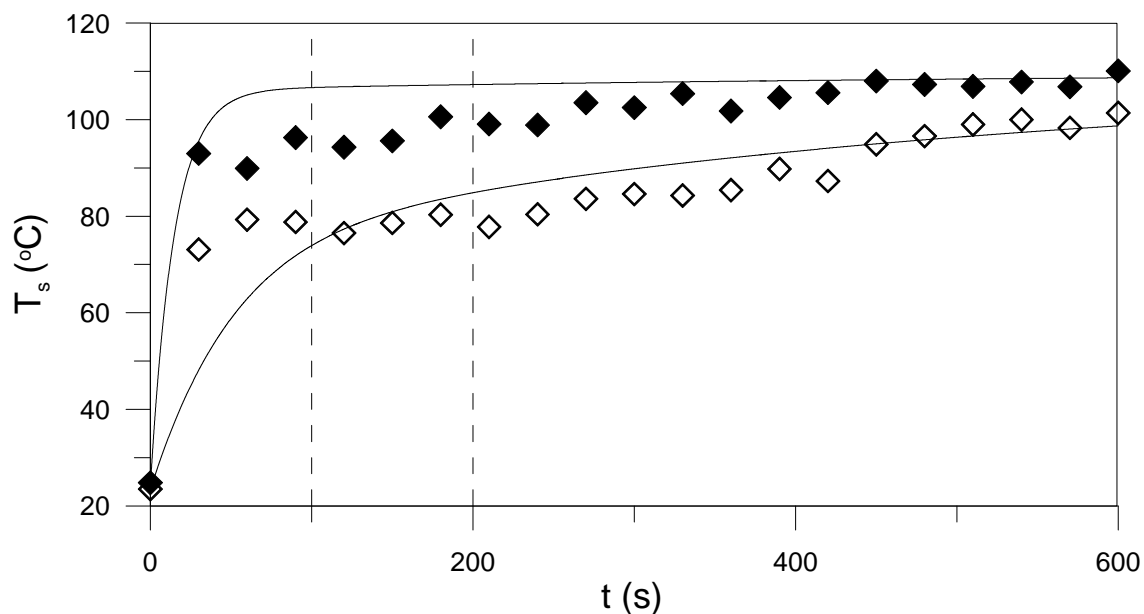


Figura A1. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 110 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com o modelo fenomenológico, sendo $M_i = 1,55$ (\diamond) e $M_i = 0,21$ (\blacklozenge).

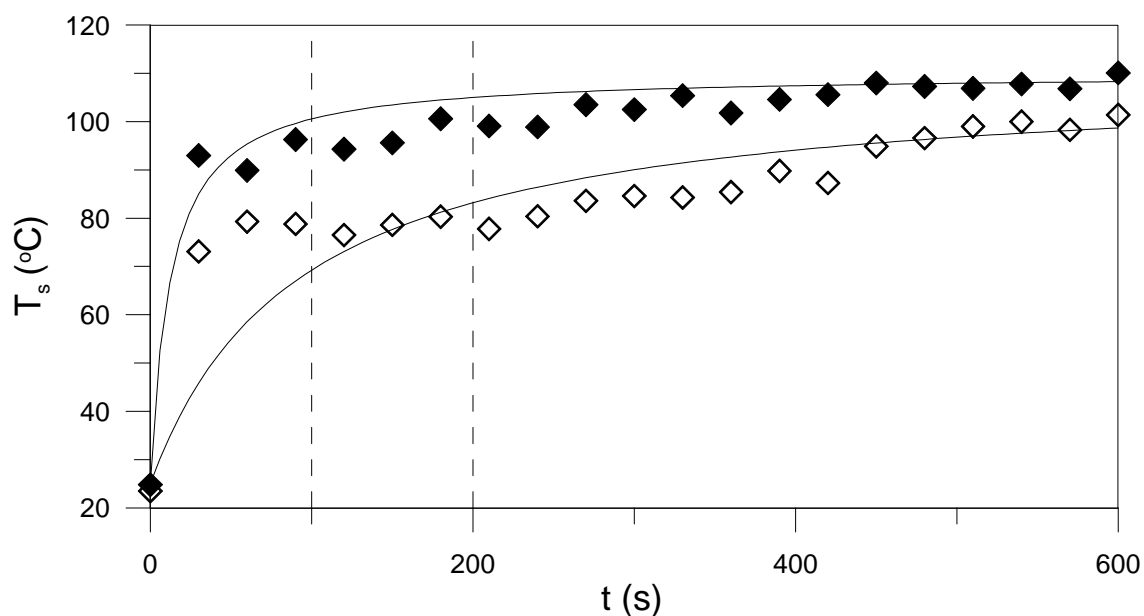


Figura A2. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 110 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com a Equação (3.1), sendo $M_i = 1,55$ (\diamond) e $M_i = 0,21$ (\blacklozenge).

