

ESTUDO DA ESTERILIZAÇÃO NUMA AUTOCLAVE VERTICAL  
MODIFICADA PARA O TERMOPROCESSAMENTO DE BOLSAS  
FLEXÍVEIS

Claudio Cardelli Freire

42/92

FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS

ESTUDO DA ESTERILIZAÇÃO NUMA AUTOCLAVE VERTICAL MODIFICADA PARA  
O TERMOPROCESSAMENTO DE BOLSAS FLEXÍVEIS

Claudio Cardelli Freire

Licenciado en Tecnología Industrial  
de los Alimentos.

Parcer ORIENTADOR: Dra. Pilar Rodriguez de Massaquer 1989 -

Campinas, Dezembro de 1992.

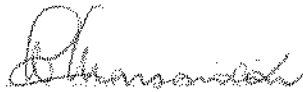
*este exemplar corresponde a redação final da tese  
lecionada por Claudio Cardelli Freire e aprovada  
pela Comissão Julgadora em 16.12.92*

Tese apresentada à Faculdade de  
Engenharia de Alimentos da Universidade  
Estadual de Campinas para a obtenção do  
grau de Mestre em Engenharia de  
Alimentos.

BANCA EXAMINADORA




Profa. Dra. Pilar Rodriguez de Massaguer  
(orientadora)



Prof. Dr. Antonio Marsaioli Júnior  
(membro)



Prof. Dr. José de Assis Fonseca Faria  
(membro)



Prof. Dr. Kil Jin Park  
(membro)

Campinas (SP), 16 de Dezembro de 1992.

*A Buenos Aires*

*a meus pais*

*a Denise*



## AGRADECIMENTOS

- À Profa. Dra. Pilar Rodriguez de Massaguer pela orientação, apoio e incentivo em todas as etapas deste trabalho.
- Aos Professores Doutores: José de Assis Fonseca Faria, Antonio Marsaioli Júnior e Kil Jin Park pelas sugestões e recomendações nas distintas etapas do trabalho.
- Ao Eng<sup>o</sup>. Silvyo Alves Ortiz, do Centro de Tecnologia de Embalagem e Acondicionamento de Alimentos do ITAL, pelo incentivo e recomendações em relação aos ensaios de desempenho do material de embalagem.
- Ao pessoal do "Centro de Tecnologia da UNICAMP", pelo apoio recebido durante a montagem dos equipamentos.
- Ao Prof. Dr. Enrique Ortega, pela amizade e ajuda recebida na programação e aquisição de dados por computador.
- Ao Prof. Dr. Irvin Pflug, da Universidade de Minnesota, pela ajuda e valiosos comentários na interpretação de resultados.
- Ao Prof. Dr. Marvin Tung, da Universidade de Nova Scotia, pelas recomendações em relação aos ensaios de distribuição de calor.
- Ao Prof. Dr. José Carvalho pelo auxílio na análise estatística dos resultados.
- Ao Prof. Dr. Salvador Massaguer, pela amizade e o apoio durante a arte final deste trabalho.
- A firma TOGA S.A. pelo apoio fornecido, sem o qual este trabalho não teria sido possível de se realizar.

- À CAPES, CNPQ, FAEP e FAPESP, pelo apoio financeiro.
- À ABIA pelas cópias xerox e capas da tese.
- Um agradecimento especial ao Sr. Héctor Aguilera Gonthier pela amizade, alegria e a "adrenalina" injetada em nosso trabalho.
- Aos meus colegas do Laboratório de Microbiologia pela amizade e "paciência".
- Aos meus amigos Marcelo Muscará e Pedro Oliva Netto, por ter contribuído ao meu crescimento humano através de uma fiel amizade.
- Aos meus pais, agradezo especialmente pela educação transmitida, baseada no trabalho e respeito ao próximo.

## ÍNDICE GERAL

ÍNDICE GERAL .....	i
ÍNDICE DE TABELAS.....	vii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xii
NOMENCLATURA .....	xxii
RESUMO.....	xxv
ABSTRACT.....	xxvii
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	6
2.1. Parâmetros críticos do processamento térmico de bolsas esterilizáveis.....	6
2.2. Autoclaves utilizadas para o processamento de bolsas esterilizáveis.....	7
2.3. Limitações nas taxas de aquecimento impostas pelo coeficiente de transferência de calor superficial.....	17
2.4. Meios de aquecimento para a esterilização de bolsas contendo alimentos.....	18
2.4.1. Vapor saturado.....	18
2.4.2. Misturas de vapor e ar.....	21
2.4.3. Água quente com sobrepresão de ar.....	28
2.4.4. Distribuição de calor para vapor puro, misturas de vapor e ar, e água quente com sobrepresão.....	32
2.5. Influência da quantidade de ar residual dentro das bolsas esterilizáveis sobre a resistência das embalagens pós-processo e a penetração de calor.....	36

