

AVALIAÇÃO COMPARATIVA DA DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS DA FARINHA DE BAGAÇO DE AZEITONA UTILIZANDO ANÁLISE A LASER E ANÁLISE MORFOLOGICA DE PARTÍCULAS

GABRIELA DA SILVA SCHIRMANN¹; CINDY RODRIGUEZ CAMACHO²;
SANTIAGO MURILLO ROMERO³; RAPHAELLY ALMEIDA FERNANDES⁴; ROSANA COLUSSI⁵; CARLA ROSANE BARBOZA MENDONÇA⁶.

¹Universidade Federal de Pelotas – gabischirmann@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – crcufpel@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – santiagomurillo2001@hotmail.com

⁴Universidade Federal de Pelotas – raphaa266@gmail.com

⁵Universidade Federal de Pelotas – rosana_colussi@yahoo.com.br

⁶Universidade Federal de Pelotas – carlaufpel@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

O crescente interesse na valorização de subprodutos agroindustriais tem impulsionado a pesquisa sobre a utilização do bagaço de azeitona, um resíduo abundante, resultante do processamento do azeite, rico em fibras dietéticas, compostos fenólicos e lipídios residuais. A transformação deste resíduo em farinha representa uma estratégia promissora para sua incorporação em novos produtos alimentícios e não alimentícios (BALBINOT FILHO et al., 2022).

A caracterização físico-química da farinha de bagaço de azeitona é fundamental para prever e controlar suas propriedades funcionais, como capacidade de retenção de água, solubilidade e estabilidade oxidativa, as quais são altamente dependentes da distribuição do tamanho de partícula (SPERONI et al., 2020).

A distribuição do tamanho de partícula é comumente determinada por diferentes técnicas, cada uma com princípios de medição distintos que podem levar a resultados divergentes. A difração a laser é uma técnica amplamente utilizada na indústria e na pesquisa devido à sua rapidez e reprodutibilidade, fornecendo dados de distribuição do tamanho de partícula em volume. No entanto, ela assume que as partículas são esféricas, o que pode não ser verdade para materiais de origem biológica. Em contrapartida, a análise de imagem automatizada oferece uma caracterização mais detalhada das partículas, avaliando não apenas o tamanho, mas também a morfologia individual (PAPINI, 2003).

Este trabalho teve como objetivo comparar a distribuição do tamanho de partícula da farinha de bagaço de azeitona obtida por duas metodologias, uma por difração a laser, utilizando o analisador Beckman Coulter LS 13 320, e outra por análise de imagem, através do analisador Malvern Morphology G3.

2. METODOLOGIA

O bagaço de azeitona bruto (cv. Arbequina) foi coletado de duas unidades de beneficiamento de azeite extravirgem localizadas no estado do Rio Grande do Sul, no sul do Brasil. A unidade A está localizada na cidade de Pinheiro Machado (latitude: 31°30'01,4"S, longitude: 53°30'40,4"W) e a unidade B na cidade de Bagé (latitude: 31°22'55,2"S, longitude: 54°06'33,1"W). As coletas foram realizadas em março de 2023, imediatamente após a extração do azeite, e mantidas congeladas (-

18 ± 0,5°C) em embalagens de polietileno até o momento do processamento e das análises subsequentes.

Para a liofilização, o bagaço descongelado foi colocado em bandejas e congelado a -80 °C ± 0,5 °C por 24 horas, seguido de liofilização (Liobras, modelo LP820) por 72 horas, sob condições de alto vácuo e temperaturas de até -55 °C. O material desidratado foi triturado em um liquidificador industrial por 10 minutos na velocidade máxima (VITALEX, Modelo: Li-02/220, 220V, 50/60Hz, 800W, 18.000 rpm) e peneirado com um peneirador da série Tyler (aberturas de malha de 2,00, 1,40, 0,85, 0,60, 0,42 e 0,30 mm, respectivamente), a 5 rpm por 15 minutos. As frações retidas em peneiras menores que 0,60 mm foram coletadas como farinha de bagaço de azeitona (FBA). As frações retidas em peneiras com malhas de 0,60 mm e superiores (principalmente fragmentos de caroço e tegumentos) não foram utilizadas neste estudo.

A análise granulométrica das farinhas de bagaço de azeitona foi realizada por dois métodos diferentes, determinada com um analisador de tamanho de partícula de difração a laser de comprimento de onda único LS 13 320 usando o sistema de pó seco tornado (dry powder system) (Beckman-Coulter, Inc., Miami, FL), sendo a distribuição granulométrica das partículas avaliada por meio do diâmetro médio d10, d50, d90, conforme PEREIRA (2015), e a segunda forma de análise foi determinada pela imagem automatizada com o Malvern Morphology G3 (Malvern Panalytical, Grovewood Road, Reino Unido), a distribuição de tamanho das partículas foi caracterizada pelos diâmetros d10, d50 e d90 que representam 10%, 50% e 90% das partículas com diâmetros inferiores ao valor especificado (SAAD, et al 2011).