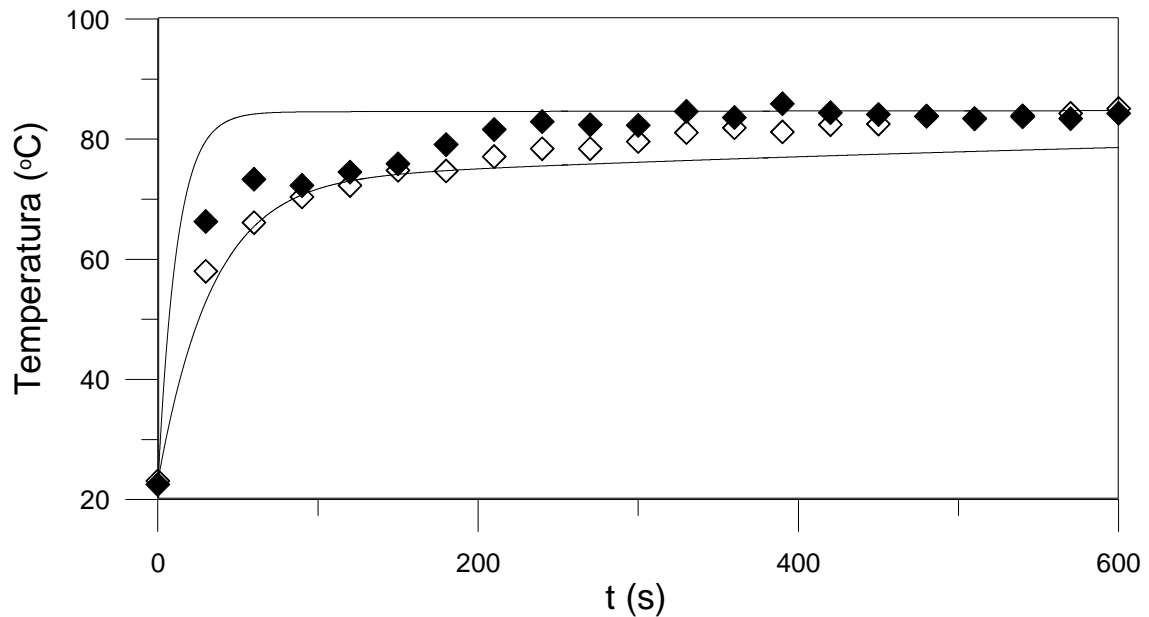


Figura A3. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 85 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas com o modelo fenomenológico (linha contínua), sendo $M_i = 0,98$ (\diamond) e $M_i = 0,64$ (\blacklozenge).