2.5.1. Expansão da bolsa durante a esterilização.....	36
2.5.2. Influência da quantidade de ar residual sobre a integridade das embalagens pós-processo.....	41
2.5.3. Influência da quantidade de ar residual sobre a penetração de calor em bolsas esterilizáveis.....	43
3. MATERIAL E METODOS.....	45
3.1. Modificação do sistema de processamento térmico.....	45
3.1.1. Descrição das instalações originais.....	45
3.1.1.1. Autoclave vertical.....	46
3.1.1.2. Conjunto de válvulas pneumáticas.....	48
3.1.1.3. Controlador e registrador de pressão e temperatura do sistema de processamento térmico.....	50
3.1.1.4. Painel de programação.....	51
3.1.2. Descrição das modificações realizadas.....	51
3.1.2.1. Modificações na linha de suprimento de ar.....	53
3.1.2.2. Instalação do indicador de nível de líquido e do desaerador manual.....	54
3.1.2.3. Construção das prateleiras de suporte para as bolsas.....	54
3.2. Construção dos blocos simuladores.....	58
3.3. Meios de aquecimento utilizados.....	58
3.4. Programação dos processos térmicos.....	59
3.4.1. Programação para vapor puro.....	61
3.4.2. Programação para misturas de vapor e ar.....	62
3.4.3. Programação para água quente com sobrepressão de ar.....	63

3.5. Aquisição dos dados de tempo e temperatura.....	64
3.6. Ensaio de distribuição de calor na autoclave modificada.....	67
3.6.1. Tratamento dos dados experimentais dos ensaio de distribuição de calor.....	70
3.6.1.1. Tratamento dos dados da etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor.....	71
3.6.1.2. Tratamento dos dados da etapa de resfriamento dos ensaios de distribuição de calor.....	73
3.7. Ensaio de penetração de calor em blocos simuladores.....	73
3.7.1. Tratamento dos dados experimentais dos ensaio de penetração de calor em blocos simuladores.....	78
3.7.1.1. Tratamento dos dados de aquecimento dos ensaio de penetração de calor em blocos simuladores.....	78
3.7.1.2. Tratamento dos dados de resfriamento dos ensaio de penetração de calor em blocos simuladores.....	81
3.8. Ensaio em bolsas esterilizáveis.....	82
3.8.1. Efeito do volume de ar residual e do processamento térmico sobre o desempenho do material de embalagem.....	88
3.8.1.1. Ensaio preliminares do material de embalagem.....	89
3.8.1.1.1. Caracterização do material de embalagem.....	89
3.8.1.1.2. Seleção das condições de selagem de topo das bolsas.....	90

3.8.1.1.3. Determinação do volume máximo de enchimento das bolsas .....	91
3.8.1.1.4. Determinação do volume crítico das bolsas .....	92
3.8.1.1.5. Cálculo do volume máximo de ar permissível para manter a integridade das bolsas no fim do aquecimento a ao suspender a sobrepressão no resfriamento .....	94
3.8.1.2. Ensaios de desempenho do material de embalagem antes e depois de um tratamento térmico .....	95
3.8.1.2.1. Exame das soldas das bolsas segundo os critérios da "Food and Drug Administration" .....	96
3.8.1.2.1.1. Aparência visual das soldas das bolsas .....	96
3.8.1.2.1.2. Determinação da resistência da embalagem à pressão interna .....	96
3.8.1.2.1.3. Determinação da presença de fusão na região de solda das bolsas .....	97
3.8.1.2.1.4. Determinação da resistência à tração das soldas das bolsas .....	98
3.8.1.2.2. Aparência visual da superfície das bolsas .....	99
3.8.2. Ensaios de penetração de calor em bolsas esterilizáveis .....	99
3.8.2.1. Tratamento dos dados experimentais dos ensaios de penetração de calor em bolsas .....	103
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	105
4.1. Ensaios de distribuição de calor na autoclave modificada .....	105

