

### 3. MATERIAL E METODOLOGIA

#### 3.1. FLUXOGRAMA DO TRABALHO

O trabalho apresentado foi realizado nas seguintes etapas (Figura 14):

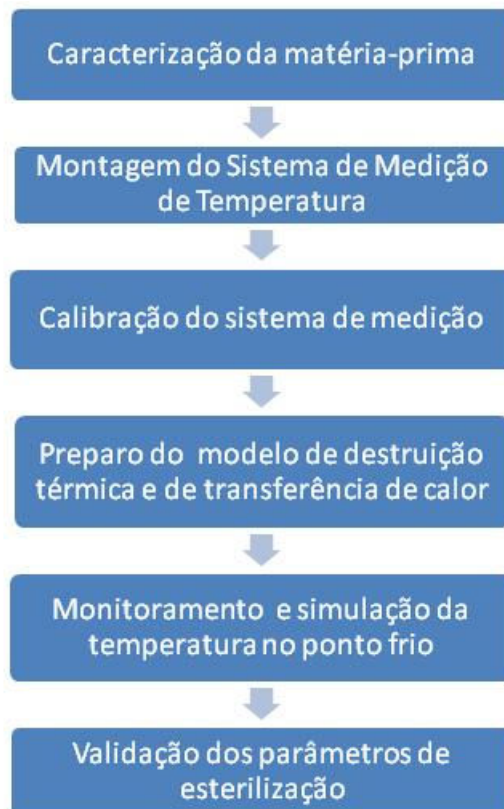


Figura 14 – Fluxograma do trabalho.

#### 3.2. MATÉRIA PRIMA

Para a realização desta pesquisa foi selecionado um alimento enlatado, cuja composição é uma sopa concentrada de verduras, sem conservantes químicos, enriquecida com proteína animal e vegetal, arroz e condimentos. O produto foi envasado em latas sanitárias, com 3kg (peso líquido). Após o envase, a lata foi recravada e submetida ao processo de esterilização comercial, elevando a sua vida de prateleira para um ano. Todas as latas analisadas nessa pesquisa foram provenientes de dois lotes, processado, envasado e esterilizado, concedido pela empresa Nossa Sopa (Simões Filho-BA).

A Nossa Sopa era uma indústria estatal pertencente a um Programa do Governo da Bahia, responsável pela distribuição gratuita de toda produção da sopa concentrada para creches, escolas, albergues e outros. A empresa foi recentemente fechada, no entanto, o Programa do Governo da Bahia manteve o projeto de distribuição de sopas para as entidades, comprando sopa desidratada de outro estado.

Os ingredientes que constituem a sopa concentrada são: abóbora, repolho, batata-doce, batata-inglesa, tomate e cenoura, arroz, carne moída, condimentos, alho em pó, cebola em pó, farinha de soja, óleo de soja, e água.

A composição nutricional da sopa, conforme descrita na embalagem (Tabela 4), foi realizada para uma porção de 200mL, equivalente a um prato, para essa quantidade o produto não contém quantidade significativa de gorduras saturadas e gordura trans. Os valores diários (VD) de referência foram baseados em uma dieta de 2 000 kcal ou 8 400 kJ.

Tabela 4 – Composição nutricional na embalagem do produto

<b>Componente</b>	<b>Quantidade por porção</b>	<b>VD</b>
Valor energético	50kcal / 210kJ	3%
Carboidratos	7g	2%
Proteínas	4g	5%
Gorduras totais	1g	1%
Fibra alimentar	<1g	3%
Sódio	764mg	32%

VD.: Valores Diários. Fonte: (NOSSA SOPA, 2008)

Segundo relatório da Nossa Sopa (2008) a embalagem do produto foi construída em folha de aço, com espessura da tampa e do corpo da lata de 0,26mm, diâmetro externo de 164mm, altura de 178mm e massa total da lata com tampa de 0,3g, cuja área total é 0,1339m<sup>2</sup> (Figura 15).



Figura 15 – Lata de 3kg de sopa concentrada.

### 3.2.1. Composição centesimal

As amostras foram caracterizadas através das seguintes análises de composição centesimal:

- ✓ Nitrogênio total / proteínas (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008, p.122-125);
- ✓ Lipídeos Totais (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008, p. 116-121);
- ✓ Cinzas (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008, p. 105-106);
- ✓ Umidade (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008, p.99);
- ✓ Carboidratos Totais.

### 3.2.2. Propriedades térmicas

As propriedades de condutividade térmica ( $k$ ) e de calor específico ( $c_p$ ) da amostra, de sopa concentrada, foram obtidas aplicando a fórmula geral, apresentada por Sun (2005) e Pinho (2003), baseada na composição centesimal do alimento.

### 3.2.3. Densidade

A densidade relativa ( $\rho$ ), da amostra de sopa concentrada em relação à água, foi determinada através de picnometria (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008, p.97). Um volume conhecido da amostra foi pesado em um picnômetro, recipiente cilíndrico de vidro, de aproximadamente 100mL de volume. O volume exato do recipiente foi previamente determinado, calibrando-se com água. A amostra foi homogeneizada e colocada no interior do recipiente tomando-se o cuidado de não comprimi-la e nem permitir a presença de ar no

interior da mesma. O picnômetro foi pesado em uma balança analítica com resolução de 0,0001g, tomando-se o cuidado de não tocar diretamente com os dedos no picnômetro.

### 3.2.4. Penetração de Calor

O parâmetro de penetração de calor (**fh**) é descrito na Equação 23 como o inverso do coeficiente angular ( $\alpha$ ) da porção linear do gráfico do logaritmo da diferença entre a temperatura do meio de aquecimento e a temperatura do ponto frio, ponto de aquecimento mais lento, em função do tempo (Figura 16). Este procedimento é conhecido como o Método da Fórmula ou de Ball para o processamento dos dados de penetração de calor de um determinado tratamento térmico (BALL e OLSON, 1957 apud BERTO e VITALI, 2008).

$$fh = \frac{1}{\alpha}$$

Equação 23

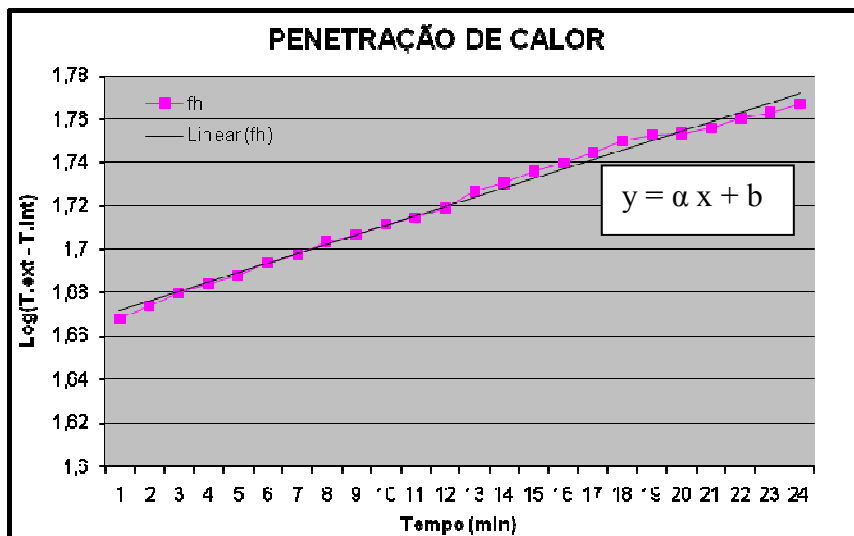


Figura 16 – Gráfico do logaritmo da diferença de temperatura em função do tempo.

### 3.2.5. Difusividade

A difusividade térmica ( $\alpha$ ) da amostra de sopa concentrada pode ser determinada através da Equação 24, ou utilizando-se a célula de Dickerson, desenvolvida nesta pesquisa para este propósito.

$$\alpha = \frac{k}{\rho \cdot c_p}$$

Equação 24

Onde  $\rho$  é a massa específica (kg/m<sup>3</sup>),  $c_p$  é o calor específico em pressão constante [J/(kg.°C)], e  $k$  é a condutividade térmica [W/(m.°C)] do material.

A célula é constituída por um tubo de aço inox de 4,8cm de diâmetro e 30,0cm de altura, com tampas rosquedas de teflon, com dois termopares acoplados, um no centro geométrico e outro na parede externa da célula na mesma altura do outro termopar.

Esta célula foi preenchida com a amostra, tomando-se o cuidado de não comprimi-la e nem permitir que existam espaços vazios contendo ar no interior da mesma, o que poderia interferir nos resultados obtidos. A célula foi colocada em um banho com água a temperatura ambiente até ocorrer o equilíbrio entre a temperatura da amostra e a do banho.

Após o equilíbrio térmico foi iniciado o aquecimento a uma taxa de aproximadamente 1°C/min. O banho possuía um agitador de modo a garantir a uniformidade da temperatura do mesmo. O aquecimento foi realizado até que a temperatura do banho atingisse aproximadamente 100°C. O aparato empregado na determinação da difusividade encontra-se na Figura 17.

A difusividade térmica foi calculada considerando-se a porção do gráfico em que a temperatura interna e da parede são retas paralelas. A equação utilizada foi:

$$\alpha = \frac{A_q \cdot R_c^2}{4 \cdot (T_{ext} - T_{int})}$$

Equação 25

Onde:

$\alpha$  = difusividade térmica (m<sup>2</sup>/s)

$R_c$  = raio da célula (m)

$T_{int}$  = temperatura interna (°C)

$T_{ext}$  = temperatura da parede da célula (°C)

$A_q$  = taxa de aquecimento do banho, calculada através da Equação 26

$$A_q = \frac{T_{ext}(t_2) - T_{ext}(t_1)}{(t_2) - (t_1)}$$

Equação 26

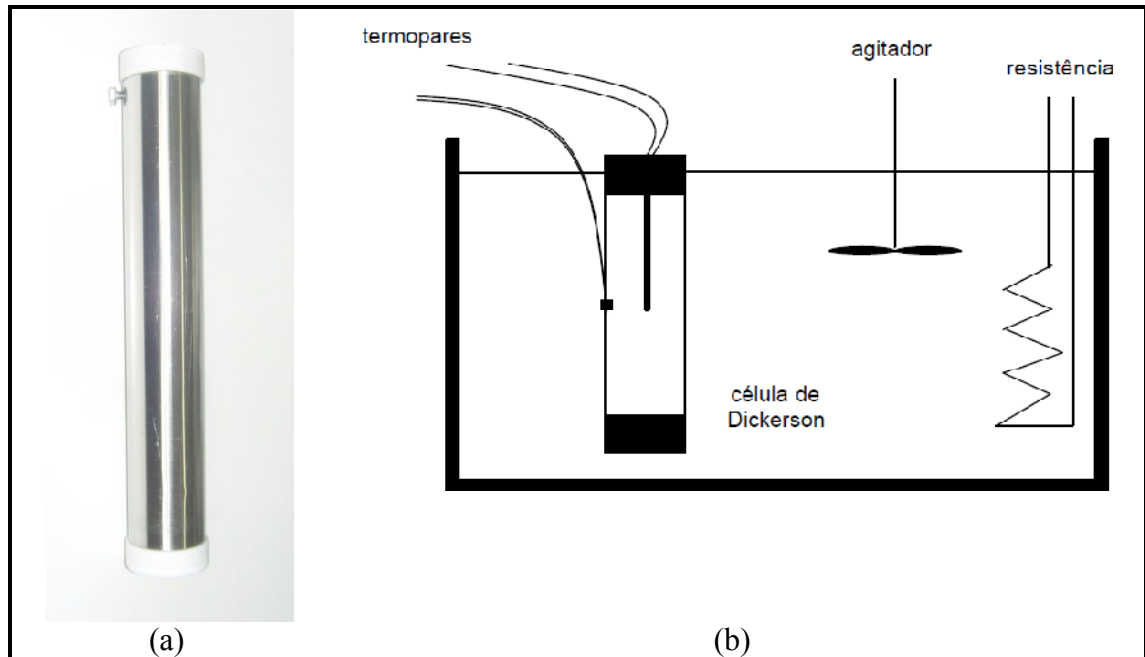


Figura 17 – (a) Célula de Dickerson; (b) sistema usado na determinação da difusividade.

Sendo  $T_{ext}(t_1)$  e  $T_{ext}(t_2)$  as temperaturas nos instantes de tempo 1 e 2, início e fim da região onde as retas são paralelas, respectivamente.

Desta forma, obtém-se a difusividade média na faixa de temperatura considerada, ou seja, no intervalo de temperatura onde as retas obtidas são paralelas (PINHO, 2003).

O valor da difusividade térmica do produto também pode ser estimado a partir das características geométricas da embalagem (raio  $R_e$  e altura  $H_e$ ) e do parâmetro de penetração de calor  $fh$ , conforme a Equação 27 (BALL e OLSON, 1957 apud BERTO e VITALI, 2008).

$$\alpha = \frac{0,398}{\left[ \frac{1}{R_e^2} + \frac{0,427}{H_e^2} \right] fh} \quad \text{Equação 27}$$

### 3.3. MICROORGANISMO UTILIZADO

O microorganismo usado como Indicador Biológico foi o *Geobacillus stearothermophilus*, auto-incubado para monitoramento de esterilização a vapor, da marca Attest da 3M, derivado do ATCC 7953 (Figura 9.a), cedido pelo Laboratório de Engenharia Bioquímica (LEB/UEFS).

### **3.3.1. Preparo das suspensões de esporos de *Geobacillus stearothermophilus***

O microorganismo foi obtido dos IBs de esterilização a vapor, vindo no formato auto incubado dentro do tubete, impregnada em uma tira de papel, no estado esporulado.