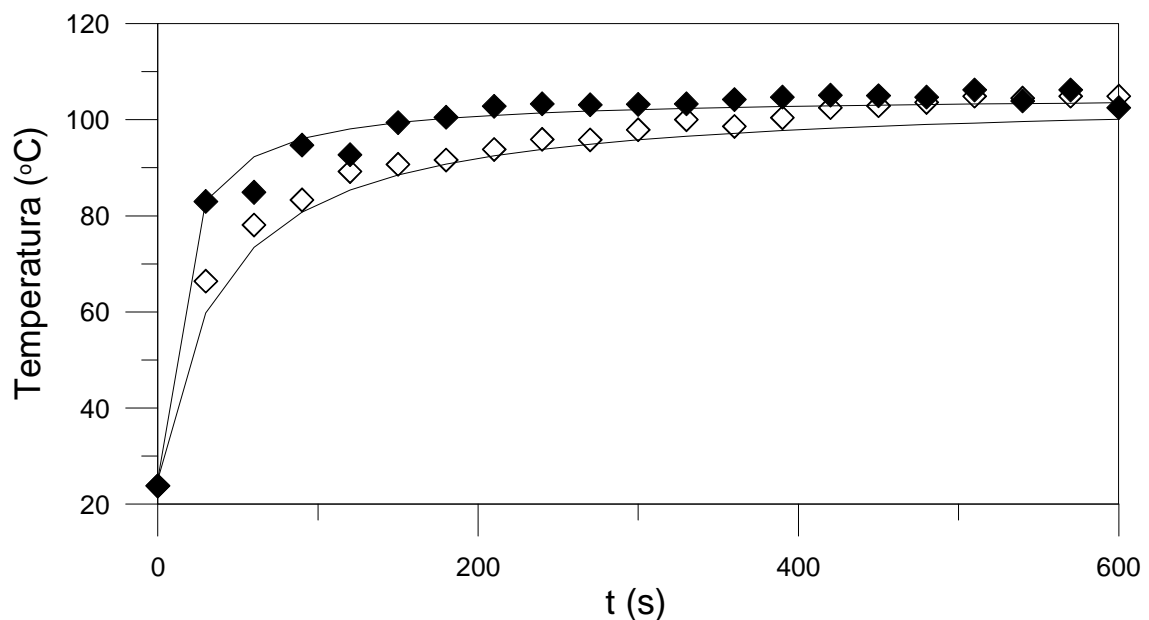


Figura A4. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 105 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e validação da Equação 3.1 (linha contínua), sendo $M_i = 0,69$ (\diamond) e $M_i = 0,20$ (\blacklozenge).

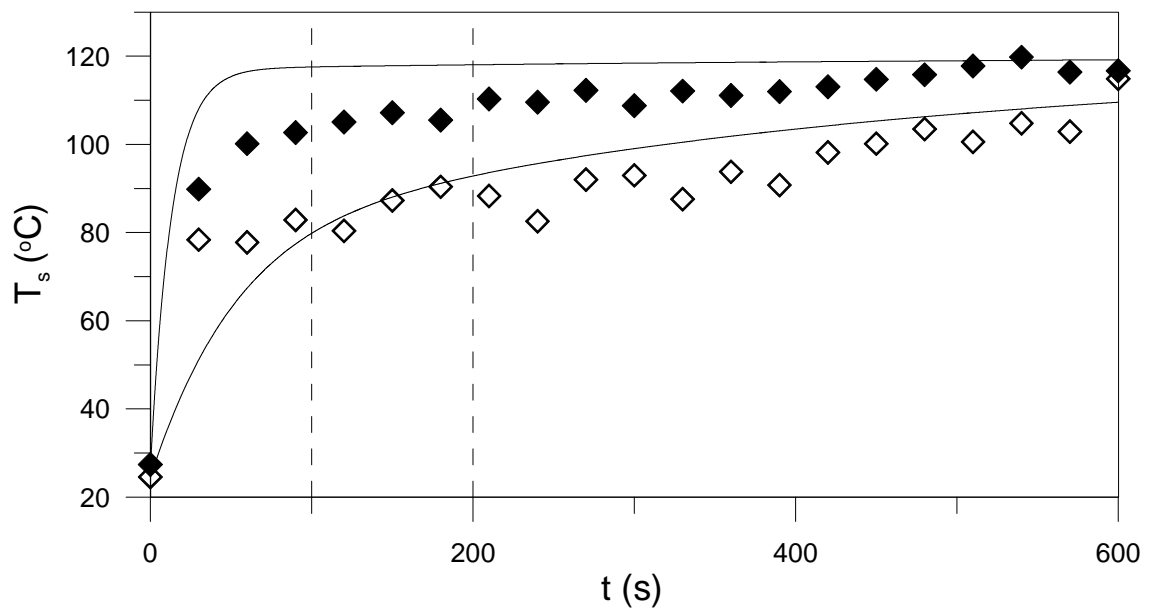


Figura A5. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 120 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com o modelo fenomenológico, sendo $M_i = 1,51$ (\diamond) e $M_i = 0,14$ (\blacklozenge).