4.1.1. Etapa de aquecimento nos ensaios de distribuição de calor .....	105
4.1.1.1. Etapa de subida da temperatura nos ensaios de distribuição de calor .....	121
4.1.1.2. Etapa de manutenção da temperatura nos ensaios de distribuição de calor .....	127
4.1.2. Etapa de resfriamento nos ensaios de distribuição de calor .....	140
4.2. Ensaios de penetração de calor em blocos simuladores .....	162
4.2.1. Etapa de aquecimento nos ensaios de penetração de calor em blocos simuladores .....	171
4.2.2. Etapa de resfriamento nos ensaios de penetração de calor em blocos simuladores .....	183
4.3. Ensaios de desempenho do material de embalagem .....	202
4.3.1. Ensaios preliminares do material de embalagem .....	202
4.3.1.1. Caracterização do material de embalagem .....	202
4.3.1.2. Seleção das condições de selagem de topo das bolsas .....	206
4.3.1.3. Determinação do volume máximo de enchimento das bolsas .....	207
4.3.1.4. Determinação do volume crítico das bolsas e cálculo do volume máximo de ar permitido para conservar sua integridade .....	207
4.3.2. Ensaios de desempenho do material de embalagem antes e depois de um tratamento térmico .....	210
4.3.2.1. Exame das soldas das bolsas segundo os critérios da "Food & Drug Administration" .....	213
4.3.2.1.1. Aparência visual das soldas das bolsas .....	213

4.3.2.1.2. Determinação da resistência da embalagem à pressão interna.....	215
4.3.2.1.3. Determinação da presença de fusão na região de solda das bolsas.....	217
4.3.2.1.4. Determinação da resistência à tração das soldas das bolsas.....	219
4.3.2.2. Aparência visual da superfície das bolsas.....	225
4.3.3. Ensaios de penetração de calor em bolsas esterilizáveis.....	228
4.3.3.1. Etapa de aquecimento dos ensaios de penetração de calor em bolsas.....	231
4.3.3.2. Etapa de resfriamento dos ensaios de penetração de calor em bolsas.....	239
5. CONCLUSSES.....	246
6. BIBLIOGRAFIA.....	250
7. ANEXO DE PROGRAMAS.....	260



## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela : N° :

1. Descrição do conjunto de válvulas pneumáticas.....	49
2. Condições de pressão e temperatura durante o processamento com vapor puro, misturas de vapor/ar e água quente com sobrepressão de ar.....	59
3. Posição dos blocos sobre os quais foram colocados os termopares durante os ensaios de distribuição de calor .....	70
4. Posições estudadas durante os ensaios de penetração de calor em blocos simuladores.....	75
5. Posição, volume de ar injetado, e ensaios realizados sobre bolsas esterilizáveis.....	88
6. Resultados para a etapa de subida de temperatura nos ensaios de distribuição de calor na autoclave modificada.....	122
7. Resultados para a etapa de manutenção da temperatura de processo nos ensaios de distribuição de calor .....	130
8. Resultados para a etapa de resfriamento dos ensaios de distribuição de calor na autoclave modificada.....	158
9. Temperatura média do meio de aquecimento ( $\bar{T}_i$ ) e tempo de subida (TS) nos ensaios de penetração de calor em blocos simuladores a 121 °C.....	171

Tabela N° :

10. "Tempo necessário para atingir $(\bar{T}_1 - 2 \text{ }^\circ\text{C})$ " no centro de blocos simuladores durante os ensaios de penetração de calor (min).....	172
11. Análise de variância do "tempo necessário para atingir $(\bar{T}_1 - 2 \text{ }^\circ\text{C})$ " no centro dos blocos durante os ensaios de penetração de calor.....	173
12. Comparação das médias do "tempo necessário para atingir $(\bar{T}_1 - 2 \text{ }^\circ\text{C})$ " medido em minutos no centro dos blocos simuladores através do "teste da mínima diferença significativa" ( $\alpha = 0,001$ ).....	174
13. Taxas de aquecimento (fh) a $121 \text{ }^\circ\text{C}$ de blocos simuladores processados em vapor puro e mistura com 90 % de vapor (min).....	180
14. Análise de variância para as taxas de aquecimento (fh) a $121 \text{ }^\circ\text{C}$ de blocos simuladores processados em vapor puro e mistura com 90 % de vapor.....	181
15. Fatores de atraso do aquecimento (jh) a $121 \text{ }^\circ\text{C}$ de blocos simuladores processados em vapor puro e mistura com 90 % de vapor.....	182
16. Análise de variância dos fatores de atraso do aquecimento (jh) a $121 \text{ }^\circ\text{C}$ de blocos simuladores processados em vapor puro e mistura com 90 % de vapor.....	183
17. Temperatura inicial dos blocos ( $T_a$ ) e temperatura da água fria entrando na autoclave ( $T_c$ ), durante a etapa de resfriamento dos ensaios de penetração de calor a $121 \text{ }^\circ\text{C}$ .....	184