Em um ambiente estéril, foi feita a abertura dos tubetes e retirada da fita contendo o microorganismo. Essa fita foi transferida para tubos de ensaio, inclinado, contendo 20mL do meio de cultura, composto de triptona, extrato de levedura e dextrose. Em seguida os tubos foram incubados a 55°C por 6 dias.

Após o período de incubação o meio foi transferido para tubos *Falcon* (tubo para centrífuga) e em cada tubo foi adicionado aproximadamente 10ml da solução de Acetato de Cálcio 0,02M. O material foi centrifugado a 6500rpm por 30min o sobrenadante foi descartado e a operação repetida por mais quatro vezes.

Após este processo os esporos foram suspensos em solução resfriada (4°C) de Acetato de Cálcio 0,02M.

A contagem de esporos viáveis foi realizada após ativação térmica (98,7°C/30 min) e estimada através de semeadura em profundidade no meio de cultura TSA (Trypticase Soy Agar) a 55°C/48h.

## **3.4. EQUIPAMENTO PARA MONITORAMENTO DA TEMPERATURA**

### **3.4.1. Autoclave**

Foi utilizado nesse experimento uma autoclave vertical, modelo AV-75, da marca Phoenix (Figura 18, a), cedido pelo LEB/UEFS. As características da auto-clave são: caldeira em aço inoxidável; tampa em bronze fundido; válvula controladora de pressão com sistema de peso; manômetro com escala de pressão e temperatura do vapor; pressão máxima de trabalho de aproximadamente 1,5Kgf/cm<sup>2</sup> (que corresponde a 127°C); potência nominal de 4000W (PHOENIX, 2009); possui manípulos para fechamento da tampa em baquelite; chave seletora de calor de três posições (desligada, média e alta) e a abertura da tampa é feita por intermédio de pedal.

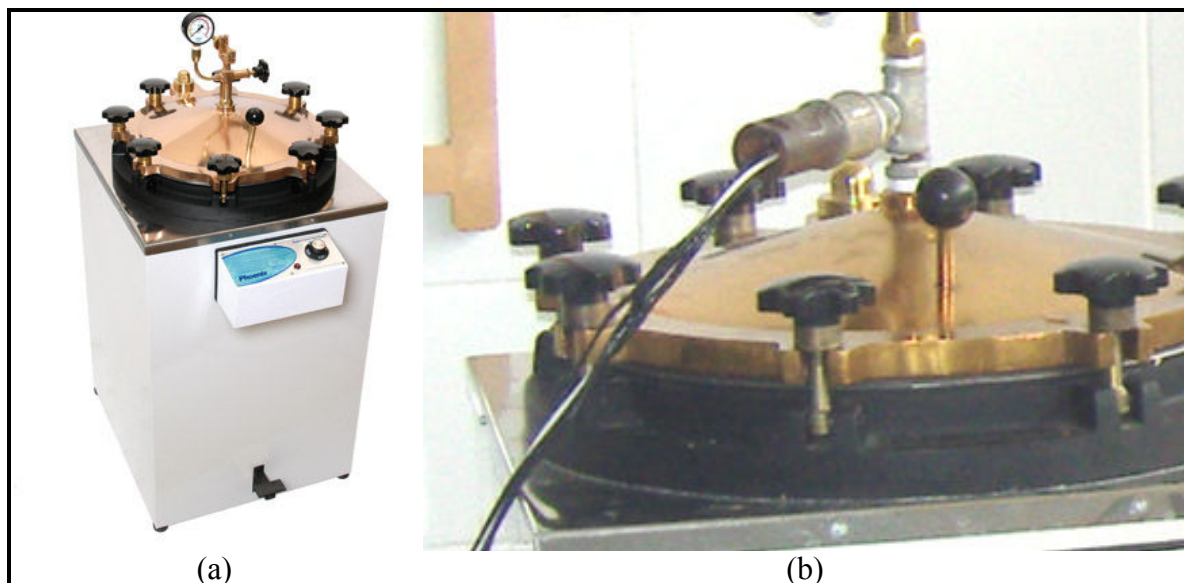


Figura 18 – (a) Autoclave vertical; (b) detalhe da adaptação para passagem dos sensores.

Para ser feita a leitura da temperatura em tempo real no momento da esterilização é necessário que os termopares estejam dentro da autoclave, no entanto não é comum em autoclaves de pequeno porte em nível laboratorial ter algum meio de conexão com o exterior. Nessa circunstância foi feita uma adaptação na autoclave, entre a tampa e a válvula de controle de pressão (Figura 18, b), instalando uma bifurcação “T” em aço carbono, permitindo assim a saída acima para o controle da pressão e uma saída lateral, para conectar a válvula que permitirá a passagem dos fios dos termopares (Figura 19 ,a).

A válvula foi desenvolvida visando a passagem de quatro cabos – número máximo de entradas analógicas do PLC – de forma que não permita escapar vapor por entre os cabos. A peça foi fabricada em uma tornearia e é composta de quatro partes metálicas (Figura 19,b), a saber: A) tampa da válvula; B) anel de teflon; C) placa superior; D) placa inferior; E) corpo da válvula.

Antes de conectar a válvula no equipamento é preciso preencher a parte interna da válvula com um silicone de alta resistência. O silicone usado nesse experimento é conhecido comercialmente como Borracha de Silicone RTV RC, com vulcanização em temperatura ambiente, capaz de suportar até 360°C e com boa aderência em diversos materiais.



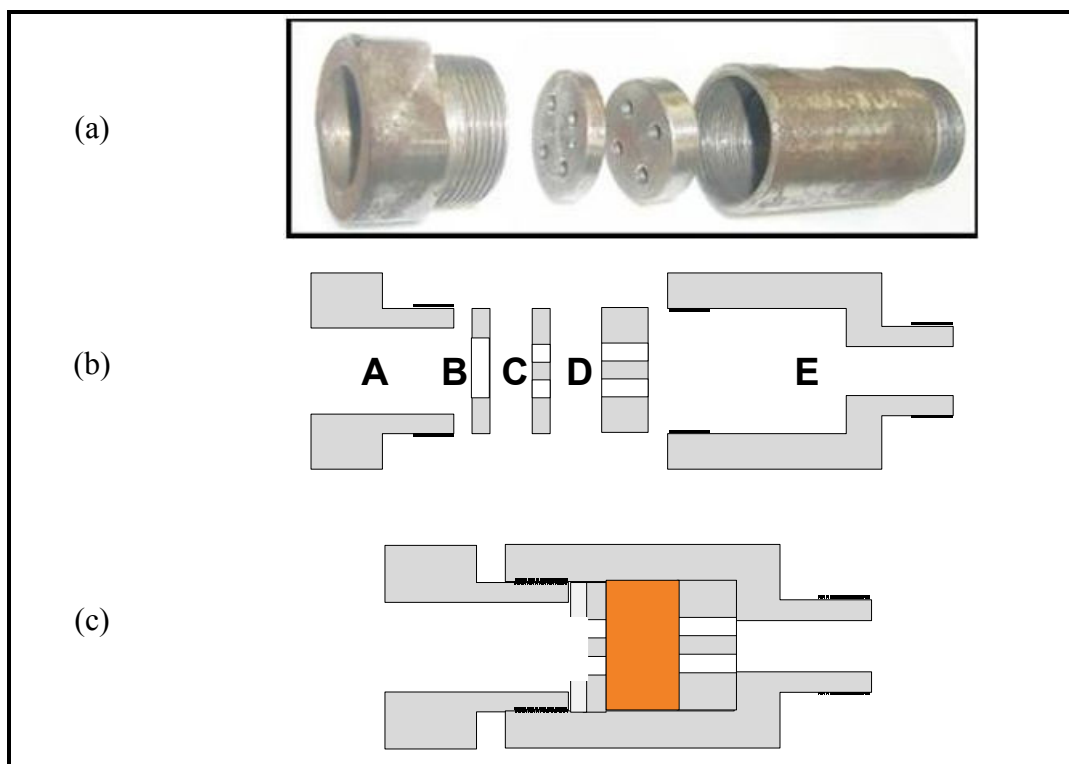


Figura 19 – Válvula construída para passagem dos fios dos sensores. a) foto real, b) desenho do corte axial válvula aberta e c) desenho do corte axial válvula fechada.

Para o preenchimento com silicone deve-se inserir a placa inferior na válvula e passar um fio por cada orifício, de forma que, ao preencher com silicone o espaço entre as placas inferior e superior, os orifícios permaneçam alinhados. Após a secagem pode-se retirar os fios, passar os cabos entre os orifícios e vedar a válvula apertando-se a tampa; dessa forma o silicone será comprimido internamente com uma pressão maior do que a obtida pelo vapor da autoclave.

Para evitar o atrito dos metais, tampa e placa superior, foi colocada entre essas duas partes um anel de teflon (Figura 19,c). Dessa forma, evita-se que ocorra uma torção entre as placas danificando os cabos.

### 3.4.2. Sensores de temperatura

A escolha do sensor de temperatura a ser utilizado nas medições desta pesquisa foi realizada com critérios e considerando uma série de características. Dentre as inúmeras normas que restringem a aplicação de um termopar, uma das mais importantes é a faixa de temperatura na qual se trabalhará.

Outro fator que foi levado em consideração foi o ambiente de trabalho, ao qual seria submetido o sensor. Nesse caso a atmosfera de trabalho na qual os sensores estarão submetidos é um ambiente a uma temperatura máxima 130°C a uma pressão de 1,5bar. Nessas condições o sensor deveria possuir um cabo revestido de PVC, para evitar a corrosão ou possíveis interferências ocasionada pelo vapor úmido de dentro da autoclave, e a bainha do sensor deveria possuir um bom isolante para suportar a temperatura e a umidade, pois o sensor estará integralmente envolto ao vapor úmido.

Outro fator especialmente importante foi o custo/desempenho do sensor. Uma boa economia pode ser feita na pesquisa no momento da escolha do sensor, obedecendo aos critérios de seleção, pois dessa forma evita-se a degradação do material e de prejuízos associados, como tempo perdido para recalibrar novos sensores e reprocesso do experimento devido a falhas ocasionadas pelo sensor.

Nesse experimento foram utilizados dois tipos de sensores de temperatura, termopares tipo J e termoresistências PT-100, sendo uma das termoresistências usada apenas como referência para os procedimentos de calibração dos termopares.

Termopares são sensores de temperatura formados por dois fios metálicos de diferentes materiais que têm suas extremidades unidas. Quando estas junções são expostas a temperaturas diferentes, uma força eletromotriz (f.e.m.) é gerada. Esta f.e.m. é uma função da diferença de temperatura entre as junções do termopar e, também, dos materiais que o compõem (NOVUS, 2010a).

O termopar tipo J, é formado pela junção do Ferro (+) e Constantan (-). O Constantan é uma liga de cobre e níquel compreendida no intervalo  $[Cu_{50}Ni_{50} - Cu_{65}Ni_{35}]$ . Para uso termoeletrico juntamente com o ferro é usada a composição  $Cu_{57}Ni_{43}$  (ARAÚJO FILHO, 1999). Segue abaixo algumas de suas propriedades:

- a) Sua faixa de temperatura de utilização é de (0 a 760)°C;
- b) É o termopar mais usado na indústria;
- c) Possui alta potência termoeletrica;
- d) Adaptável tanto a atmosferas oxidantes como redutoras;
- e) Possui baixo custo de aquisição.

Os três termopares tipo J usados nesse trabalho possuem uma proteção metálica simples, bitola de aproximadamente 2mm de diâmetro e 300mm de comprimento, bainha de 25mm de diâmetro e 80mm de comprimento e cabo de extensão tipo J com isolamento PVC x PVC com 8m de comprimento (Figura 20, a).

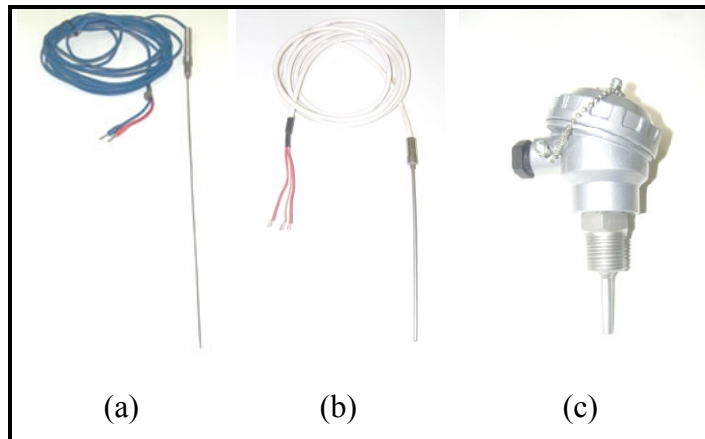


Figura 20 – Sensor usado para medir a temperatura. (a) Termopar tipo J (b) Termoresistor Referência PT-100 de três fios e (c) Termoresistor PT-100 de três fios, com cabeçote.

Os PT-100, ou termorresistências de platina, são sensores de temperatura cujo princípio de funcionamento se baseia na alteração da resistência elétrica do elemento com a variação da temperatura. A variação da resistência com a temperatura é chamada de coeficiente de temperatura e é especificada como a média da variação entre (0 e 100)°C. Este coeficiente é de 0,385/°C (NOVUS, 2010b). Nesse caso o sensor é classificado como PTC (*Positive Temperature Coefficient*), na qual a resistência elétrica do metal aumenta com o aumento da temperatura. Segue abaixo algumas de suas propriedades:

- a) Tem aplicações entre -200°C e 650°C.
- b) Permitem uma resposta livre de histerese.
- c) Possuem uma resistência, entre os fios, de 100 ohms quando a temperatura sobre o mesmo é de 0°C, e 138,5 ohms em 100°C (Figura 21).
- d) Estes sensores oferecem uma precisão de 0,3°C em 0°C (NOVUS, 2010b).