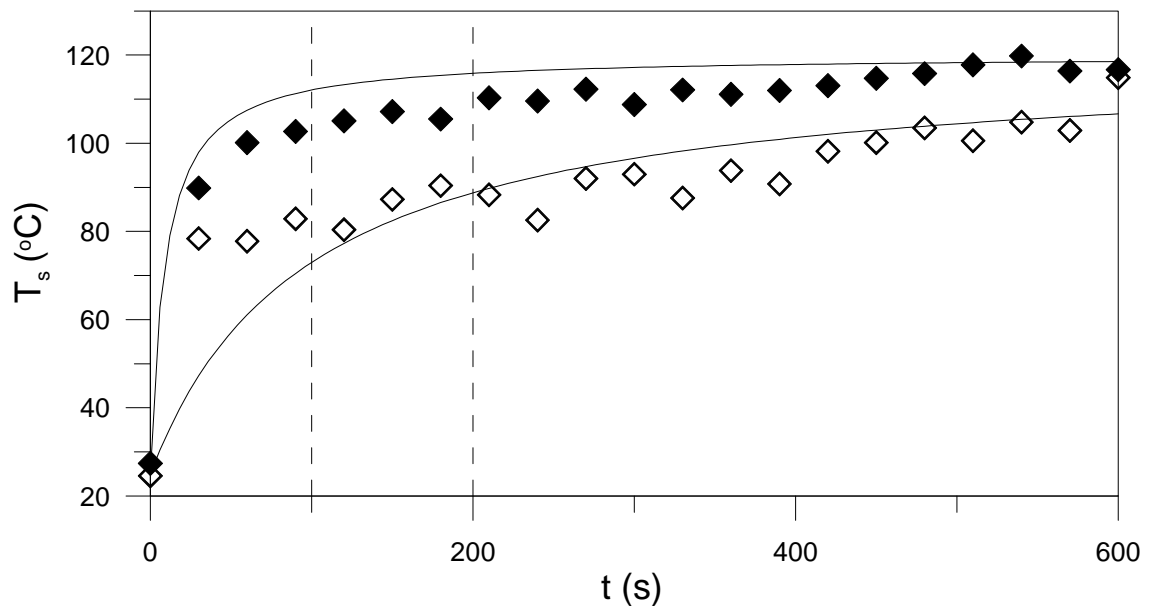


Figura 4.6. Resultados da secagem das folhas de erva-mate a 120 °C. Temperaturas experimentais (símbolos) e calculadas (linhas) com a Equação (3.1), sendo $M_i = 1,51$ (\diamond) e $M_i = 0,14$ (\blacklozenge).

ANEXO B

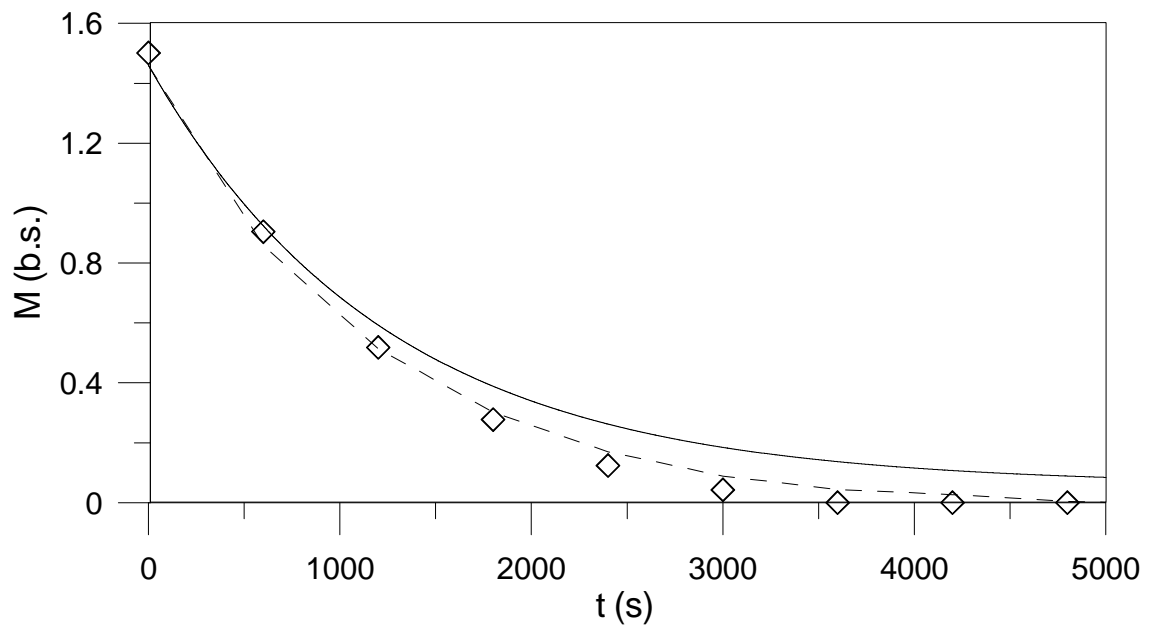


Figura B1. Curvas experimentais (símbolos) e calculadas (linha sólida: modelo fenomenológico; tracejada: modelo empírico) de secagem a 75 °C

