



**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO**  
**ESCOLA SUPERIOR DE AGRICULTURA "LUIZ DE QUEIROZ"**  
**DEPARTAMENTO DE ZOOTECNIA**  
**"LZT 0580 / 5862 – Análise e Composição de Alimentos"**



# **Fundamentos de liofilização para secagem de amostras para análise de alimentos**

**Discentes: Débora Sousa  
Larissa Garcia**

**Docente: Dra. Carla Maris M. Bittar**

**Setembro - 2019**

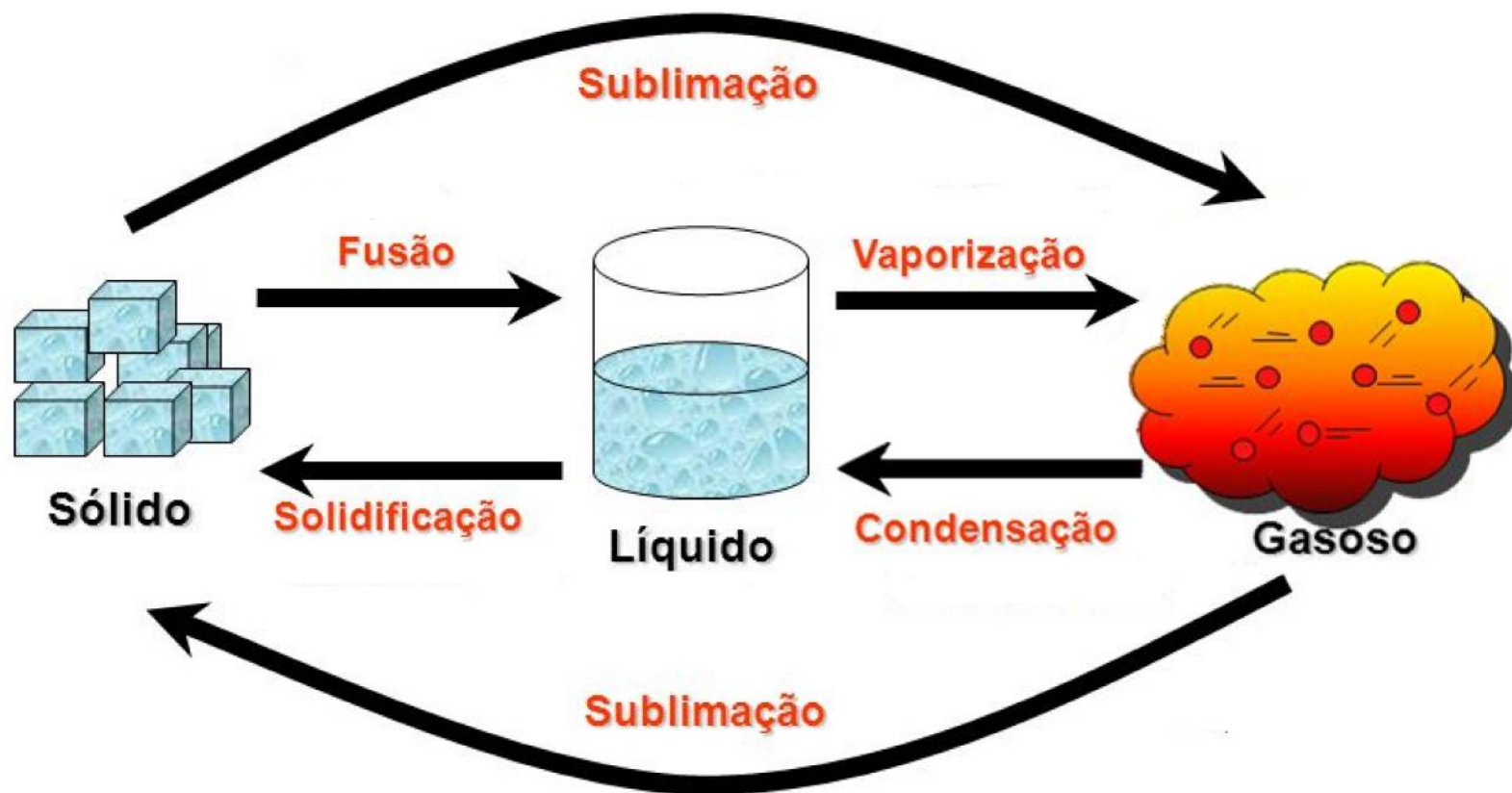
# Liofilização

---

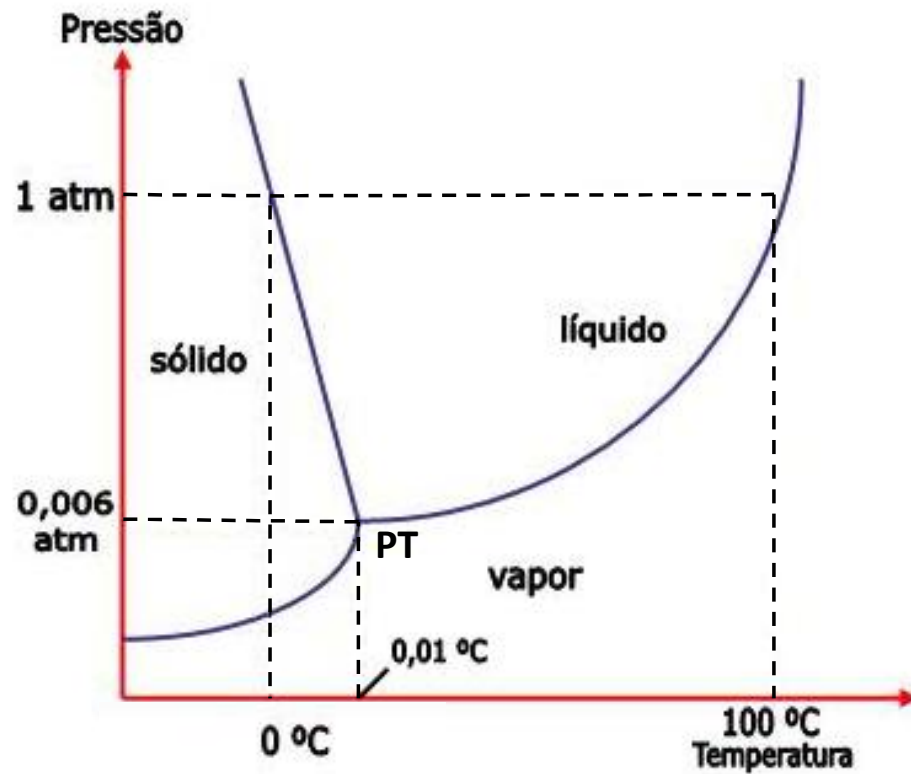
- Conceito:

- Processo de secagem no qual, em condições especiais de pressão e temperatura, uma substância é previamente congelada e a quantidade de solvente (geralmente água) é reduzida;
  - Primeiro a redução ocorre por sublimação e posteriormente por dissorção para valores que cessem a atividade biológica e reações químicas;
  - Difere dos demais métodos de secagem em razão da água ser removida do estado sólido (gelo) diretamente para o estado de vapor por sublimação (não passa pela fase líquida).
-