A termorresistência referência PT-100 usada nesse trabalho possuem uma proteção metálica simples, em aço inox, bitola de aproximadamente 8mm de diâmetro e 100mm de comprimento, bainha de 25mm de diâmetro e 80mm de comprimento e cabo de extensão de 3m de comprimento com isolamento PVC x PVC(Figura 20, b).

Devido à precisão deste sensor, ele foi adotado como sensor de referência para a calibração dos demais termopares.

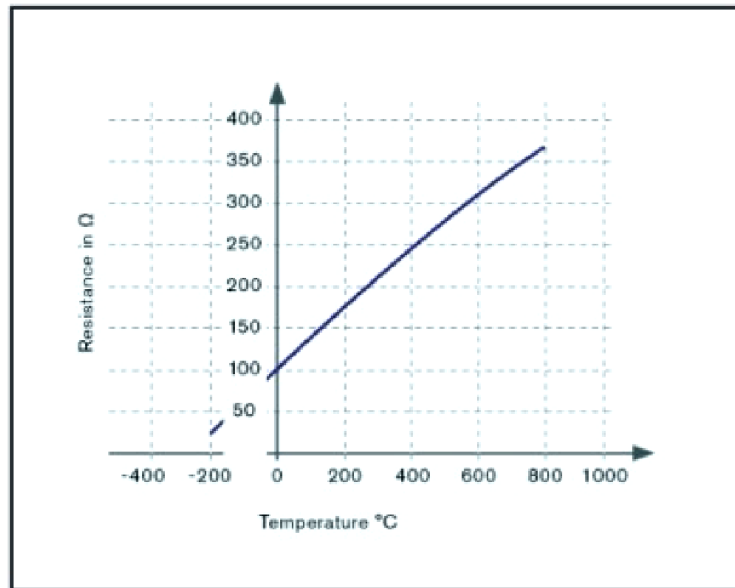


Figura 21 – Características da resistência do PT-100 (BURKERT, 2010).

Após sucessivas esterilizações os termopares apresentaram problemas de leitura devido à corrosão na extremidade do sensor e ao desgaste do fio na válvula de saída que, com o calor intenso e a alta pressão a qual estava submetido, não suportaram e fundiu o revestimento de PVC do cabo. Como solução alternativa foi feita a substituição destes por termorresistências PT-100, em aço inox, bitola de aproximadamente 8mm de diâmetro e 30mm de comprimento e com cabeçote (Figura 20, c), oferecendo assim uma maior resistência ao sensor e agilidade na substituição do cabo quando este apresentar defeito.

Um ponto negativo dessa substituição foi o tempo de resposta do sensor porque, devido ao revestimento da bitola do sensor ser maior, isso resulta em um tempo de resposta mais lento. Por outro lado, um benefício importante na substituição desse sensor foi a redução dos custos de manutenção.

Apesar da termorresistência ser um sensor mais caro que os termopares, nesse caso ele se torna mais barato visto a extensão do cabo usado, no termopar o cabo tem que ser da mesma liga do sensor e não pode haver junções, enquanto na termorresistência o cabo é conectado diretamente dentro do cabeçote, por meio de conectores rosqueados, e o cabo pode ser de cobre, facilmente encontrado nas lojas de materiais eletrônicos.

### 3.4.3. Transmissor de temperatura

Visto que a resistência no PT-100, e a tensão nos termopares tipo J, variam de acordo com a alteração da temperatura do meio em que o mesmo está submetido, cada sensor foi conectado a um transmissor de temperatura, o qual foi previamente programado para o tipo de sensor a ser lido. O transmissor adotado foi da marca Novus, modelo TX-Rail, com saída nominal entre (4 a 20)mA (Figura 22).



Figura 22 – Transmissor de temperatura.

O transmissor de temperatura é alimentado com uma tensão nominal de 24Vcc e possui um sinal analógico de saída nominal entre (4 a 20)mA. Essa corrente de saída é tratada pelo transmissor para se ter um sinal livre de interferências e um comportamento linear em relação a temperatura medida pelo sensor selecionado (NOVUS, 2010c). O transmissor da Novus possui características como:

- a) Entrada programável: termopares (J, K, T, E, N, R e S), termorresistência Pt100 (2 ou 3 fios) e tensão nominal entre (0 a 50)mV.
- b) Sinalização de ruptura do sensor programável para *upscale* ou *downscale*.
- c) Filtro digital de entrada.
- d) Configuração pelo computador.
- e) Ajuste de zero (*off-set*), direto no equipamento.
- f) Faixa de medida programável pelo usuário, reduzindo assim o erro.
- g) Compensação de junta fria para termopares.
- h) Resolução: na entrada Pt100 e na e tensão nominal entre (0 a 50)mV há uma variação de 0,2% da faixa máxima, e na entrada de termopares há uma variação de 0,3% da faixa máxima.

A medida da corrente transmitida pelo sensor é implementada pela instalação de um resistor de filme metálico com resistência nominal de 500 ohms e 2W de potência nominal em paralelo com a entrada de tensão. Este é montado externamente em paralelo com o sinal de entradas analógicas (ALTUS, 2010). Nesta topologia o mesmo funcionará como conversor de corrente para tensão (APÊNDICE B).

O sinal analógico do transmissor é enviado ao CLP, onde o sinal é lido, convertido em sinais digitais e emitido para o computador, sendo então convertido pelo software em forma gráfica para visualização do usuário pelo monitor ou usado nos demais cálculos de transferência de calor e de identificação de destruição térmica do microorganismo.

A configuração dos transdutores foi feita usando o software TxConfig (Figura 23), cujos parâmetros adotados foram: limite inferior 0°C, limite superior 200°C, frequência da rede de 60Hz e falha do sensor selecionada para o estado de saída mínimo, pois dessa forma se ocorrer qualquer falha no sensor, como por exemplo uma desconexão por ruptura do cabo, a temperatura registrada pelo transdutor será a mínima (0°C), como consequência disso o cálculo da cinética de destruição térmica não será afetado positivamente por valores que possam em muito exceder a temperatura real do processo, visto que na temperatura mínima não há acréscimos significativos no resultado do cálculo.

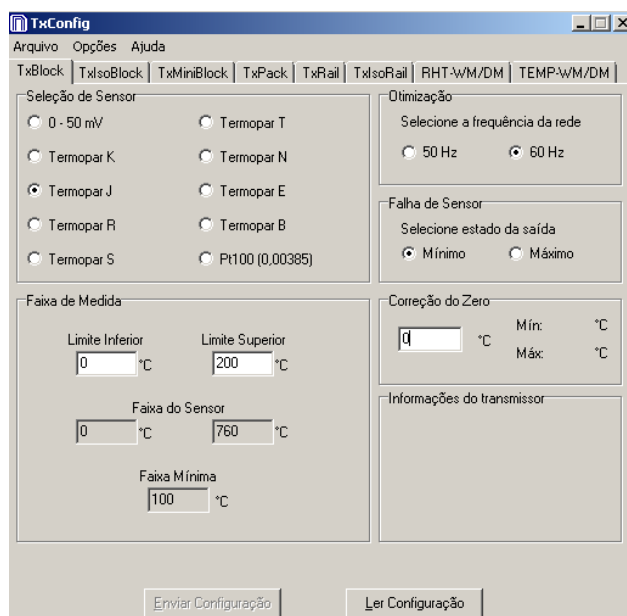


Figura 23 – Tela de configuração do transmissor.

### 3.4.4. Controlador Lógico Programável (CLP)

O Controlador Lógico Programável usado nesse trabalho foi da marca Altus, série Grano, código GR371, concedido pelo Laboratório de Engenharia Bioquímica – UEFS.

Os microcontroladores programáveis da série Grano apresentam-se como excelente solução para aplicações de médio e pequeno porte, especialmente para trabalhos experimentais em nível de laboratório, em que usem poucas portas de leitura e escrita. Apresentando grande flexibilidade na configuração de entradas e saídas, essa série GR371 permite ser expandida para até 30 pontos de E/S, anexando outros módulos a ele.

O GR371 possui 14 Entradas Digitais, 8 Saídas Digitais (Transistorizada) , 2 Saídas Digitais (Relé), 2 Saídas Rápidas, 2 Saídas Analógicas, Contador e 4 Entradas Analógicas, sendo que duas delas permite a leitura direta de termopares tipo K e J.

O termopar deve ser do tipo isolado, sem contato com a carcaça da máquina onde está alojado. Recomenda-se o uso de bainhas ou miçangas cerâmicas quando necessário (ALTUS, 2010).

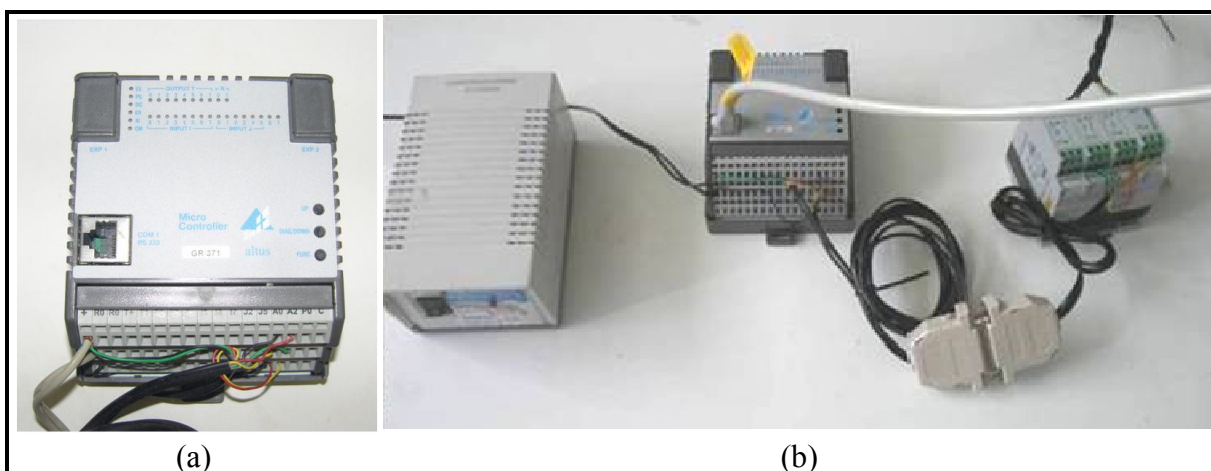


Figura 24 – (a) CLP; (b) Sistema de aquisição de dados interligados, composto pela fonte de energia, CLP e transdutor, mostrado da esquerda para a direita.

### 3.4.5. Sistema Supervisório

O sistema supervisório usado nesse trabalho foi o Eclipse Scada, fornecido pelo Laboratório de Engenharia Bioquímica/UEFS, com uma licença de uso (*hardkey*) de até 30 tags (variáveis disponíveis na programação).

Desenvolvido pela Elipse Software, o Elipse Scada é uma plataforma para supervisão e controle de processos. O Elipse Scada como o nome já diz é um sistema SCADA (*Supervisory Control and Data Acquisition*) que oferece um avançado modelo de objetos, uma poderosa interface gráfica, além de uma arquitetura que permite o rápido desenvolvimento de aplicações e máxima conectividade com dispositivos e outros aplicativos (ELIPSE SOFTWARE, 2009).

O sistema construído no Elipse Scada parte da coleta de dados em tempo real do equipamento de aquisição de dados (CLP), o qual foi conectado via porta serial RS232. Por essa porta, o Elipse Scada pode ler e escrever dados no PLC, através do *drivers* de comunicação (AL200032) que implementa o protocolo de Domínio disponível no PCL, possibilitando a comunicação entre eles.

De posse dos dados coletados, é possível usar o supervisor e criar várias maneiras para exibir, analisar, controlar, comandar, gravar ou divulgar essas informações, através das ferramentas disponíveis no Software, tais como: Tela, Alarme/Eventos, Histórico e Relatórios.

Para a realização desse trabalho foi desenvolvido um projeto no Elipse Scada composto de duas telas e um script (programação interna) para acompanhamento das temperaturas e previsão da destruição térmica dos microorganismos.

Na primeira tela é possível ao operador informar os parâmetros do modelo da cinética de destruição térmica,  $\Delta E$  e  $k_0$  que regem a equação de Arrhenius, e com o andamento do processo de esterilização o sistema realiza os a integração da letalidade em cada termopar inserido (no máximo quatro), fornecendo essa resposta tanto numericamente quanto graficamente (tempo versus número de logs). Na parte inferior dessa tela ainda pode ser visto em forma de ponteiro a temperatura lida nos sensores e no centro da tela o histórico de todas as temperaturas lidas, por meio de um gráfico (tempo versus temperatura) (Figura 25).





Figura 25 – Tela principal do supervisório Elipse Scada.

A segunda tela é acessada pela função “Dados” que se encontra na primeira tela. Nessa tela o operador pode visualizar todo o histórico de temperatura e dos demais cálculos registrados e armazenados no computador, no formato de tabela (Figura 26). Ao final do processo o operador pode através dessa tela salvar os últimos 10000 dados armazenados para ser posteriormente aberto em planilha, pois o arquivo é salvo com a extensão CSV. Para maiores detalhes sobre o procedimento de uso do supervisório, consta no final desse trabalho (APÊNDICE F) o Procedimento Operacional Padrão – POP do monitoramento digital da temperatura de autoclavagem usando o Elipse Scada.

Date/Time	TI	tag_A1	tag_temp3	tag_temp4	tag000	tag001	tag002	tag003	tag2	tagK
11/20 18:44	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
11/20 18:44	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
11/20 18:44	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
11/20 18:44	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
11/20 18:44	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
10/03 01:30	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
10/03 01:30	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
10/03 01:30	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
10/03 01:30	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
10/03 01:30	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
10/03 01:30	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
10/03 01:30	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
10/03 01:30	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
10/03 01:30	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
10/03 01:30	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
10/03 01:30	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
10/03 01:30	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
10/03 01:30	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000
10/03 01:30	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	68,700000	7,940000

Figura 26 – Tela secundária do supervisor Elipse Scada.