Tabela N<sup>o</sup> :

18. "Tempo necessário para atingir uma temperatura menor ou igual a ( $\bar{T}_c + 20^{\circ}\text{C}$ )" no centro de blocos simuladores durante o resfriamento dos ensaios de penetração de calor (min).....	186
19. Análise de variância do "tempo necessário para atingir uma temperatura menor ou igual a ( $\bar{T}_c + 20^{\circ}\text{C}$ )" no centro de blocos simuladores durante o resfriamento dos ensaios de penetração de calor.....	187
20. Comparação das médias do "tempo necessário para atingir ( $\bar{T}_c + 20^{\circ}\text{C}$ )" no centro dos blocos simuladores na etapa de resfriamento através do "teste da mínima diferença significativa" ( $\alpha=0,001$ ).....	188
21. Taxas de resfriamento ( $f_c$ ) de blocos simuladores após o processamento a $121^{\circ}\text{C}$ em vapor puro e mistura com 90 % de vapor (min).....	194
22. Análise de variância para as taxas de resfriamento ( $f_c$ ) de blocos simuladores após o processamento a $121^{\circ}\text{C}$ em vapor puro e mistura com 90 % de vapor (min).....	195
23. Comparação das médias das taxas de resfriamento de blocos simuladores processados a $121^{\circ}\text{C}$ em vapor puro e mistura com 90 % de vapor através do "teste da mínima diferença significativa" ( $\alpha= 0.05$ ).....	196
24. Fatores de atraso do resfriamento ( $j_c$ ) a $121^{\circ}\text{C}$ de blocos simuladores processados em vapor puro e mistura com 90 % de vapor.....	198

Tabela N° 1

25. Análise de variância dos fatores de atraso do resfriamento ( $t_c$ ) a 121 °C de blocos simuladores processados em vapor puro e mistura com 90 % de vapor .....	199
26. Comparação das médias dos fatores de atraso do resfriamento de blocos processados a 121 °C em vapor puro e mistura com 90 % de vapor através do "teste da mínima diferença significativa" ( $\alpha= 0,05$ ) .....	200
27. Características estruturais do laminado plástico das bolsas esterilizáveis .....	203
28. Ensaio físicos do laminado plástico das bolsas esterilizáveis .....	204
29. Seleção das condições de termossoldagem do topo das bolsas esterilizáveis .....	206
30. Peso líquido de enchimento, espessura e volume de ar residual da repetição 1 dos ensaios de desempenho do material de embalagem .....	211
31. Peso líquido de enchimento, espessura e volume de ar residual da repetição 2 dos ensaios de desempenho do material de embalagem .....	212
32. Resistência das bolsas esterilizáveis à pressão interna antes e depois do tratamento térmico .....	215
33. Resultados da determinação da presença de fusão na região de solda antes e depois do tratamento térmico das bolsas .....	218

Tabela N<sup>o</sup> :

34. Resistência das soldas à tração depois do tratamento térmico das bolsas.....	221
35. Comparação das médias da resistência à tração das soldas de bolsas vazias sem esterilizar e de bolsas com 1 a 11 mL de ar residual esterilizadas.....	222
36. Condições de processo nos ensaios de penetração de calor em bolsas a 121 °C em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar.....	228
37. Resultados para o aquecimento de bolsas esterilizáveis.....	232
38. Resultados da etapa de resfriamento dos ensaios de penetração de calor em bolsas esterilizáveis.....	240

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura N.º:

1. Sistema de processamento térmico antes das modificações.....	47
2. Sistema de processamento térmico após as modificações.....	52
3a. Prateleira ímpar.....	55
3b. Prateleira par.....	56
4. Conjunto de prateleiras de suporte.....	57
5. Dispositivo de calibração de termopares em vapor puro.....	66
6. Instalação de um termopar sobre uma prateleira para os ensaios de distribuição de calor.....	68
7. Posição dos termopares durante os ensaios de distribuição de calor.....	69
8. Instalação de um termopar em um bloco simulador durante os ensaios de penetração de calor.....	76
9. Posição dos termopares durante os ensaios de penetração de calor em blocos simuladores.....	77
10. Enchimento das bolsas esterilizáveis com suspensão de bentonita.....	84
11. Selaçem de topo das bolsas esterilizáveis.....	86