As análises foram realizadas em triplicata para ambas as metodologias. Os resultados foram comparados através dos valores médios de d10, d50 e d90. O teste de Shapiro-Wilk foi utilizado para verificar a normalidade dos dados e o teste t-student para descrever a diferença entre os tratamentos (p > 0,05). As análises estatísticas foram realizadas utilizando o JMP Pro 18 (Versão 18, JMP Statistical Discovery LLC, Carolina do Norte, EUA).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Tabela 1. Distribuição do tamanho de partículas com base no volume da farinha de bagaço de azeitona obtida de diferentes locais e analisada por diferentes métodos.

| Componente | | 2023 | | | | | | | |
|--------------------------------------------------------------|-----|-----------|----------------------|--------|----------------------|-----------|----------------------|--------|----------------------|
| | | Unidade A | | | | Unidade B | | | |
| | | MMG | | BCL | | MMG | | BCL | |
| Distribuição de tamanho de partículas baseada em volume (µm) | d10 | 66,76 | ± 11,18 ^b | 65,16 | ± 0,26 ^b | 60,18 | ± 13,40 ^b | 86,15 | ± 3,78 ^a |
| | d50 | 173,43 | ± 14,41 ^c | 253,94 | ± 1,81 ^b | 175,43 | ± 7,48 ^c | 299,81 | ± 5,47 ^a |
| | d90 | 305,13 | ± 21,18 ^c | 562,88 | ± 25,20 ^b | 321,93 | ± 10,13 ^c | 640,40 | ± 28,90 ^a |

INDICAR NO RODAPÉ O QUE UNIDADE A e B E AS SIGLAS MMG, BCL

A principal observação é que o método de difração a laser (Beckman Coulter LS 13 320 - BCL) superestima significativamente o tamanho das partículas em

comparação com a análise de morfologia (Malvern Morphology G3 - MMG). Estatisticamente a farinha produzida do bagaço de azeitona da unidade B e analisada pelo método de difração a laser (BCL), mostrou as maiores médias para as três medições ($d_{10} = 86,15 \pm 3,78$; $d_{50} = 299,81 \pm 5,47$; $d_{90} = 640,40 \pm 28,90$), apresentando diferença significativa, quando comparada com o outro método (MMG). A mediana (D_{50}) obtida pelo método a laser é, em média, cerca de 100 μm maior do que a obtida pela análise de morfologia. Na unidade A, por exemplo, o valor médio de D_{50} para o BCL é 253,94 μm , enquanto para o MMG é 173,43 μm . Essa diferença é mantida na unidade B (299,81 μm vs. 175,43 μm).

Esta discrepância não é inesperada e pode ser explicada pelos princípios de medição de cada equipamento. O Beckman Coulter LS 13 320 (BCL) utiliza a difração de luz laser para calcular o diâmetro esférico equivalente das partículas com base no volume disperso. Este método assume que as partículas são esféricas e homogêneas, o que é uma premissa inadequada para materiais de origem biológica, como a farinha de bagaço de azeitona, que possuem forma irregular e alongada. Partículas não esféricas tendem a difratar a luz de forma diferente, levando a uma superestimação do diâmetro.

Por outro lado, o Malvern Morphology G3 (MMG) utiliza a análise de imagem estática, medindo as dimensões reais de cada partícula individualmente. Essa abordagem permite uma caracterização mais precisa do tamanho e da forma, como evidenciado pelos valores médios de D_{50} e D_{90} significativamente menores. A análise de morfologia não apenas fornece uma DTP mais realista, mas também poderia, em uma análise mais aprofundada, revelar dados morfológicos importantes, como circularidade e razão de aspecto, que a difração a laser ignora.

4. CONCLUSÕES

Em conclusão, os dados demonstram que a escolha do método de análise de tamanho de partículas é crítica para a correta caracterização da farinha de bagaço de azeitona. Embora a difração a laser seja uma ferramenta rápida e consistente, ela não fornece uma representação fiel do tamanho real das partículas. A análise de morfologia de partículas, apesar de potencialmente mais demorada, oferece resultados mais precisos e confiáveis para a compreensão das propriedades funcionais do material, que são diretamente influenciadas pela sua forma e tamanho real. Para pesquisas futuras, a utilização de técnicas complementares é recomendada para uma caracterização completa da farinha obtida.

AGRADECIMENTOS: À CAPES pela bolsa de pesquisa; à Kansas State University pela possibilidade do estágio de doutorado.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BALBINOT FILHO, C. A.; TEIXEIRA, R. F.; AZEVEDO, M. L.; & GAUTÉRIO, F. G. Obtaining and characterization of olive (*Olea europaea* L.) pomace flour: An investigation on its applicability in gluten-free cake formulations added with xanthan. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 46, n. 11, p. e17046, 2022.

PAPINI, C.J. **Estudo Comparativo de Métodos de Determinação do Tamanho de Partícula**. 2003. 129f. Dissertação (Mestrado). Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN, Autarquia Associada à Universidade de São Paulo.

PEREIRA, S.V. **Sistemas microestruturados contend extratos de Chamomilla recutita L. para aplicações dermocosméticas**. 2015. 148f. Tese (Doutorado). Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo.

SAAD, M.; SADOUDI, A.; RONDET, E.; CUQ, B. Morphological characterization of wheat powders, how to characterize the shape of particles? **Journal of Food Engineering**, v. 102, n. 4, p. 293-301, 2011.

SPERONI, C. S.; BENDER, A. B. B.; STIEBE, J.; BALLUS, C. A.; ÁVILA, P. F.; GOLDBECK, R.; PONT MORISSO, F. D.; SILVA, L. P.; EMANUELLI, T. Granulometric fractionation and micronization: A process for increasing soluble dietary fiber content and improving technological and functional properties of olive pomace. **Lwt**, v. 130, p. 109526, 2020.