### 3.4.6. Calibração e Ajuste do Sistema de Medição

A leitura da temperatura pelo sistema de medição digital segue uma seqüência de etapas em que são passíveis de erros sistemáticos, aumentando assim a incerteza do valor mensurado pelo sistema; por esse motivo se faz necessária a calibração de todo o sistema de medição, para que possam ser quantificados esses erros e corrigidos no sistema ou para realizar a propagação da incerteza sobre o resultado final.

O sistema de medição de temperatura é composto pelo conjunto de sensores, transmissores, CLP, Software supervisor e computador.

As etapas de transferência de informação seguida no sistema de medição de temperatura dar-se início nos sensores (termopares e termorresistências), que estão ligados individualmente aos seus respectivos transdutores (modelo TxRail da Novus) os quais estão conectados a um Controlador Lógico Programável (CLP), modelo Granus GR375, da marca Altus. Os dados do CLP são enviados a um computador, o qual possui um software supervisor (Elipse Scada) que lê a informação emitida pelo CLP e converte em valores visíveis ao usuário através de um monitor.

Na primeira configuração do sistema de medição, o supervisor ainda não reconhece os valores recebidos pelas entradas analógicas como, por exemplo, a temperatura, precisando assim de um ajuste inicial nos parâmetros de configuração de escala, que correspondem aos valores máximos e mínimos.

O método usado nesse trabalho foi de calibração indireta – indicada para quando se tem uma grandeza que não existe medida materializada; nesse caso a temperatura. A Figura abaixo ilustra o esquema da calibração indireta. A grandeza a medir é gerada por um

dispositivo auxiliar. O valor gerado da grandeza não precisa ser bem conhecido, mas deve ser estável. A medição da grandeza é feita pelo sistema de medição a calibrar (SMC) e, simultaneamente, por outro sistema de medição, usado como referência, o sistema de medição padrão (SMP). As indicações de ambos os sistemas são comparadas. Após inúmeras medições repetitivas e, várias posições da escala, são possíveis caracterizar as parcelas sistemáticas e aleatórias do erro do medidor.

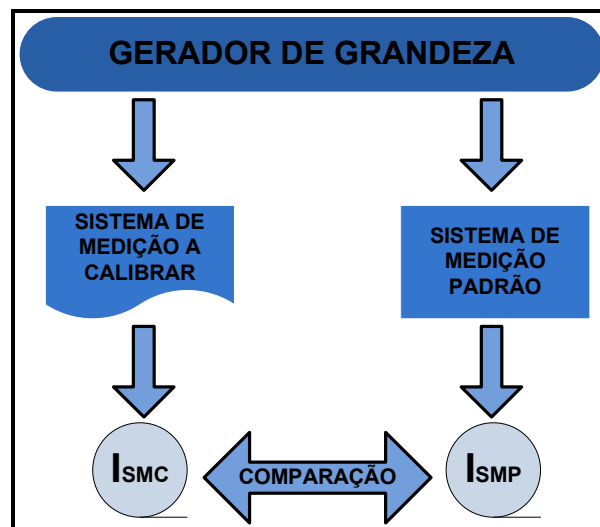


Figura 27 – Calibração Indireta de um sistema de medição.

O SMP utilizado possui um sensor de temperatura PT-100, com certificado de calibração N°T617/10 (APÊNDICE C) de 10/07/2010. Vale enfatizar que a calibração do sensor PT-100 foi realizada não apenas no sensor PT-100, mas de todo o sistema que realiza a leitura da temperatura com aquele sensor, conhecida também como “Calibração em Sítio”, esse é um serviço mais caro que as calibrações normais, pois tem que ser deslocado todo o equipamento para realizar a calibração, porém é mais confiável, sendo que de outra forma para analisar a incerteza da medição seria necessário calcular a incerteza de cada módulo que compõe o sistema de leitura. O calibrador de temperatura usado foi o Presys, modelo T-25N, da Prime Lab (Figura 28).



Figura 28 – Calibrador de Temperatura da Prime Lab.

O SMC possui três termopares tipo J. Ambos os sistemas de medição apresentam o Valor de Fundo de Escala (VFE) igual a 200°C.

O ajuste inicial do SMC foi realizado pelo método de calibração indireta na faixa nominal de (25 a 100)°C, variando-se a temperatura de 25 em 25 graus Celsius, em um Forno Mufla, da marca Marconi, modelo MA 385/3, com controle digital microprocessado.

Utilizou-se como temperatura de referência para a calibração a temperatura do sistema medido pelo sensor PT-100, com resolução de 0,1°C, calibrado por uma empresa especializada. Após a estabilização de cada temperatura foram tomadas cinco medidas em ciclo ascendente e cinco medidas em ciclo descendente, totalizando 45 medidas para cada sensor de temperatura. Este procedimento objetiva incorporar ao processo de determinação das incertezas efeitos de não linearidade e histerese relacionados à efetuação da medida no processo de calibração dos sensores (QUEIROZ FILHO, NASCIMENTO e RIBATSKI, 2010).

Com os valores fornecidos pelo CLP, referente às entradas analógicas dos termopares, e a temperatura indicada pelo termoresistor de platina (temperatura adotada como padrão), foram gerados polinômios de calibração utilizando o método dos mínimos quadrados, que forneceram os parâmetros necessários para realizar os ajustes no sistema supervisorio (Figura 29) para conversão da entrada analógica em temperatura (Figura 30). Após esse ajuste, os termopares puderam ser calibrados pelo procedimento análogo ao usado no ajuste, obtendo-se os valores de temperatura dos termopares e comparando com a temperatura padrão lida no termoresistor.

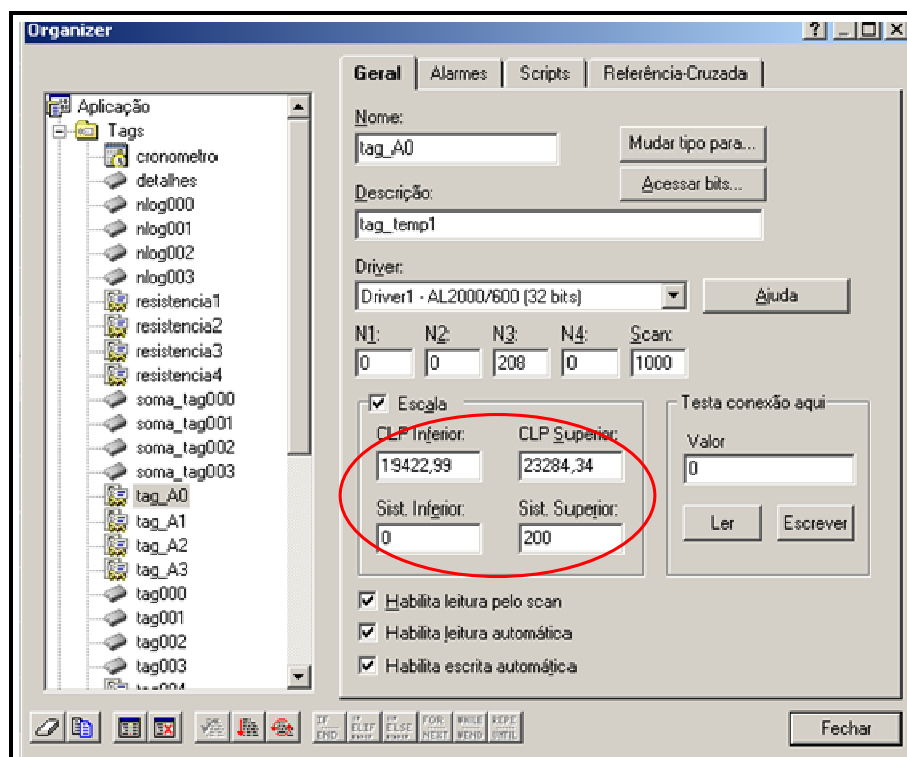


Figura 29 – Janela de configuração da escala do indicador de temperatura no supervisório Elipse.

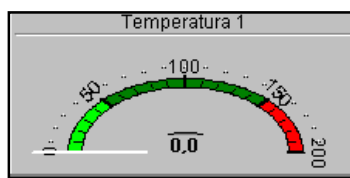


Figura 30 – Indicador de temperatura no supervisório Elipse.

### 3.5. DETERMINAÇÃO DA TEMPERATURA NO INTERIOR DA EMBALAGEM

A leitura da temperatura no centro da lata foi feita com auxílio de dois termopares instalados dentro da autoclave, sendo que um deles foi usado para a leitura da temperatura do vapor e o outro para a leitura da temperatura interna da lata no ponto frio.

Devido às restrições do sistema de medição de temperatura, os termopares ficaram limitados a duas condições:

- ❖ Não poderia tocar na carcaça do equipamento (autoclave). Caso isso acontecesse o valor da temperatura era bruscamente alterado, identificado pelo sistema como uma falha do sensor, chegando ao nível mínimo.

- ❖ Os sensores não poderiam entrar em contato entre si e nem estar imerso em uma solução em comum (conteúdo da sopa). Caso isso acontecesse a medida que a temperatura aumentasse o valor da temperatura passaria a ter degradação do sinal.

Diante dessas limitações a análise da temperatura da sopa, em diversos pontos dentro da lata, só pôde ser feita uma de cada vez, visto que a sopa é um composto condutor de energia elétrica, o que pode causar interferência nos sensores. Além disso, deve-se ter o cuidado de não deixar os sensores tocarem nas partes metálicas, o que não é muito fácil, uma vez que a parte interna da autoclave é totalmente metálica. Para evitar a condução elétrica entre a carcaça da autoclave e o sensor foi utilizado um suporte universal para manter a posição dos sensores, e um suporte de silicone abaixo da lata (Figura 31).



Figura 31 – Posicionamento dos termopares na esterilização da lata.

### 3.6. MODELO DE DESTRUIÇÃO TÉRMICA

O modelo matemático da cinética de destruição térmica dos microorganismos citada na Equação 11 foi transposto para o sistema de monitoramento utilizado no ambiente Eclipse Scada, a rotina dos cálculos foi programada na linguagem de programação própria chamada de Eclipse Basic. Essa rotina encontra-se no script *WhileRunning*, que é executada a

partir do momento em que o Elipse é colocado em modo de operação. O tempo adotado para a atualização desses cálculos foi de 1000ms (milissegundos), ou seja, a cada segundo é calculado o nível de destruição térmica dos microorganismos naquele instante e integrado aos tempos anteriores. Essa programação consta no APÊNDICE D.

Para validar o modelo de destruição térmica foi usado o método de contagem dos sobreviventes. Em que após a esterilização, deve ser contado o número de microorganismo sobreviventes da destruição térmica, no ponto mais frio do recipiente, e comparado com os resultados esperado do modelo.

Para isso foi utilizado potes de vidro com a capacidade de armazenamento de 30g, bem menor quando comparado com a lata de 3kg de sopa. Essa redução se faz necessário para reduzir a quantidade de suspensão de microorganismo usado na inoculação, a fim de alcançar o número desejado de microorganismo inicial, caso contrário seria necessário uma grande quantidade de suspensão, tornando o experimento inviável em relação a tempo e recursos disponíveis neste experimento.

A leitura da temperatura nesses potes foi feito com sensores tipo PT-100, com 3 centímetros de haste e com rosca ao final da haste. A rosca serviu como suporte para o sensor e como regulador de posicionamento do sensor no ponto frio do recipiente, adotado aqui como o centro geométrico (Figura 32).



Figura 32 – Recipiente para monitoramento de temperatura e validação do modelo de destruição térmica.

O procedimento para a validação foi composto pelas principais etapas: inoculação, esterilização e contagem.

A amostra da sopa concentrada, usada na inoculação, foi obtida de uma lata hermeticamente fechada. A lata foi previamente esterilizada, para se ter certeza de que

nenhum outro microorganismo pudesse interferir no momento da contagem final de microorganismo. Em um ambiente esterilizado e com auxílio de dois bicos de Bunsen – acesos – para garantir a esterilidade do ar, foi feita a abertura da lata de forma asséptica. A abertura foi feita com uma serra copo esterilizada, abrindo-se o tamanho mínimo necessário para trabalhar com o produto sem riscos de contaminação.

Após a abertura asséptica da lata o produto foi homogeneizado e coletada uma amostra para análise de esterilização comercial. Para preparar a amostra foi retirada aproximadamente 25g e inserido nos potes de vidro a serem esterilizados. A amostra foi colocada dentro dos potes com auxílio de um pipetador digital, adaptado com uma mangueira de silicone esterilizada, para recolher de forma asséptica a quantidade necessária (Figura 33, a). Estes procedimentos foram realizados fora da capela, devido ao volume dos equipamentos adotados para realizar a abertura da lata.