Figura N<sup>o</sup>:

12. Dispositivo de confinamento utilizado para determinar o volume crítico das bolsas esterilizáveis.....	93
13. Instalação do termopar nas bolsas para os ensaios de penetração de calor.....	101
14. Posição dos termopares durante os ensaios de penetração de calor em bolsas esterilizáveis.....	102
15. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em vapor puro a 105 °C (20 kPa).....	106
16. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em vapor puro a 113 °C (57 kPa).....	107
17. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em vapor puro a 121 °C (104 kPa).....	108
18. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar (33 kPa) a 105 °C.....	109
19. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar (75 kPa) a 113 °C.....	110

Figura N<sup>o</sup>:

20. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar (126 kPa) a 121 °C.....	111
21. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 70 % de vapor e 30 % de ar (71 kPa) a 105 °C.....	112
22. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 70 % de vapor e 30 % de ar (125 kPa) a 113 °C.....	113
23. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 70 % de vapor e 30 % de ar (191 kPa) a 121 °C.....	114
24. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em água a 105 °C e baixa sobrepressão (33 kPa).....	115
25. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em água a 113 °C e baixa sobrepressão (75 kPa).....	116
26. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em água a 121 °C e baixa sobrepressão (126 kPa).....	117



Figura N<sup>o</sup>:

27. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em água a 105 °C e alta sobrepressão (71 kPa) .....	118
28. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em água a 113 °C e alta sobrepressão (125kPa) .....	119
29. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em água a 121 °C e alta sobrepressão (191 kPa) .....	120
30. Comparação dos resultados para a etapa de subida de temperaturas dos ensaios de distribuição de calor a 105 °C .....	123
31. Comparação dos resultados para a etapa de subida de temperaturas dos ensaios de distribuição de calor a 113 °C .....	124
32. Comparação dos resultados para a etapa de subida de temperaturas dos ensaios de distribuição de calor a 121 °C .....	125
33. Diferença global de temperaturas (DGT) para a etapa de manutenção da temperatura de processo nos ensaios de distribuição de calor .....	131
34. Diferença instantânea de temperaturas (DIT) para a etapa de manutenção da temperatura de processo nos ensaios de distribuição de calor .....	132

Figura N°:

35. Diferença global de temperaturas menos a diferença instantânea de temperaturas (DGT - DIT) para a etapa de manutenção da temperatura de processo nos ensaios de distribuição de calor.....	133
36. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a pressão atmosférica dos ensaios de distribuição de calor em vapor puro a 105 °C.....	141
37. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a pressão atmosférica dos ensaios de distribuição de calor em vapor puro a 113 °C.....	142
38. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a pressão atmosférica dos ensaios de distribuição de calor em vapor puro a 121 °C.....	143
39. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 33 kPa dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 105 °C.....	144
40. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 75 kPa dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 90 % de Vapor e 10 % de ar a 113°C.....	145
41. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 126 kPa dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C.....	146

Figura N<sup>o</sup>:

42. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 71 kPa dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 70 % de vapor e 30 % de ar a 105 °C.....	147
43. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 125 kPa dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 70 % de vapor e 30 % de ar a 113 °C.....	148
44. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 191 kPa dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 70 % de vapor e 30 % de ar a 121 °C.....	149
45. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 33 kPa dos ensaios de distribuição de calor em água a 105 °C e baixa sobrepressão.....	150
46. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 75 kPa dos ensaios de distribuição de calor em água a 113 °C e baixa sobrepressão.....	151
47. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 126 kPa dos ensaios de distribuição de calor em água a 121 °C e baixa sobrepressão.....	152
48. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 71 kPa dos ensaios de distribuição de calor em água a 105 °C e alta sobrepressão.....	153

Figura N<sup>o</sup>:

49. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 125 kPa dos ensaios de distribuição de calor em água a 113 °C e alta sobrepressão .....	154
50. Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 191 kPa dos ensaios de distribuição de calor em água a 121 °C e alta sobrepressão .....	155
51.a. Comparação do "tempo necessário para que o primeiro ponto atinja 40 °C" (t40) durante o resfriamento dos ensaios de distribuição de calor .....	156
51.b. Comparação do "tempo necessário para que todos os pontos atinjam 40 °C" (tr) durante o resfriamento dos ensaios de distribuição de calor .....	157
52. Curvas de história térmica para o processo de blocos simuladores em vapor puro a 121 °C (repetição 1) .....	163
53. Curvas de história térmica para o processo de blocos simuladores em vapor puro a 121 °C (repetição 2) .....	164
54. Curvas de história térmica para o processo de blocos simuladores em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C (repetição 1) .....	165
55. Curvas de história térmica para o processo de blocos simuladores em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C (repetição 2) .....	166