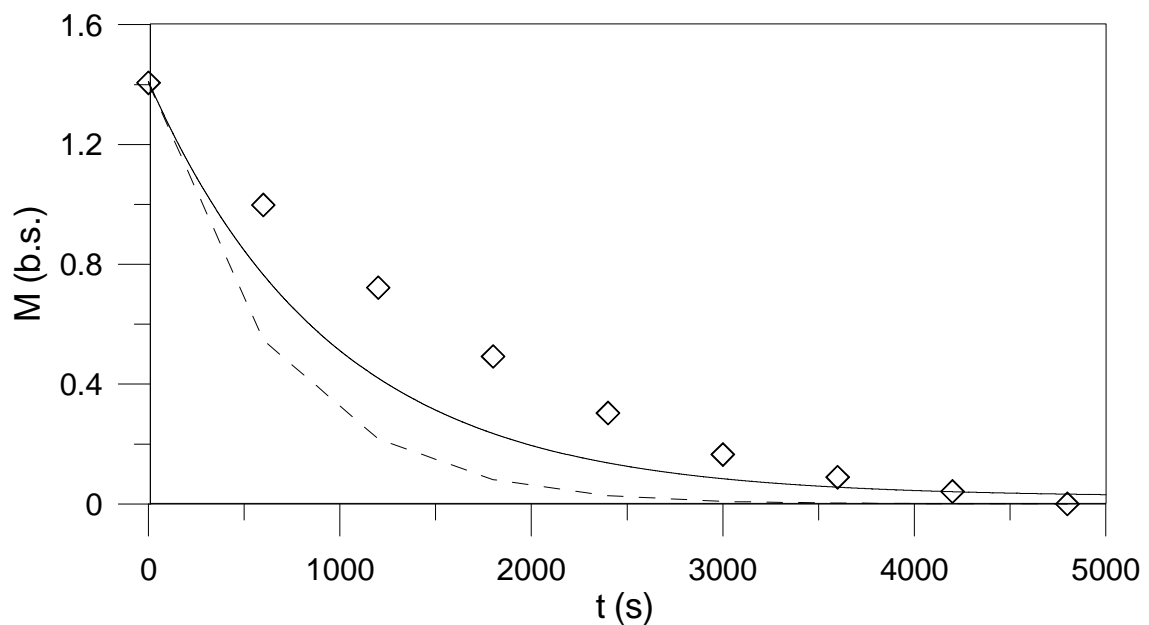


Figura B2. Curvas experimentais (símbolos) e calculadas (linha sólida: modelo fenomenológico; tracejada: modelo empírico) de secagem a 85 °C.

