

“Avaliação das Condições de Operação na Qualidade Final de Produtos Liofilizados”

INTRODUÇÃO

Liofilização é amplamente utilizada nas indústrias alimentícias e farmacêuticas. O processo consiste em três etapas para secagem do produto por desidratação através de sublimação e dessorção. As etapas são: congelamento do produto, secagem primária e secagem secundária. No presente trabalho foi realizado um estudo do efeito de diferentes condições de liofilização na qualidade do produto final, analisando colapso do mesmo. Qualquer perda de estrutura (micro ou macro) durante o processo é considerado colapso, afetando a qualidade e as características do produto final. Entender o colapso e quando ele ocorre é de fundamental importância para otimização do processo e obtenção de produtos de maior qualidade.

METODOLOGIA E RESULTADOS

- Foram preparadas soluções de 10 a 60 wt% de
 - Sacarose
 - Sacarose + 1g de goma Arábica
 - Goma Arábica
- Foram analisadas quatro condições de liofilização (Tabela 1) com amostras de 1mL em frascos de vidro de 10mL. As condições utilizadas variaram nos parâmetros da primeira secagem e na taxa de aquecimento entre as secagens. Uma vez que esses parâmetros influenciam diretamente no colapso.
- Perfis de Temperatura do processo foram obtidos com o uso de termopares para observação da temperatura do produto.
- Análises realizadas no produto final:
 - Umidade residual
 - Calculada por Diferença
 - Secagem em Forno
 - Estrutura

Tabela 1: Condições de liofilização estudadas

	Condições de Liofilização			
	A	B	C	D
Congelamento	-40°C 6 horas	-40°C 6 horas	-40°C 6 horas	-40°C 6 horas
Primeira Secagem	0,1 mbar -40°C 12 horas	0,1 mbar -20°C 12 horas	0,1 mbar -40°C 12 horas	0,1 mbar -40°C 12 horas
Taxa de aquecimento entre secagens	Degrau 180°C/h (3°C/min)	Degrau 120°C/h (2°C/min)	Rampa 10°C/h	Rampa 5°C/h
Segunda Secagem	0,1 mbar 20°C 6 horas	0,1 mbar 20°C 6 horas	0,1 mbar 20°C 6 horas	0,1 mbar 20°C 6 horas

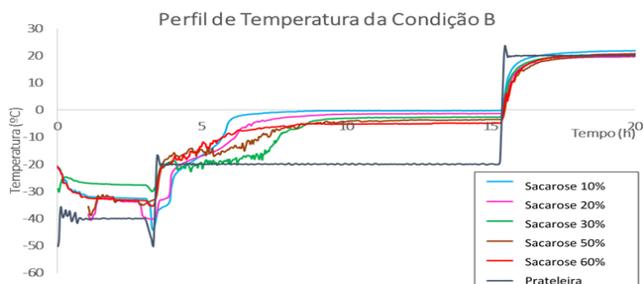


Figura 1: Exemplo de Perfil de Temperaturas do Processo. Similares foram obtidos para as demais condições para entendimento do colapso.

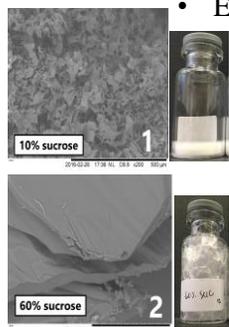


Figura 2: Exemplo de microscopias realizadas. Imagem 1 representa uma amostra não colapsada: não há aumento de altura e a microestrutura é porosa. Imagem 2 representa uma amostra colapsada

- Altura final
- Fotos e Microscopia Eletrônica de Varredura

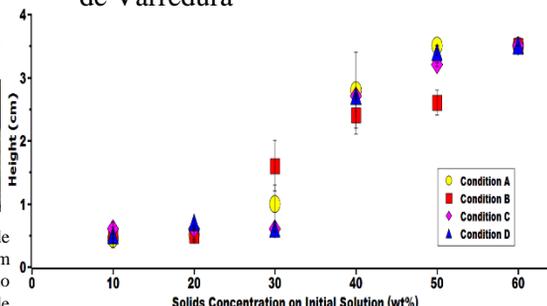


Figura 3: Exemplo comparativo das alturas obtidas para amostra de Sacarose para cada condição. Gráfico similar foi obtido para as soluções de Goma Arábica e da mistura.

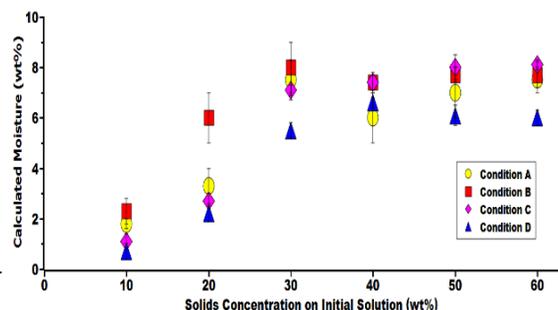


Figura 4: Exemplo comparativo das umidades residuais obtidas para amostra de Sacarose para cada condição. Gráfico similar foi obtido para as soluções de Goma Arábica e da mistura.

CONCLUSÃO

Todas as condições estudadas foram eficazes para secar as amostras. Porém, aquela com a rampa mais lenta (5°C/h) foi a que menos apresentou colapso das amostras de sacarose e da mistura. Foi observado que a adição de goma arábica à sacarose ajuda a evitar a ocorrência de colapso no processo, devido à grande massa molecular da goma. Para todas as condições escolhidas, as amostras de goma Arábica não apresentaram colapso, também relacionado à sua massa molecular. Além disso, se observou um aumento de umidade residual com o aumento da concentração das amostras assim como um aumento da altura final, ou seja, um aumento do colapso para todos os sólidos.