Figura N°:

56. Curvas de história térmica para o processo de blocos simuladores em água a 121 °C e baixa sobrepressão (126 kPa, repetição 1) .....	167
57. Curvas de história térmica para o processo de blocos simuladores em água a 121 °C e baixa sobrepressão (126 kPa, repetição 2) .....	168
58. Curvas de história térmica para o processo de blocos simuladores em água a 121 °C e alta sobrepressão (191 kPa, repetição 1) .....	169
59. Curvas de história térmica para o processo de blocos simuladores em água a 121 °C e alta sobrepressão (191 kPa, repetição 2) .....	170
60. Curvas semilogarítmicas para o aquecimento de blocos simuladores em vapor puro a 121 °C (repetição 1) .....	175
61. Curvas semilogarítmicas para o aquecimento de blocos simuladores em vapor puro a 121 °C (repetição 2) .....	176
62. Curvas semilogarítmicas para o aquecimento de blocos simuladores em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C (repetição 1) .....	177
63. Curvas semilogarítmicas para o aquecimento de blocos simuladores em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C (repetição 2) .....	178
64. Curvas semilogarítmicas para o resfriamento de blocos simuladores processados em vapor puro a 121 °C (repetição 1) .....	189

Figura N<sup>o</sup>:

65. Curvas semilogarítmicas para o resfriamento de blocos simuladores processados em vapor puro a 121 °C (repetição 2) .....	190
66. Curvas semilogarítmicas para o resfriamento de blocos simuladores processados em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C (repetição 1) .....	191
67. Curvas semilogarítmicas para o resfriamento de blocos simuladores processados em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C (repetição 2) .....	192
68. Dimensões médias das bolsas esterilizáveis .....	205
69. Determinação do volume crítico das bolsas esterilizáveis .....	209
70. Aparência visual das soldas de bolsas esterilizáveis antes e depois do tratamento térmico .....	214
71. Comparação das médias da resistência à tração das soldas de bolsas esterilizáveis antes e depois do tratamento térmico .....	223
72. Aparência visual da superfície das bolsas antes e depois do tratamento térmico .....	226
73. Curvas de história térmica para o processo de bolsas esterilizáveis em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C (repetição 1) .....	229
74. Curvas de história térmica para o processo de bolsas esterilizáveis em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C (repetição 2) .....	230

Figura N<sup>o</sup>:

75. Curvas semilogarítmicas para o aquecimento de bolsas esterilizáveis em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C (repetição 1).....	235
76. Curvas semilogarítmicas para o aquecimento de bolsas esterilizáveis em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C (repetição 2).....	236
77. Médias dos parâmetros do aquecimento de bolsas esterilizáveis em função do volume de ar residual medido a 20 °C e 101 kPa abs.....	237
78. Médias da letalidade integrada (F <sub>0</sub> ) aplicada a bolsas esterilizáveis em função do volume de ar residual medido a 20 °C e 101 kPa abs.....	238
79. Curvas semilogarítmicas para o resfriamento de bolsas esterilizadas em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C (repetição 1).....	243
80. Curvas semilogarítmicas para o resfriamento de bolsas esterilizadas em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C (repetição 2).....	244
81. Médias dos parâmetros do resfriamento de bolsas esterilizáveis em função do volume de ar residual medido a 20 °C e 101 kPa abs.....	245