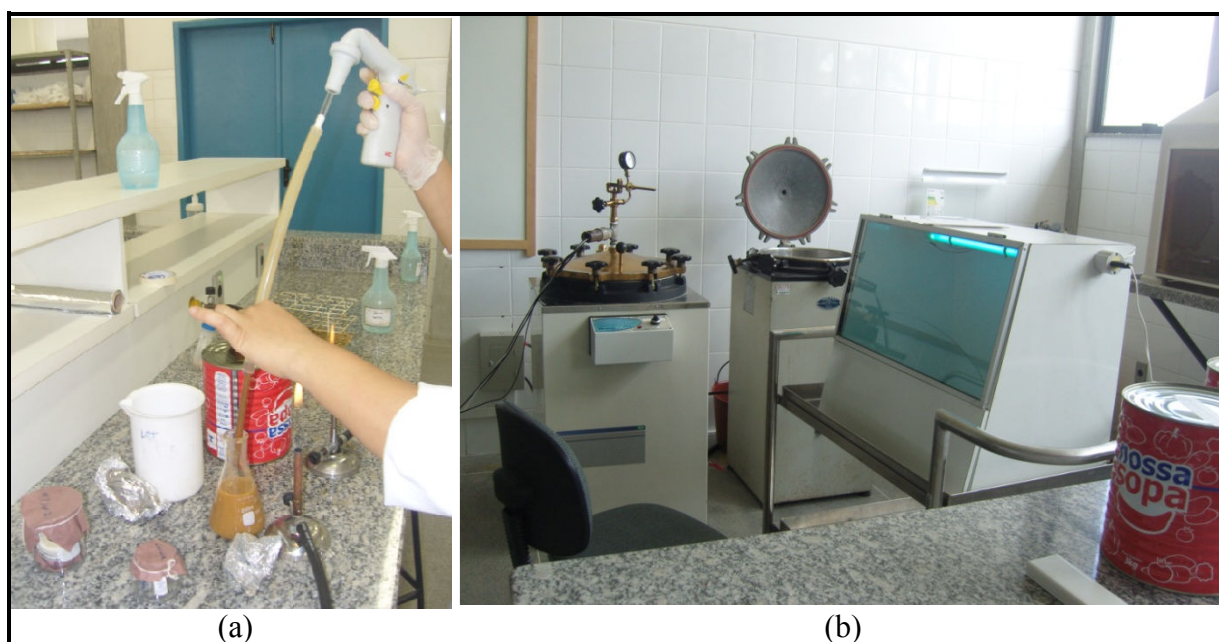


Figura 33 – (a) Inoculação dos esporos na sopa para ser esterilizada;  
(b) Capela adaptada próximo ao local de trabalho.

A inoculação foi feita adicionando-se 1ml da suspensão de esporos em cada pote de vidro, contendo a sopa concentrada, a medida em que fosse feito a esterilização. Após a inoculação o produto foi cuidadosamente homogeneizado, tampado e levado para a autoclave. Para cada lote de inoculação um dos potes era separado para realizar a contagem inicial de microorganismos.



O pote de vidro contendo o meio (sopa) mais o indicador biológico IB (suspensão de esporos), foi levado até a capela localizada ao lado da Autoclave (Figura 33, b) para ser feita a substituição da tampa do pote de vidro, por outra previamente esterilizada e preparada com o sensor de temperatura (Figura 32).

A esterilização teve como objetivo aplicar um tratamento térmico sub-letal no indicador biológico, tendo para isso o tempo e a temperatura do centro do pote monitorada pelo supervisor.

Ao alcançar o nível de esterilização desejado, a autoclave era desligada e aberta a válvula de saída do vapor, de forma que o produto se mantivesse o mínimo de tempo possível dentro da autoclave a evitar que o nível de esterilização aumentasse devido a exposição do produto ao calor.

Após a esterilização sub-letal do IB, foi realizada a contagem de esporos viáveis por semeadura em profundidade no TSA (Figura 34).

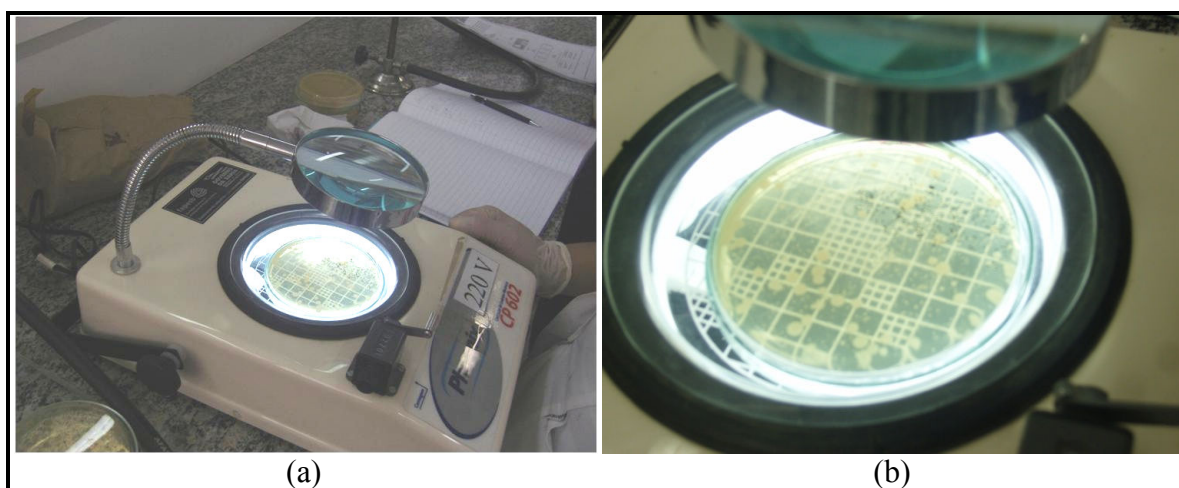


Figura 34 – (a) Lupa para contagem de placas; (b) placa com colônias do *Geobacillus stearotherophilus* sendo contada.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1. COMPOSIÇÃO CENTESIMAL

A composição centesimal da amostra de sopa concentrada foi realizada segundo a metodologia descrita, obtendo-se os resultados conforme a Tabela 5.

Tabela 5 – Composição centesimal da sopa concentrada.

<b>Análise</b>	<b>Média</b>	<b>DP</b>	<b>CV(%)</b>
Proteínas (%)	1,64	0,10	6,29
Lipídeos (%)	1,44	0,08	5,54
Cinzas (%)	8,58	0,13	1,50
Umidade (%)	83,43	0,20	0,24
Carboidratos Totais (%)	4,91	----	----

CV: Coeficiente de Variação; DP: Desvio Padrão  
Fonte: autor.

Quanto ao número de repetições das análises, para o cálculo da média das análises de umidade e cinzas foram realizadas em quadruplicata, enquanto que as análises de lipídeos e proteínas foram feitas em triplicatas devido ao custo dos reagentes usados na análise.

O resultado do percentual de Carboidratos Totais foi obtido pelo método da diferença (100 menos o somatório do percentual de Proteínas, Lipídeos, Cinzas, Umidade), portanto nesse percentual também está incluído a fibra. Tanto a Fibra quanto os Carboidratos não foram analisados devido à falta de reagentes no laboratório e por serem, neste caso, análises facultativas, possibilitando o andamento do trabalho com os resultados aqui apresentados (Tabela 5).

A amostragem foi feita com uma lata de cada lote, no qual o produto foi homogenizado com auxílio de um multiprocessador e refrigerando a porção excedente para ser utilizada em outras análises. Para a realização das análises, depois de refrigerada a amostra, esta era mantida em temperatura ambiente até a estabilização da temperatura, e em seguida era feita uma nova homogeneização, menos intensa.

Nesse experimento não foi possível calcular a incerteza, Tipo B, dos resultados, sendo estes resultados considerados como qualitativos e apresentados apenas com a média, desvio padrão (DP) e coeficiente de variação (CV).

## 4.2. PROPRIEDADES TÉRMICAS

### 4.2.1. Condutividade Térmica (k)

Utilizando-se a fórmula geral (Equação 28) desenvolvida por Sweat (1986) apresentada por Pinho (2003), baseada na composição centesimal do alimento, o valor obtido da Condutividade Térmica (k) foi de aproximadamente 0,51J/(m.K.s).

$$k = 0,25. m_c + 0,155. m_p + 0,16. m_g + 0,135. m_z + 0,58. m_a \quad \text{Equação 28}$$

Onde:

$m_c$  = fração mássica de carboidratos

$m_p$  = fração mássica de proteínas

$m_g$  = fração mássica de gorduras

$m_z$  = fração mássica de cinzas

$m_a$  = fração mássica de água

Caso seja aplicado uma fórmula específica (Equação 29) para produtos a base de vegetais (SWEAT e HAUGH, 1974) com umidade superior a 60% o valor encontrado foi de aproximadamente 0,56J/(m.K.s).

$$k = 0,148 + 0,00493. P_w \quad \text{Equação 29}$$

Onde  $P_w$  é o percentual de umidade do produto.

Os resultados demonstram coerência para os valores encontrados entre as duas metodologias citadas pela literatura.

### 4.2.2. Calor Específico (cp)

Utilizando-se a equação de Dickerson (1965) (Equação 30) citada por Pinho (2003) para cálculo de calor específico baseada na umidade do produto, o valor encontrado foi de aproximadamente  $3,8 \cdot 10^3 \text{J}/(\text{kg.K})$ .

$$cp = 1,675 + 0,025. P_w \quad \text{Equação 30}$$

Onde  $P_w$  é o percentual de umidade do produto.

Outra opção citada na literatura para encontrar o calor específico é utilizando-se a fórmula geral (Equação 31) baseada na composição centesimal do produto, apresentada por Singh e Heldman (1993 apud PINHO, 2003). O valor obtido por esse método de aproximadamente  $3,7 \cdot 10^3 \text{J}/(\text{kg} \cdot \text{K})$ .

$$cp = 1,424 \cdot m_c + 1,549 \cdot m_p + 1,675 \cdot m_g + 0,837 \cdot m_z + 4,187 \cdot m_a \quad \text{Equação 31}$$

Onde:

$m_c$  = fração mássica de carboidratos

$m_p$  = fração mássica de proteínas

$m_g$  = fração mássica de gorduras

$m_z$  = fração mássica de cinzas

$m_a$  = fração mássica de água

A consonância entre os valores encontrados demonstram coerência entre os valores entre as duas metodologias citadas pela literatura.

#### 4.2.3. Penetração de Calor (**fh**)

O ensaio de penetração do calor foi realizado durante a fase de aquecimento da lata, com medição interna localizada no centro da lata. O objetivo desse ensaio foi verificar a existência de mudanças nas propriedades térmicas do mesmo durante o aquecimento, o que provocaria a obtenção de uma curva quebrada (PINHO, 2003).

Conforme pode ser verificado na Figura 35, a curva de penetração de calor obtida não apresenta ponto de quebra, demonstrando que não ocorrem mudanças nas propriedades térmicas do alimento durante o processamento.

Para obter o parâmetro de penetração de calor (**fh**), foi feita uma linha de tendência na parte mais linear da curva, e pelos mínimos quadrados foi obtida a Equação 32. O **fh** é definido como o inverso do coeficiente angular da linha de tendência, que neste caso corresponde a 232min, que convertendo para segundos corresponde a 13953s.

$$y = 0,0043x + 1,6672 \quad \text{Equação 32}$$

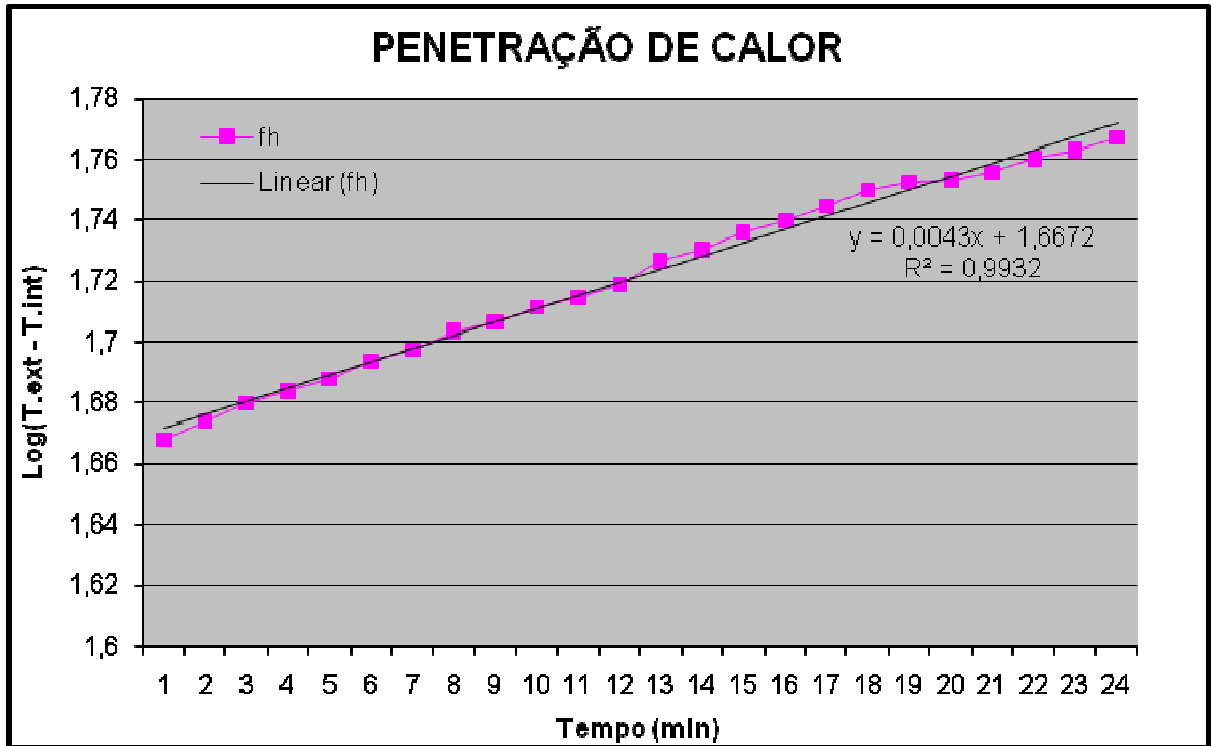


Figura 35 – Curva da análise de penetração de calor.