ANEXO C

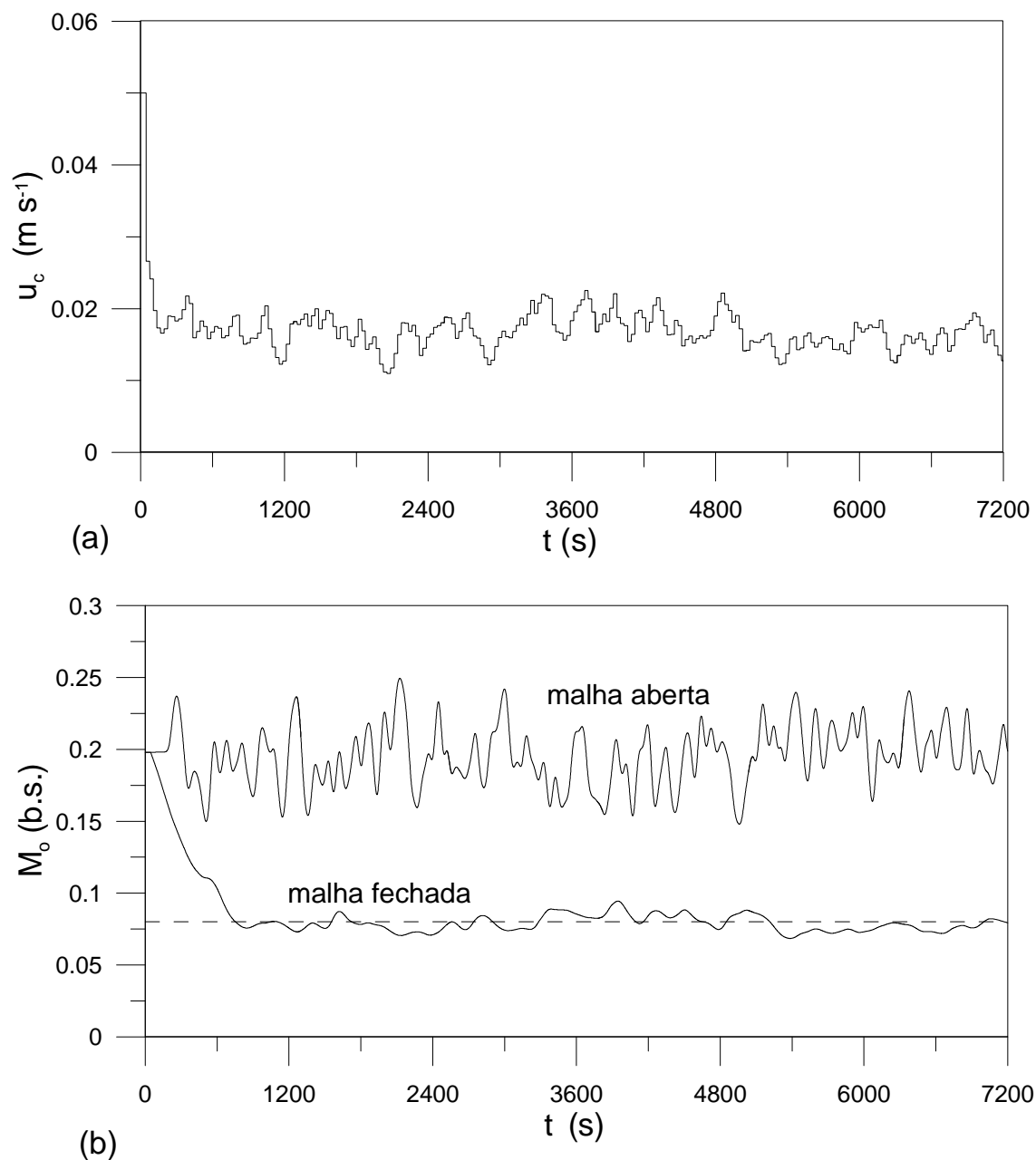


Figura C1. Controle inferencial de umidade na descarga de um secador de esteira de erva mate considerando perturbações aleatórias na umidade de alimentação apresentadas na Figura 4.38a. A linha tracejada denota um *set-point* igual a 0,08 (base seca).