## NOMENCLATURA

- A = área para a transferência de calor ( $m^2$ ).
- Bi = número de Biot,  $h.L/k$  (adimensional).
- Cp = capacidade calorífica específica ( $J/kg \cdot ^\circ C$ ).
- d = dimensão característica do tubo (m).
- DT = diferença de temperatura entre o meio de aquecimento ou resfriamento e o centro do produto processado ( $^\circ C$ ).
- e = 2.7183... base dos logaritmos naturais (adimensional).
- FC = fator de expansão (adimensional).
- fc = taxa de resfriamento (min).
- fh = taxa de aquecimento (min).
- Fo = letalidade em minutos a  $121^\circ C$  ( $z = 10^\circ C$ ).
- h = coeficiente de transferência de calor superficial ( $W/m^2 \cdot ^\circ C$ ).
- h' = coeficiente de transferência de calor sensível ( $W/m^2 \cdot ^\circ C$ ).
- H = coeficiente global de transferência de calor ( $W/m^2 \cdot ^\circ C$ ).
- Jc = fator de atraso do resfriamento (adimensional).
- Jh = fator de atraso do aquecimento (adimensional).
- k = condutividade térmica ( $W/m \cdot ^\circ C$ ).
- K = coeficiente de transferência da massa ( $m/s$ ).
- L = dimensão principal do objeto aquecido (m).
- m = massa (kg)
- $\dot{m}$  = fluxo de massa ( $kg/s$ ).
- Nemb = número de embalagens (adimensional).
- Nu = número de Nusselt,  $h \cdot d/k$  (adimensional).
- p = pressão absoluta (kPa).
- Pr = número de Prandtl,  $Cp \cdot \mu/k$  (adimensional).
- P1 = pressão programada de processo (kPa abs).



$q$  = taxa de calor transferido (W).  
 $Re$  = número de Reynolds,  $\rho \cdot \bar{v} \cdot d / \mu$  (adimensional).  
scfm = pé cúbico por minuto medido a 20 °C e 101 kPa abs.  
 $t$  = tempo (min).  
 $t_{\text{a}}$  = tempo de aquecimento corrigido pelo tempo de subida (min).  
 $t_{\text{c}}$  = tempo medido durante o resfriamento (min).  
 $t_{\text{p}}$  = tempo de processo (min).  
 $t_{\text{r}}$  = tempo de resfriamento até 40 °C (min).  
 $T$  = temperatura (°C).  
 $T_{\text{a}}$  = temperatura pseudo-inicial do aquecimento (°C).  
 $T_{\text{c}}$  = temperatura de entrada da água de resfriamento (°C).  
 $T_{\text{g}}$  = temperatura inicial do resfriamento (°C).  
 $T_{\text{ga}}$  = temperatura pseudo-inicial do resfriamento (°C).  
 $T_{\text{o}}$  = temperatura inicial do aquecimento (°C).  
 $T_{\text{i}}$  = temperatura de processo (°C).  
 $T_{\text{S}}$  = tempo de subida (min).  
 $V$  = volume total do gas residual dentro da bolsa (mL).  
 $\bar{v}$  = velocidade média do fluido (m/s).  
% U = porcentagem de umidade (p/p).  
VC = volume crítico da bolsa esterilizável (mL).  
VMAP = volume máximo de ar permissível para manter a integridade das bolsas esterilizáveis (mL).  
% Vap = porcentagem de vapor numa mistura com ar (adimensional).  
 $X$  = fração molar na mistura de vapor e ar (adimensional).

## Sub - índices

agua = água.  
alim = alimento.  
ar = ar.  
bent = bentonita.  
cond = vapor d'água condensado.  
emb = embalagem.  
ent = entrada da autoclave.  
lat = latente.  
mist = mistura de vapor e ar.  
nc = não condensável.  
o = condições ambientais.  
vap = vapor d'água.  
saida = saída da autoclave.  
sens = sensível.  
sup = superfície do sólido.  
tot = total.

## Letras gregas

$\alpha$  = nível de significação (adimensional).  
 $\beta_1, \beta_2, \gamma_1, \gamma_2, \delta_1, \delta_2, \delta_3$  = constantes experimentais.  
 $\phi$  = diâmetro (m).  
 $\lambda$  = calor latente de condensação do vapor d'água (J/kg).  
 $\mu$  = viscosidade absoluta d'água (kg/m.s).  
 $\rho$  = densidade (kg/m<sup>3</sup>).  
 $\nu$  = difusividade térmica (m<sup>2</sup>/s).

## RESUMO

Uma autoclave vertical *Dixie* de escala piloto (300 L) foi modificada para permitir o tratamento térmico de bolsas esterilizáveis. As modificações envolveram a instalação de uma linha de injeção de ar na tubulação de entrada de vapor, a construção de 10 prateleiras para o confinamento de até 30 bolsas de 110 x 150 mm (dimensões internas) e 20 mm de espessura máxima, a instalação de um indicador de nível de água e de uma tubulação de desaeração. Para simular bolsas contendo alimentos foram construídos blocos de nylon-6 de 15 x 110 x 150 mm.