#### 4.2.4. Difusividade ( $\alpha$ )

A difusividade foi calculada por três métodos. No primeiro foi calculada utilizando-se os valores das propriedades térmicas, determinadas experimentalmente, e o resultado foi de aproximadamente  $1,31 \cdot 10^{-7} \text{m}^2/\text{s}$ , conforme equação abaixo:

$$\alpha = \frac{k}{\rho \cdot c_p} = \frac{0,51}{1052,5 \cdot 3700} = 1,31 \cdot 10^{-7} \quad \text{Equação 33}$$

Onde:

$$k = 0,51 \text{J}/(\text{m.K.s})$$

$$c_p = 3,7 \cdot 10^3 \text{J}/(\text{kg.K})$$

$$\rho = 1052,5 \text{kg}/\text{m}^3$$

Com a célula de Dickerson, foi realizada apenas uma análise, cujo perfil da temperatura pode ser visualizado na Figura 36.

Nessa análise foi considerada para fins de cálculo a região do gráfico na qual as retas se mantêm paralelas, essa região encontra-se entre (55 e 75)°C, medido na temperatura externa. O valor de difusividade encontrado foi de aproximadamente  $9,66 \cdot 10^{-8} \text{m}^2/\text{s}$ .

Resolvendo a difusividade pelo método do parâmetro de calor (**fh**) pela Equação 27, foi encontrado o valor em torno de  $1,75 \cdot 10^{-7} \text{m}^2/\text{s}$ .

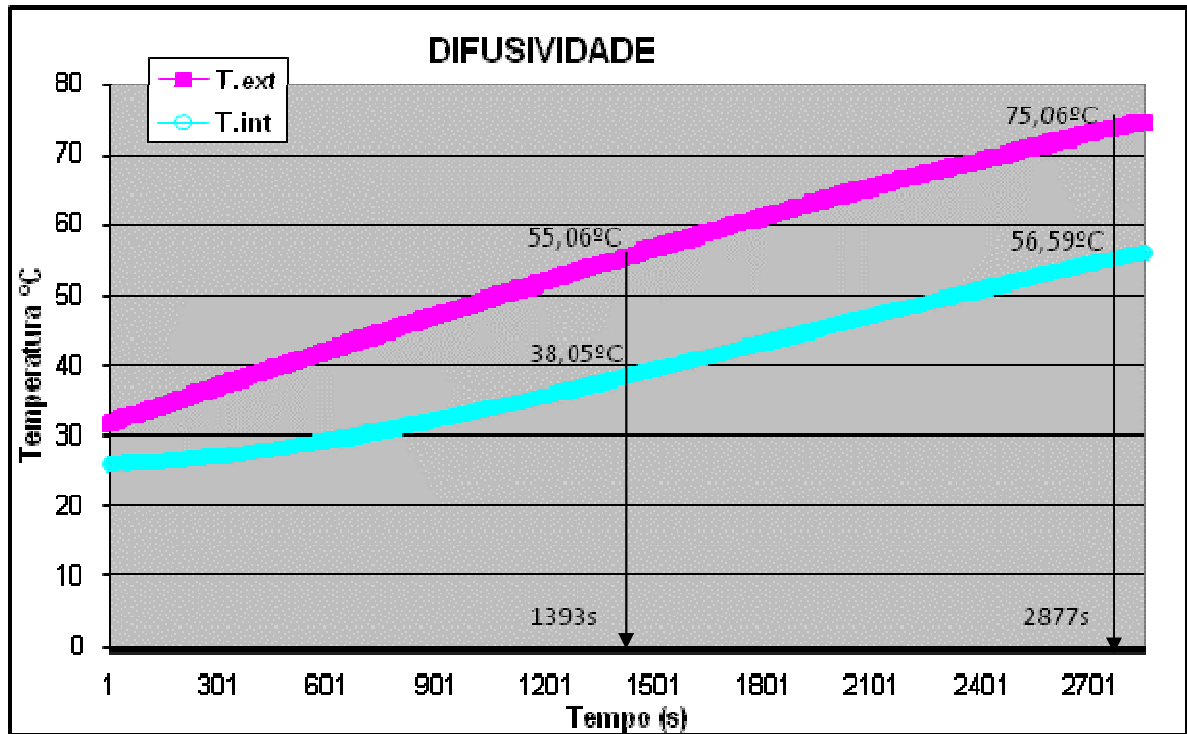


Figura 36 – Curva característica da determinação da difusividade térmica.

### 4.3. DENSIDADE

O valor da densidade relativa, informada na Tabela 5, foi determinado através da amostra da sopa concentrada, a qual foi previamente homogeneizada e acondicionada no picnômetro de vidro de capacidade nominal de 100mL, cujo volume real de 110mL foi mensurado na calibração com água, adotando-se a densidade relativa da água em 25°C igual ao valor nominal de 0,9970479g/ml. A análise foi feita em quadruplicata, a uma temperatura ambiente em torno de 26,5°C, conforme demonstram os resultados na tabela abaixo.

Tabela 6 – Densidade da sopa concentrada.

<b>Amostras</b>	<b>Densidade (g/ml)</b>
1	1,0600
2	1,0506
3	1,0525
4	1,0525
Média	1,0539
Desvio Padrão	0,0041
Coefficiente de Variação	0,39%

Fonte: autor.

#### 4.4. CALIBRAÇÃO E AJUSTES DOS TERMOPARES

A Calibração dos termopares do sistema de medição de temperatura utilizado no experimento foi realizada no Laboratório de Engenharia Bioquímica. O sistema de medição é composto pelos termopares tipo J, transdutores, PLC e pelo software supervisor. A faixa nominal de medição programada no transdutor está entre (0 e 200)°C, e a resolução adotada no supervisor foi de 0,1°C.

A calibração foi realizada com os sensores assentados em um mesmo ponto dentro do Forno Mufla, o qual foi ajustado com o *set-point* em quatro pontos de temperatura (25, 50, 75 e 100) °C em ciclo ascendente. Após a estabilização da temperatura em cada ponto citado, foram coletados cinco valores de temperatura para cada termopar medido, inclusive a temperatura informada pelo sensor padrão. As condições ambientais durante a calibração foi registrado durante o experimento uma umidade mínima de 40% e máxima de 60% e uma temperatura ambiente mínima de 22°C e máxima de 28°C.

Para cada um dos quatro pontos de temperatura adotados foi criada uma tabela do balanço de incerteza (APÊNDICE E), informando as fontes de incertezas, com seus respectivos efeitos sistemáticos e aleatórios, e ao final da tabela as quantidades combinadas: correlação combinada, incerteza combinada, número de graus de liberdade efetivos e a incerteza expandida.

Com base na análise do processo de medição, as principais fontes de incertezas identificadas foram:

- a) A repetitividade do medidor (***Re***), que possui essencialmente uma contribuição aleatória;
- b) A resolução do medidor (***Rm***). O erro de arredondamento pela resolução limitada é uma fonte de incerteza com contribuição aleatória;
- c) As correções levantadas na calibração (***CCal***) contribuem com uma parcela sistemática que devem ser compensada,
- d) e a incerteza das calibrações, com uma componente aleatória.

Na quantificação dos efeitos sistemáticos foi transcrito o valor da correção (***CCal***) da temperatura do SMP, informada no relatório de calibração, correspondente ao ponto de temperatura ao qual o SMC está sendo calibrado.

Na quantificação dos efeitos aleatórios foram consideradas todas as incertezas, visto que todas possuem contribuições aleatórias, sendo a participação da correção de calibração a de maior participação percentual. As incertezas aleatórias são:

- a) A incerteza-padrão da repetitividade (***u<sub>Re</sub>***) das cinco medições obtidas para cada faixa de temperatura do SMC foi calculada pela distribuição natural das medições (Equação 34), onde ***n*** é o número de medições repetidas usadas para calcular a média, ***I<sub>k</sub>*** é a k-ésima medição e ***Ī*** é a média das medições. O número de graus de liberdades da repetitividade (***v<sub>Re</sub>***) corresponde ao número de medições repetidas usadas para calcular a incerteza-padrão menos um (Equação 35), nesse caso em que foram usadas cinco medições o grau de liberdade é igual a 4. Para compensar o pequeno número de pontos experimentais foi utilizada a correção de Bayes para na avaliação do Tipo A da incerteza de medição, conforme demonstrado por Kacker (2007).

$$u = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^n (I_k - \bar{I})^2}{n - 1}} \cdot \sqrt{\frac{n - 1}{n - 3}} \quad \text{Equação 34}$$

$$v = n - 1 \quad \text{Equação 35}$$



- b) A incerteza-padrão do erro de arredondamento ( $u_R$ ), introduzido pela resolução limitada do dispositivo indicador, foi determinada pela Equação 36, assumindo uma distribuição de probabilidade retangular, onde ( $a$ ) é o erro de arredondamento correspondente a metade da resolução (Equação 37). Sendo o SMC um dispositivo de indicação digital com resolução ( $R_m$ ) igual a  $0,1^\circ\text{C}$ , os erros de arredondamento estarão sempre dentro dos limites  $(-0,05$  e  $+0,05)^\circ\text{C}$ .
- c) O número de graus de liberdades do erro ( $v_R$ ) foi determinado aplicando a avaliação dos graus de liberdade da incerteza do tipo B proposta por Mendes et al. (2010) descrita na Tabela 7, nesse caso, por ser um dispositivo digital, foi considerada uma qualidade excelente. Essa abordagem é pouco usual, pois a maioria dos metrologistas e experimentalistas atribuem infinitos graus de liberdade a incerteza do Tipo B, o que, pela teoria da informação, seria o equivalente, a confiança total na fonte da informação. Claramente isso é impossível, então é mais razoável atribuir graus de liberdade a incerteza do Tipo B conforme for à confiança que existe na fonte dessa informação.

$$u = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad \text{Equação 36}$$

$$a = \frac{R}{2} \quad \text{Equação 37}$$

Tabela 7 – Graus de liberdade para incerteza do Tipo B, segundo critérios de qualidade da informação.

<b>Qualidade</b>	<b>(<math>v_i</math>)</b>
Grosseira	3
Razoável	10
Boa	30
Excelente	100

Fonte: (MENDES et al., 2010)

- d) A incerteza-padrão da correção de calibração ( $u_{CCal}$ ) foi determinada com base na incerteza expandida ( $U$ ) informada no relatório de calibração do SMP, para cada faixa de temperatura. A incerteza da calibração foi calculada dividindo-se a incerteza expandida pelo fator de abrangência (coeficiente  $t$  de Student) (Equação

38), informado pelo relatório de calibração do SMP como fator de abrangência ( $k_a$ ) igual a 1,96 para um nível de confiança de 95%. Como não há informações no relatório de calibração sobre o número de graus de liberdade efetivos com que a incerteza da calibração foi determinada, assume-se nesse caso que seja o grau de liberdade da correção de calibração ( $v_{CCal}$ ) equivalente a uma qualidade razoável, que conforme a Tabela 7 é igual a 10.

$$u_{CCal} = \frac{U}{k_a} \quad \text{Equação 38}$$

Após a identificação das fontes de incerteza e da quantificação dos efeitos sistemáticos e aleatórios, segue-se o preenchimento da planilha de balanço das incertezas com os cálculos de correção combinada, incerteza combinada, incerteza expandida e o número de graus de liberdade efetivos.

- a) A correção combinada ( $C_C$ ) é a soma de todas as correções, como só houve a correção da calibração a correção combinada será igual a esta.
- b) A incerteza combinada ( $u_C$ ) foi calculada a partir das incertezas-padrões de cada fonte de incerteza, não correlacionadas, pela Equação 39. Onde  $u_i$  é a incerteza padrão da  $i$ -ésima fonte de incerteza e  $n$  é o número total de fonte de incertezas analisadas.

$$u_C^2 = \sum_{i=1}^n u_i^2 \quad \text{Equação 39}$$

- c) O número de graus de liberdade efetivos ( $v_{ef}$ ) foi calculado a partir dos valores do número de graus de liberdade e da incerteza-padrão de cada fonte de incerteza pela equação de Welch-Satterthwaite (Equação 40). Onde  $v_i$  é o número de graus de liberdade associado a  $i$ -ésima fonte de incerteza.

$$v_{ef} = \frac{u_C^4}{\sum_{i=1}^n \frac{u_i^4}{v_i}} \quad \text{Equação 40}$$

- d) Por fim a incerteza expandida ( $U_C$ ) foi calculada multiplicando a incerteza combinada pelo respectivo fator de abrangência (Equação 41).

$$U_C = k_a \cdot u_C \quad \text{Equação 41}$$

Com os parâmetros obtidos nas tabelas do balanço de incerteza (APÊNDICE E), foi possível montar as tabelas de calibrações do sistema de medição, para cada termopar, envolvendo os pontos de temperatura previamente determinados para a calibração (Tabela 8, 9 e 10).

O valor da correção ( $C$ ) informada nas tabelas de calibração do sistema de medição foi obtido pela Equação 43 (ALBERTAZZI JR. e SOUSA, 2008, p. 215):

$$C = (MP + CCal) - \bar{I} \quad \text{Equação 42}$$

Onde ( $C$ ) é o valor da correção, ( $MP$ ) é a média da temperatura padrão, ( $CCal$ ) é a correção herdada do erro sistemático do sistema de medição padrão e ( $\bar{I}$ ) é a média das indicações.

Para cada ponto de calibração foi calculado também o erro máximo ( $E_{m\acute{a}x}$ ), ou seja, o maior valor de erro de medição que pode ser cometido pelo sistema em toda sua faixa de medição e nas condições operacionais em que é avaliado (ALBERTAZZI JR. e SOUSA, 2008). O erro máximo corresponde a soma da tendência mais a repetitividade. A tendência é a estimativa do erro sistemático apresentado por um sistema de medição e corresponde numericamente a correção com o sinal trocado.

#### 4.4.1. Termopar 1

Conforme procedimento de calibração o erro máximo encontrado no sistema de medição do termopar numero um pela curva de erros (Figura 37) foi de 1,3°C (0,6% do VFE).