# Estado físico da água



# Diagrama de fases da água



Adaptado de cruz.blogspot.com

# Etapas da Liofilização

---

Preparo Amostra

Congelamento

Secagem Primária

Secagem Secundária

Produto Final

---

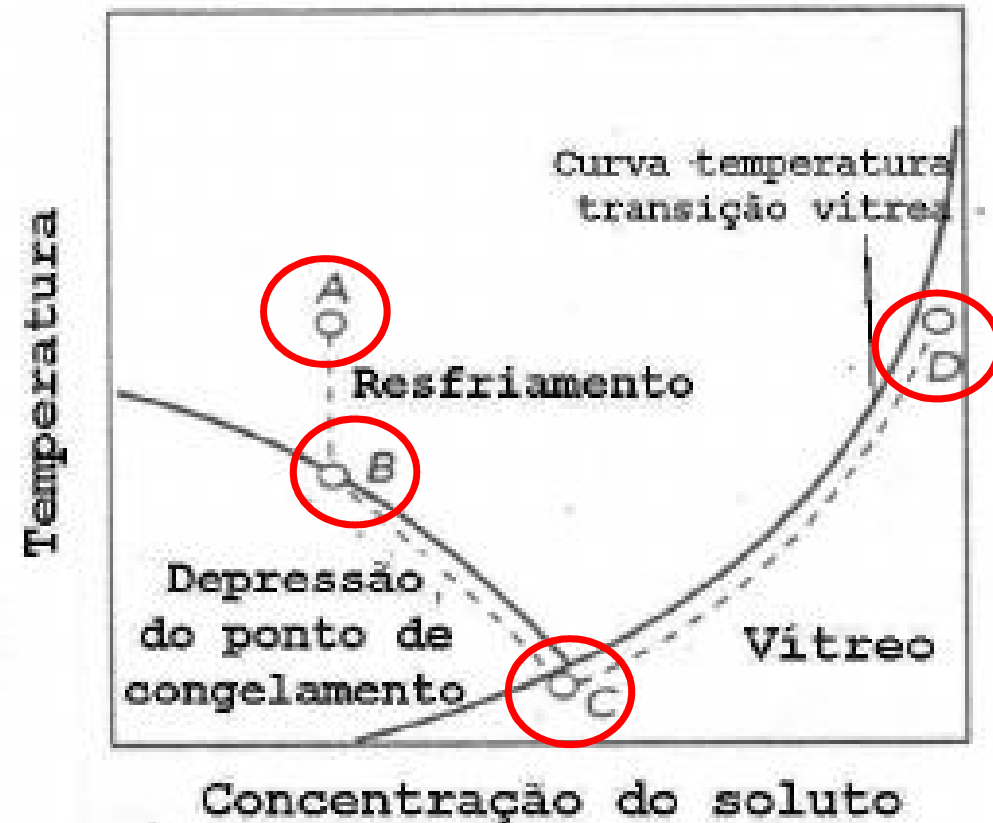
# Congelamento

---

- Transformar as soluções aquosas dos alimentos (amostras) em uma mistura de duas fases:
    - Constituída de cristais de gelo;
    - Solução concentrada dos solutos.
  - Pode ser realizado a parte ou no próprio equipamento (logística);
  - Tipo e velocidade de congelamento;
  - Condições adequadas depende das características particulares de cada amostra.
-

# Congelamento

- Alimentos sólidos: normalmente ocorre o congelamento rápido;
- Recomendação: maximamente concentrado por congelamento:
  - Temperatura de transição vítrea e concentração do soluto.





# Congelamento



- Congelamento muito rápido: ruptura por tensão;
- Qualidade do produto final.



# Secagem Primária

- Sublimação (vácuo e adição de calor);
- Perda de calor latente (fornecer mais calor – condução / radiação);
- Aumento da temperatura da amostra a um valor próximo a do ambiente ou quando desaparece a interface entre camada seca e camada congelada;
- 80 a 90% da umidade.