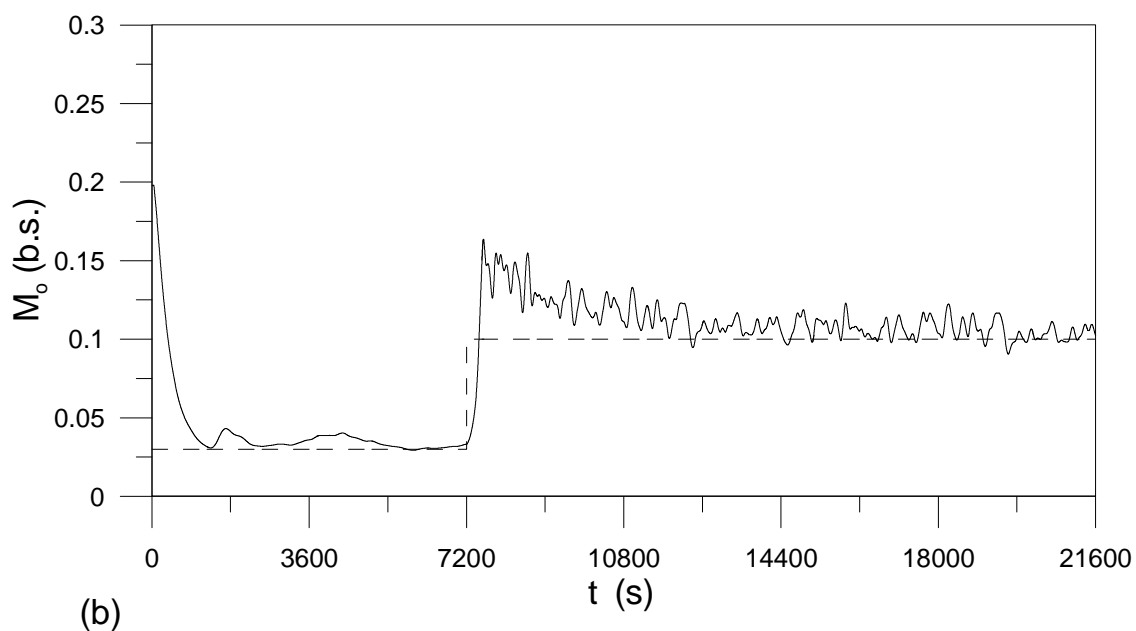
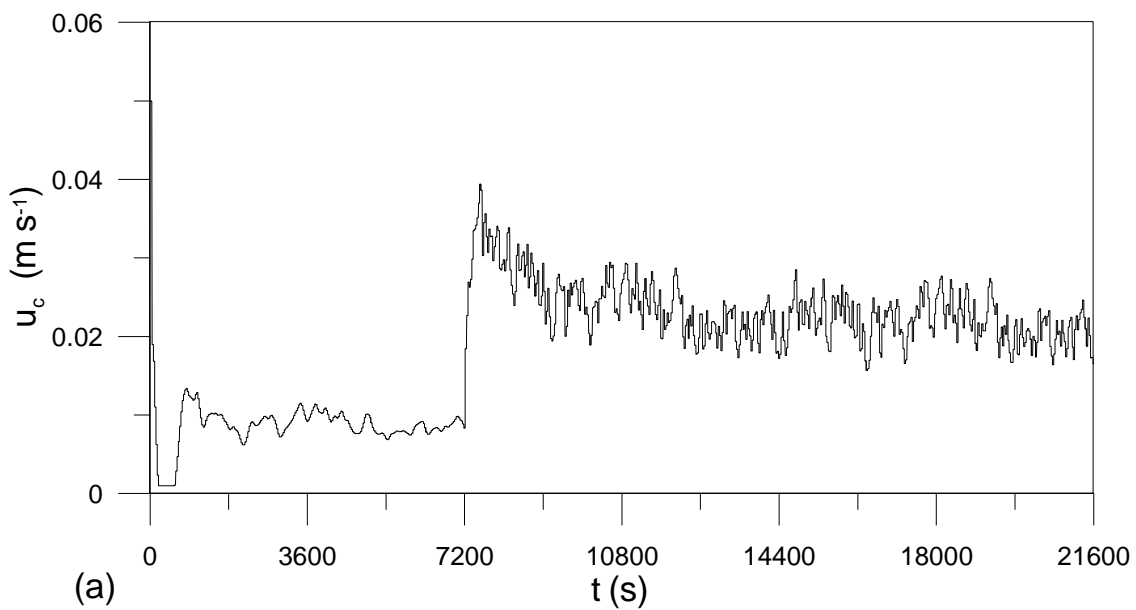


Figura C2. Controle inferencial de umidade na descarga de um secador de esteira de erva mate considerando perturbações aleatórias na umidade de alimentação apresentadas na Figura 4.38a repetidas nos intervalos 0-7200, 7200-14400 e 14400-21600 s. A linha tracejada denota um *set-point* igual a 0,03 (b.s.) entre 0 e 7200 s e igual a 0,08 (b.s.) entre 7200 e 21600 s.

ANEXO D

DETALHAMENTO DA EQUAÇÃO (3.1):

O aumento da temperatura das folhas de erva-mate em função do tempo de secagem pode ser descrito por uma função racional do tipo abaixo indicado:

$$T_s = T_{si} + \frac{(T_g - T_{si})t}{a_1 + t} \quad (D1)$$

onde, a_1 é um parâmetro empírico que depende da umidade inicial do sólido. Na presente investigação obteve-se a seguinte correlação entre estas variáveis:

$$a_1 = [\alpha_1 \ln(T_g) - \alpha_2] M_i \quad (D2)$$

Substituindo-se a expressão para a_1 dada na Equação (D2) em D1, obtém-se:

$$T_s = T_{si} + \frac{(T_g - T_{si})t}{[\alpha_1 \ln(T_g) - \alpha_2] M_i + t} \quad (D3)$$

Isolando-se a variável M_i da Equação (D3) e substituindo-se t por τ resulta na Equação (3.1).