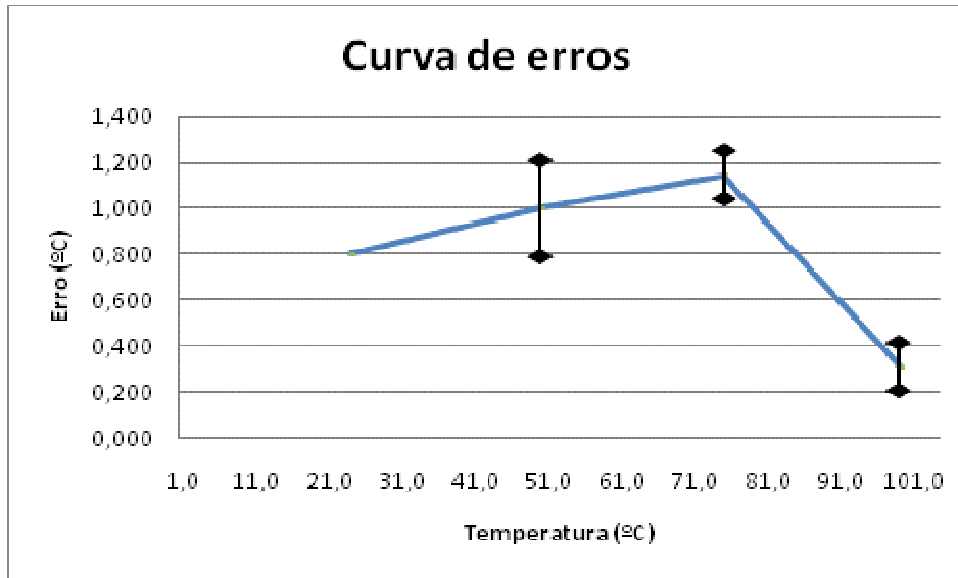


Figura 37 – Curva de erros do termopar nº1.

Tabela 8 – Tabela de calibração do sistema de medição do primeiro termopar

Tabela de Resultados do Termopar nº1				
Temperatura Padrão (°C)	Medida da indicação do termopar (°C)	Correção (°C)	Incerteza da correção (°C)	Repetitividade (°C)
24,7	25,1	-0,80	0,61	0,000
51,0	51,6	-1,0	0,70	0,210
75,9	76,4	-1,15	0,63	0,107
99,5	99,6	-0,31	0,62	0,106

Com os valores de correção informado na Tabela 8 foi obtida uma função polinomial para correção da temperatura (Equação 43). Essa equação foi inserida no supervisor permitindo a correção em tempo real.

$$y = 1 \cdot 10^{-5}x^3 - 0,0017x^2 + 0,0708x - 1,6868$$

Equação 43

#### 4.4.2. Termopar 2

Conforme procedimento de calibração o erro máximo encontrado no sistema de medição do termopar numero dois pela curva de erros (Figura 38) foi de 1,0°C (0,5% do VFE).

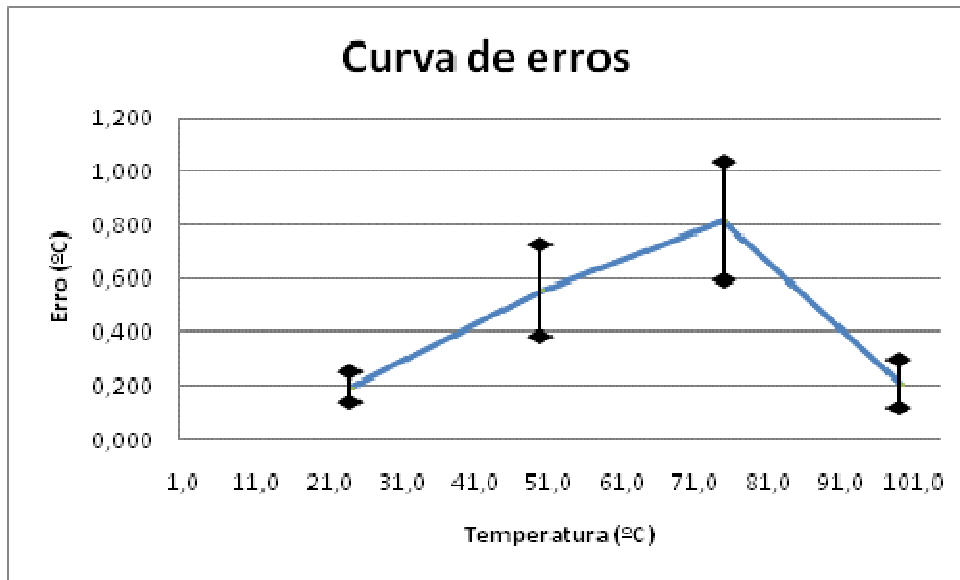


Figura 38 – Curva de erros do termopar nº2.

Tabela 9 – Tabela de calibração do sistema de medição do segundo termopar

Tabela de Resultados do Termopar nº2				
Temperatura Padrão (°C)	Medida da indicação do termopar (°C)	Correção (°C)	Incerteza da correção (°C)	Repetitividade (°C)
24,7	24,5	-0,19	0,62	0,057
51,0	51,2	-0,6	0,7	0,172
75,9	76,1	-0,81	0,71	0,221
99,5	99,5	-0,21	0,62	0,090

Com os valores de correção informado na Tabela 9 foi obtida uma função polinomial para correção da temperatura (Equação 44). Essa equação foi inserida no supervisor permitindo a correção em tempo real.

$$y = 9 \cdot 10^{-6}x^3 - 0,0013x^2 + 0,0456x - 0,6493$$

Equação 44

### 4.4.3. Termopar 3

Conforme procedimento de calibração o erro máximo encontrado no sistema de medição do termopar numero três pela curva de erros (Figura 39) foi de 1,3°C (0,6% do VFE).

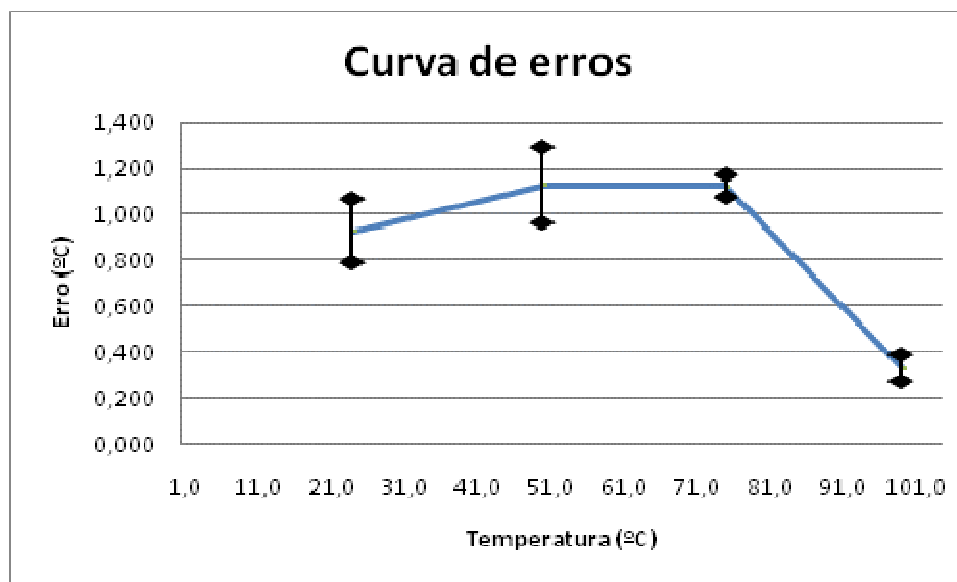


Figura 39 – Curva de erros do termopar nº3.

Tabela 10 – Tabela de calibração do sistema de medição do terceiro termopar

Tabela de Resultados do Termopar nº3				
Temperatura Padrão (°C)	Medida da indicação do termopar (°C)	Correção (°C)	Incerteza da correção (°C)	Repetitividade (°C)
24,7	25,3	-0,93	0,65	0,140
51,0	51,7	-1,1	0,7	0,165
75,9	76,4	-1,12	0,62	0,048
99,5	99,6	-0,33	0,61	0,057

Com os valores de correção informado na Tabela 10 foi obtida uma função polinomial para correção da temperatura (Equação 45). Essa equação foi inserida no supervisor permitindo a correção em tempo real.

$$y = 7 \cdot 10^{-6} x^3 - 0,001 x^2 + 0,0343 x - 1,2808$$

Equação 45

Os resultados descritos nas tabelas de calibração (Tabela 8, 9 e 10) demonstram que dentre os termopares calibrados, o segundo apresenta maior exatidão na medição de temperatura, visto que a média dos erros sistemáticos nele é menor que os outros. Também foi visto que os termopares apresentaram melhores resultados em temperaturas mais altas.

O erro máximo ( $E_{\max}$ ) em ambos os termopares foi de aproximadamente 1% do Valor Final de Escala (VFE), correspondendo ao valor do erro máximo admissível na fabricação dos termopares tipo J segundo a literatura (BARP, 2000).

Segundo o GUM o resultado da medição (**RM**) para cada termopar deve ser apresentado conforme a Equação 46:

$$RM = \bar{I} + C_c \pm U_c \quad \text{Equação 46}$$

Onde o  $\bar{I}$  é a média das  $n$  medições, o  $C_c$  é a correção combinada conforme a faixa de temperatura a ser medida, e o número após o símbolo  $\pm$  é o valor numérico de uma incerteza expandida ( $U_c$ ) determinado pelo produto de uma incerteza padrão combinada ( $u_c$ ) com o fator de abrangência ( $k_a$ ), baseado na distribuição  $t$  de Student, conforme o grau de liberdade efetivo tabelado. A incerteza expandida, calculada nesse trabalho, define um intervalo estimado para ter um nível da confiança de 90 por cento.

Neste trabalho, os resultados das medições de temperatura, contendo a incerteza expandida, são informados apenas nas medidas pontuais, posto que a temperatura lida em tempo real, só consta o ajuste pela função polinomial da correção combinada.

#### **4.5. MODELO DO PERFIL DE TEMPERATURA**

O ponto frio da lata de sopa concentrada foi determinado através de simulações realizadas no software ANSYS FLUENT 12.1 (*Swanson Analysis Systems, Inc.*), cuja licença pertence a Universidade Federal da Bahia (UFBA).

Para analisar o comportamento da temperatura no centro da lata, foram feitos dois modelos bidimensionais no ANSYS, o qual aplicou a técnica de elementos finitos para a resolução das equações diferenciais de transferência de calor.

O modelo de temperaturas foi construído considerando-se as características técnicas da embalagem, diâmetro, altura, espessura, tipo de metal constituinte, descritas pelo

relatório da empresa (NOSSA SOPA, 2008) e características térmicas da sopa concentrada, obtidas em experimentos.

No primeiro modelo foi projetada a lata sem o *head space*, espaço vazio entre a tampa e o produto (Figura 40,a), enquanto no segundo modelo foi adotado o *head space* de 8mm (Figura 40,b).

Os parâmetros usados para a resolução do modelo estão descritos na tabela abaixo:

Tabela 11 – Parâmetros usados no modelo de transferência de calor.

<b>Parâmetro</b>	<b>Valor</b>	<b>Unidade</b>
Diâmetro da lata	0,164	m
Altura da lata	0,178	m
Espessura do metal (lata)	$0,26 \cdot 10^{-3}$	m
<i>Head Space</i>	0,008	m
Condutividade Térmica (sopa)	0,51	J/(m.K.s)
Calor Específico (sopa)	$3,7 \cdot 10^3$	J/(kg.K)
Viscosidade (sopa)	18,826	N.s/m <sup>2</sup>
Densidade (sopa)	1052,5	kg/m <sup>3</sup>
Difusividade	$1,31 \cdot 10^{-7}$	m <sup>2</sup> /s

Fonte: autor.

No primeiro modelo é possível identificar que o ponto mais frio na embalagem sem o *head space* seria exatamente no centro geométrico da lata (Figura 40).

Considerando-se que o ponto mais frio do aquecimento também tende a ser o ponto mais quente na fase de resfriamento, foi realizado um experimento para comprovar a localização desse ponto. Para comprovar o perfil da temperatura dentro da embalagem, foi realizado um experimento visando a leitura da temperatura no eixo axial da lata em diferentes alturas.

O experimento foi feito com uma lata lacrada e esterilizada na autoclave em 120°C por 1 hora e 30 minutos. Após o processo de abertura da autoclave, e ainda dentro da autoclave para reduzir a perda de calor, foi feito um furo de 2mm no centro da tampa superior, o suficiente para a passagem do termopar.



Depois de posicionado e centralizado o termopar na lata, foi feita a leitura da temperatura em nove pontos diferentes e equidistantes, com aproximadamente 2cm de distância, segundo descrito na Tabela 12. Estes dados foram sobrepostos, aproximadamente a posição medida, na imagem da simulação feita pelo ANSYS (Figura 41). Diante desse quadro pode-se notar que, o ponto cuja troca de calor é mais lenta localiza-se a 6cm acima do fundo da lata.