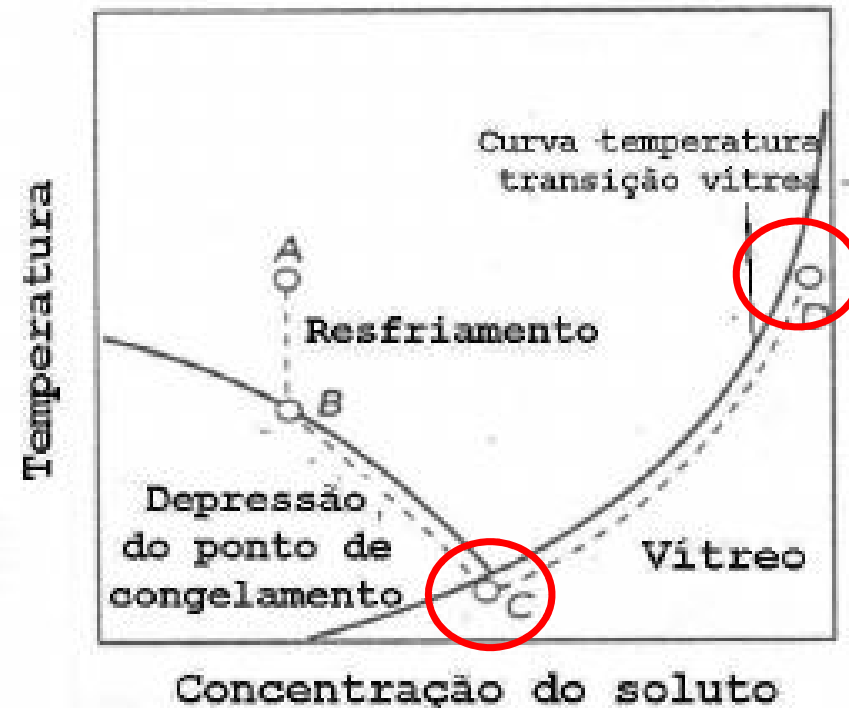
# Secagem Secundária

---

- Cerca de 15% para <2%;
  - Dessorção, com baixas temperaturas e pressões reduzidas;
  - Retirar a água ligada (adsorvida ao substrato sólido – proteínas e macromoléculas);
  - Adição de calor de forma mais lenta (difusão das moléculas de água);
  - Rápido fornecimento de calor = colapso
-

## Secagem Secundária - Colapso

- Colapso = temperatura de congelamento ultrapassar a temperatura de transição vítrea (perda da viscosidade).
- Transição vítrea = processo reversível em materiais amorfos entre um estado duro e relativamente rígido e um estado mole e viscoso;
- $\uparrow$  [ ] soluto  $\downarrow$  água =  $\uparrow$  temperatura de transição vítrea (mais tolerante ao colapso).



# Para uma boa liofilização

---

- Máxima formação de gelo e, se possível, a temperatura durante o estágio de secagem primária deve permanecer abaixo da temperatura de transição vítrea (TTV);
- Secagem secundária, a temperatura e o teor de umidade devem ser controlados (temperatura levemente abaixo da TTV (colapso));
- Temperatura de colapso 10 a 20 °C acima da TTV da amostra.



# Características desejadas após liofilização

- Seco
- Poroso
- Cor uniforme
- Estéril
- Livre de pirogênios
- Quimicamente estável



# Vantagens

---

- Mudanças mínimas nas propriedades
  - Material seco homogêneo
  - Tempo de reconstituição rápida
  - Facilidade no transporte e armazenamento
  - Aumento do período de preservação
  - Manutenção da esterilidade do produto
-



# Desvantagens

---

- Operação demorada
  - Problemas associados à esterilização
  - Operação unitária mais cara
-



**R\$ 9.000,00**



**R\$ 4.510,87**



**R\$ 89.000,00**

# Aplicações

---

- Análise de alimentos
  - Farmacêutica e biotecnologia
  - Indústria alimentícia
  - Indústria tecnológica
  - Outras aplicações
-

# Equipamentos de liofilização

---



# Equipamentos de liofilização

---



# Equipamentos de liofilização





# Equipamentos constituintes do processo de liofilização

- Câmara de vácuo
- Fonte de calor
- Condensador de vapor de água
- Bomba de vácuo



---

# **Efeito do método de secagem sobre os nutrientes**

---

# Silagem

<b>Nutriente</b>	<b>Liofilizado</b>	<b>40° C</b>	<b>65° C</b>	<b>100° C</b>
Matéria seca (%)	18.9a	19.0a	19.4b	16.6c
Matéria orgânica (%)	94.1	94.2	94.0	94.1
Energia bruta (kcal/g)	4.63 a	4.60 b	4.54 c	4.59 b
Proteína bruta (%)	11.8 d	11.6 d	11.4 e	11.3 e

Larsen & Jones, 1973

# Forragem - Alfafa

---

Tratamentos	Sacarose	Glicose	Frutose	Total
21 °C	2.2	0.7	0.8	3.7
60 °C	2.8	0.9	1.0	4.7
70 °C	3.2	1.0	1.1	5.3
100 °C + 70 °C	2.5	1.2	1.5	5.2
Liofilizado	2.8	2.4	1.8	7.0

---

Raguse & Smith, 1965.

# Leite

Nutriente	Leite liofilizado	Leite não-liofilizado
Lipídio (g/dL)	3,45 + 0,19	3,8
Proteína (g/dL)	1,14 + 0,08	1,2
Cálcio (mg/dL)	27,9 + 1,67	28-33
Lactose (g/dL)	7,44 + 1,30	7,0
<b>Características observadas após a realização da prova de reconstituição do leite liofilizado</b>		
Cor	Semelhante	-
Fluidez	Semelhante	-
Diluição	Plena	-

Martins et al., 2011



**Débora Sousa – Mestranda – PPG CAP**  
**deborasousa@usp.br**

**Larissa Garcia – Doutoranda – PPG CAP**  
**larissagarcia@usp.br**

**Obrigada!**

---