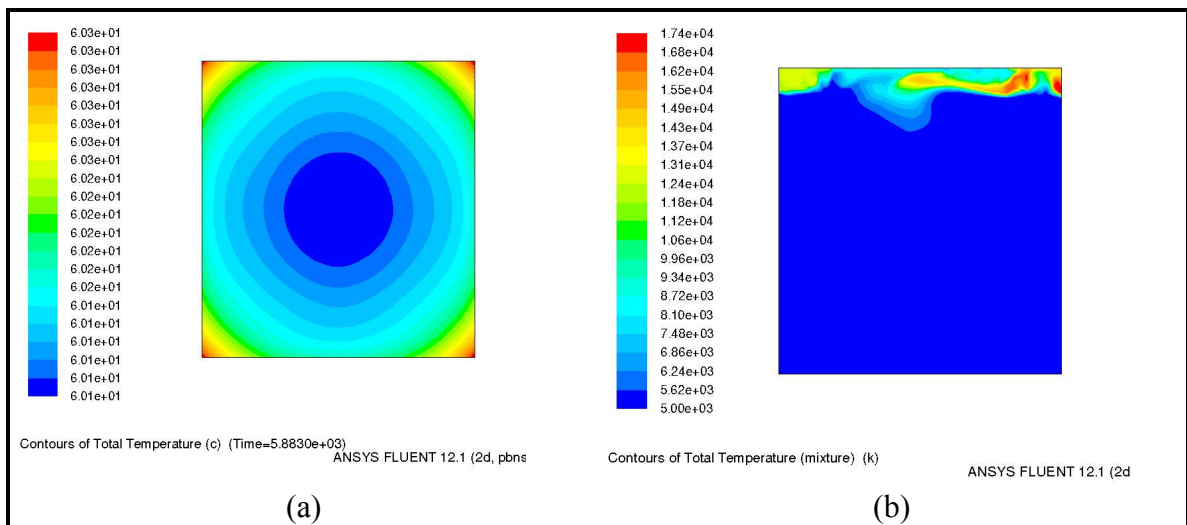


Figura 40 – Modelo bidimensional da transferência de calor na lata, a) sem *head space*, b) com *head space*.

Tabela 12 – Distribuição da temperatura no eixo axial da lata, na fase de resfriamento.

<b>Altura da Medição (cm)</b>	<b>Média da Temperatura (°C)</b>	<b>Incerteza expandida (°C)</b>
16 (head space)	39,1	$\pm 1,9$
14	68	$\pm 13$
12	79,8	$\pm 1,4$
10	85,5	$\pm 1,4$
8	88,7	$\pm 0,9$
6	89,3	$\pm 0,8$
4	88,5	$\pm 1,7$
2	86,6	$\pm 1,7$
0 (fundo)	78,9	$\pm 1,6$

Fonte: autor.

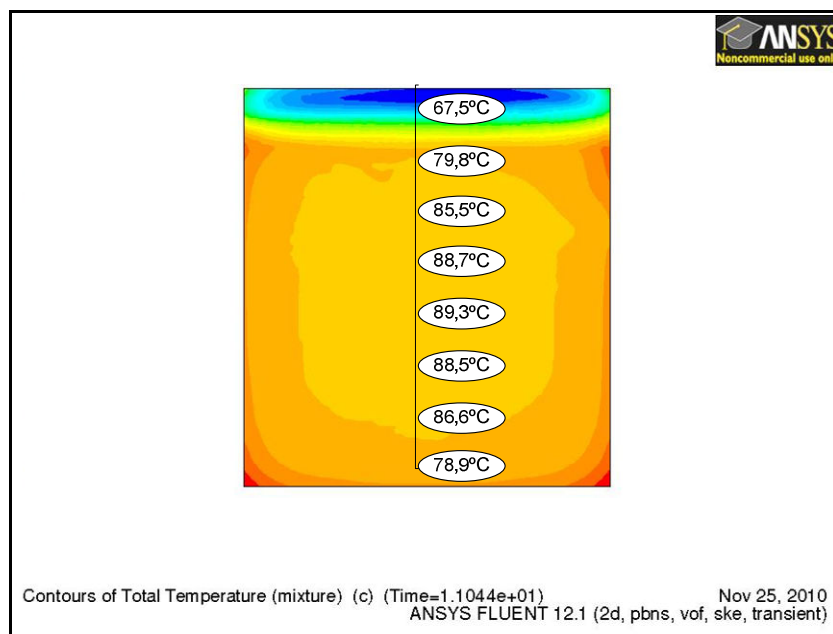


Figura 41 – Representação da distribuição da temperatura no eixo axial da lata, na fase de resfriamento.

#### 4.5.1. Perfil de Temperatura no Processo de Esterilização

Apesar de alcançado os meios corretos para obtenção dos resultados por simulação, não foi possível aperfeiçoar o modelo, com *head speac*, em tempo hábil para gerar resultados que pudessem ser comparados experimentalmente.

Contudo adotando a altura de 6cm indicada experimentalmente como o ponto em que a troca de calor é mais lenta (Figura 41), foi realizada a análise do perfil da temperatura no processo de esterilização. Nessa análise um termopar foi posicionado no ponto frio da lata e outro termopar foi posicionado no interior da autoclave, medindo apenas o vapor da câmara interna da autoclave. Paralelamente nesse resultado foi calculado também o nível de destruição térmica no ponto frio da lata identificando o ponto ideal da esterilização.

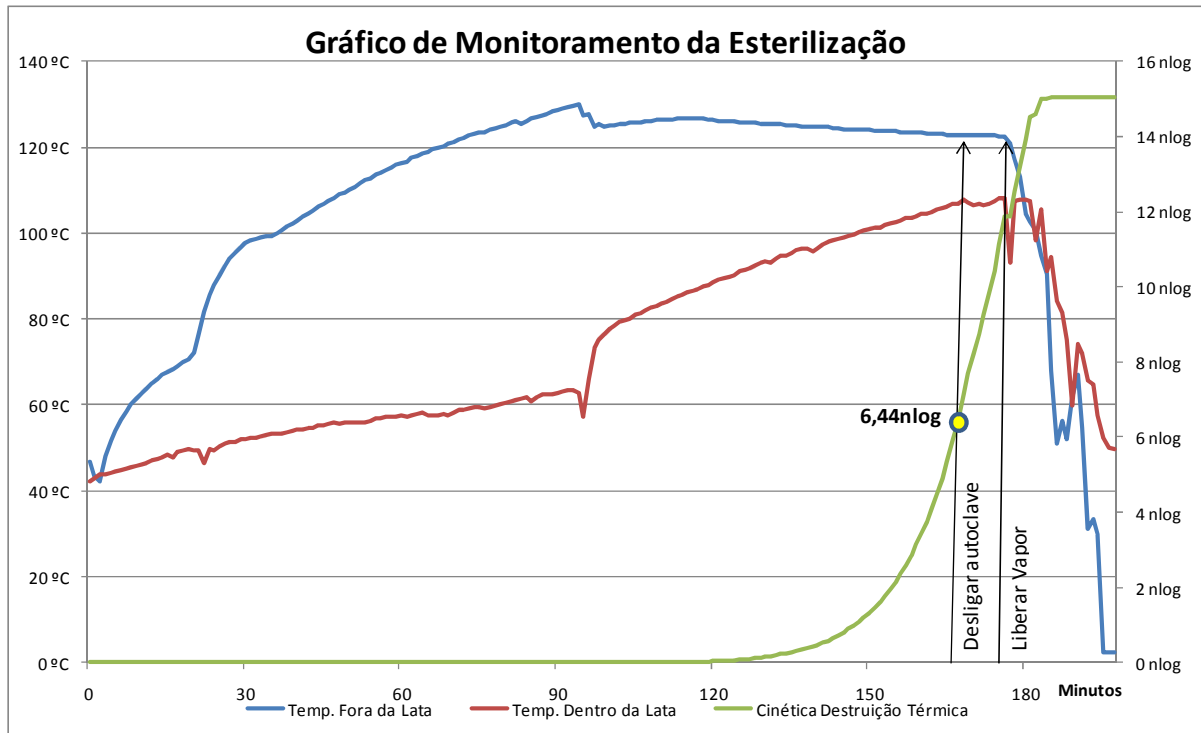


Figura 42 – Perfil da temperatura no processo de esterilização da sopa concentrada na lata.

Com o monitoramento da temperatura no ponto mais frio da lata foi possível garantir que nesse processo de esterilização foi superado o nível mínimo de 6 ciclos logarítmicos, parâmetro requerido para destruição de microorganismos termoressistentes.

Foi identificado também que mesmo após o desligamento da autoclave o produto permaneceu quente o suficiente para manter a cinética de destruição térmica dobrando o nível de esterilização requerido.

#### 4.6. VALIDAÇÃO DO MODELO DE DESTRUIÇÃO TÉRMICA

A validação do modelo de destruição dos microorganismos foi realizada em duas etapas, com duas esterilizações em cada etapa. As amostras de sopa concentrada, com aproximadamente 25g, foram inoculadas com *Geobacillus stearothermophilus* e armazenadas em pequenos potes de vidro, cujo monitoramento da temperatura era feito no centro geométrico do pote. A contagem de esporos viáveis, realizada por semeadura em profundidade no meio de cultura TSA, constatou uma população inicial na suspensão de esporos de  $(1,6 \pm 0,5) \cdot 10^7$  UFC/ml.

Após cada esterilização, foram realizados os procedimentos de contagem dos potes esterilizados e dos potes controle, para determinar o número final e o número inicial de microorganismo, conforme demonstrado na tabela abaixo.

Tabela 13 – Resultados das esterilizações monitoradas.

<b>Identificação</b>	<b>Nível de esterilização (logs)</b>	<b>Contagem (UFC/ml)</b>
Pote Controle (etapa1)	0	$(1,5 \pm 0,4) * 10^6$
Primeira esterilização (etapa1)	11,20	0
Segunda esterilização (etapa1)	7,61	0
Pote Controle (etapa2)	0	$(2,7 \pm 0,5) * 10^5$
Primeira esterilização (etapa2)	4,21	0
Segunda esterilização (etapa2)	5,81	0

Fonte: autor.

Os resultados acima demonstram que o processo de esterilização monitorado é eficiente, comprovando a eficácia do modelo de destruição térmica. Uma vez que na primeira etapa a contagem de microorganismo constatou aproximadamente  $1,5 * 10^6$  UFC/ml, o que corresponde à quantidade a ser destruída em uma esterilização de 6,18log, e na segunda etapa a qual constatou uma população inicial de aproximadamente  $2,7 * 10^5$  UFC/ml, correspondente a uma esterilização de 5,43log.

Na primeira etapa foram realizadas esterilizações com o objetivo de uma destruição completa dos microorganismos, sendo a primeira esterilização típica de 110°C por 30 minutos, enquanto na segunda esterilização foi utilizada a previsão do modelo com o objetivo de parar a esterilização ao atingir 6log.

Na segunda etapa dos experimentos tinha-se como objetivo inicial de uma sub-esterilização, na qual seria possível contar o número final de microorganismos sobreviventes. No entanto a contagem inicial – que só pôde ser identificada 48 horas depois dos experimentos – demonstrou uma baixa quantidade de microorganismo, inviabilizando assim a sub-esterilização. Vale ressaltar que na primeira esterilização da segunda etapa, foi previsto pelo modelo a ordem de destruição térmica de 4,21log, porém a esterilização superou a destruição total de 5,43log. Esta diferença pode ser atribuída aos parâmetros de  $\Delta E$  e  $k_0$  adotados para a equação de Arrhenius.

## 5. CONCLUSÕES

Os resultados deste trabalho mostraram que é possível convergir à identificação dos parâmetros mais convenientes para o perfil temporal de temperatura na autoclavação, atendendo aos requisitos de uma esterilização segura.

Os parâmetros  $\Delta E$  e  $k_o$  adotados para a equação de Arrhenius, mostraram-se aceitáveis no processo de validação do modelo de destruição microbiológica, contudo ainda podem ser averiguado valores mais precisos, com um maior número de bateladas monitoradas.

A projeção de valores de tempos de manutenção para obter o mesmo nível letal, em diferentes temperaturas, ratifica a importância da calibração do sistema de medição, visto que a diferença de 5°C foi capaz de gerar um acréscimo no tempo de esterilização duas vezes maior.

Os resultados da análise do ponto frio, puderam comprovar que na etapa de resfriamento do produto o ponto em cuja troca de calor ocorreu de forma mais lenta foi localizado a uma altura de 6cm acima do fundo da lata.

Nesse trabalho, as termoresistências PT-100, foram identificadas como o sensor de melhor resposta e de maior resistência às intempéries do autoclave.

Os resultados dos testes de validação do modelo de destruição microbiológica demonstraram que o sistema elaborado foi capaz de prever de maneira satisfatória a destruição térmica dos microorganismos.

## 6. RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

O experimento aqui exposto pode ser aperfeiçoado incluindo-se nele uma análise sensorial de diferença de controle, de forma que com esta análise seja capaz de identificar as vantagens organolépticas sobre o produto, quando este é esterilizado em menos tempo.

Além do modelo de destruição térmica de microorganismos, a equação de Arrhenius pode ser adotada para modelar a destruição protéica do conteúdo e, dessa forma, alinhar os dois modelos em busca de um ponto ideal para a esterilização.

O sistema de medição pode ser aperfeiçoado, adotando fios de revestimento PFA da Neoflon ou, até mesmo usando sensores do tipo Wireless. Nessa mesma linha pode-se expandir o trabalho da calibração dos sensores, incluindo a incerteza da medição no polinômio de calibração dos sensores de temperatura. Dando prosseguimento a propagação da incerteza no cálculo da letalidade pela equação de Arrhenius.

No que concerne aos parâmetros  $\Delta E$  e  $k_0$ , devem ser analisados, com um maior número de esterilizações, os valores para essas constantes. De forma análoga pode ser encontrado estes parâmetros para os microorganismos *Clostridium sporogenes* (PA3679). Em um momento posterior, de posse dessas informações, podem ser feitas comparações entre a resposta do modelo de Arrhenius e outros modelos adotados para o cálculo de letalidade.

Para sistemas industriais, pode-se desenvolver um simulador, que estime a temperatura no ponto frio da lata e determine, neste ponto, o nível de garantia da esterilização. Tal sistema auxiliará a tomada de decisões, do operador do processo de esterilização, em caso de variação de temperatura ou interrupção não programada, evitando assim perdas na produção.