Durante a seleção dos meios de aquecimento para bolsas esterilizáveis, foram realizados ensaios de distribuição de calor a 105, 113 e 121 °C na autoclave carregada com 30 blocos simuladores utilizando como meios de aquecimento: vapor puro (meio padrão), misturas vapor/ar com 70 e 90 % de vapor e água aquecida com vapor com uma sobrepressão de ar igual à utilizada para as misturas vapor/ar.

A temperatura de 121 °C permitiu um controle mais estável conduzindo às melhores distribuições de calor. Para esta temperatura o vapor puro apresentou uma excelente distribuição de calor com diferenças de temperatura não maiores que 0,6 °C cumprindo com o sugerido pela "*Food and Drug Administration*", seguido por: mistura com 90 % de vapor, água com sobrepressão a 126 kPa, água com sobrepressão a 191 kPa e mistura com 70 % de vapor. Esta mistura vapor/ar, foi descartada por não ter atingido estabilidade durante o "tempo de processo", com diferenças de temperaturas de até 2 °C e ocorrência de pontos frios na metade superior do conjunto de prateleiras.

A seleção dos meios de aquecimento foi completada com ensaios de penetração de calor a 121 °C em blocos simuladores. A penetração de calor dos blocos, em água com sobrepressão a 126 ou 191 kPa foi muito lenta, decorrente do longo tempo de subida. Isto

impossibilitou o cálculo das taxas e fatores de atraso do aquecimento ( $f_h$  e  $j_h$ , respectivamente). Conseqüentemente, este meio de aquecimento foi descartado para o estudo da penetração de calor em bolsas no sistema modificado.

Não foram detectadas diferenças significativas ( $\alpha = 0.005$ ) nos " $f_h$ ", " $j_h$ ", " $f_e$ " ou " $j_e$ ", de blocos instalados sobre as prateleiras 2 ou 6 processados em vapor puro ou mistura com 90 % de vapor. Conseqüentemente, a mistura com 90 % de vapor foi selecionada como o melhor meio de aquecimento para os experimentos com bolsas esterilizáveis.

Bolsas contendo 160 g de suspensão aquosa de bentonita 10 % (p/p) e de 1 a 33 mL de ar residual foram esterilizadas 15 min a 121 °C em mistura com 90 % de vapor na autoclave modificada. As soldas de fundo e laterais cumpriram com as sugestões da "*Food and Drug Administration*" referentes à integridade, podendo ser consideradas como de "Alto Desempenho". As bolsas com 1 a 11 mL de ar residual apresentaram as seguintes características: melhor aspecto visual, aquecimento e resfriamento mais rápidos com os menores " $f_h$ " e " $f_e$ " e o máximo valor de " $F_0$ ". Porém, quando comparadas com as bolsas contendo de 12 a 33 mL de ar residual estas diferenças não foram significativas ( $\alpha = 0.005$ ).

## ABSTRACT

A Dixie vertical retort (pilot size, 300 L) was modified for retort pouch sterilization. The modification involved the installation of a line to inject air into the steam inlet pipe, the construction of a rack with 10 trays confining up to 30 pouches with 110 x 150 mm (internal dimensions) and allowing up to 20 mm of thickness, the installation of a glass sight tube and one steel pipe for venting. Blocks of nylon-6 with 15 x 110 x 150 mm were constructed simulating retort pouches containing foods.

Heating media for retort pouches were selected through heat distribution tests at 105, 113 and 121 °C in a full retort with 30 simulative blocks heated in the following media: pure steam (as pattern), steam/air mixtures with 70 e 90 % steam and water heated by steam with air overpressure at the same level as steam/air mixtures.

Temperature of 121 °C allowed the most stable control with the best heat distributions. For this temperature pure steam showed an excellent heat distribution with temperature differences no higher than 0.6 °C in agreement with the suggestion of *Food and Drug Administration*, followed by mixture with 90 % steam, water with overpressure at 126 kPa, water with overpressure at 191 kPa and mixture with 70 % steam. This mixture was discarded because it did not achieve stabilization during "processing time", with differences up to 2 °C and cold points in the upper half of the rack.

Heating media selection was completed with heat penetration tests at 121 °C with simulating blocks. Heat penetration in water at 126 and 191 kPa were very slow because of the long come up time, that did not allow the calculation of heating rates and lag factors ( $t_h$  and  $t_j$  respectively). Therefore, water was discarded for further heat penetration tests in retort pouches in the modified retort.

No significant differences ( $\alpha = 0.005$ ) among "fh", "jh", "fc" ou "jc" parameters were detected for simulative blocks processed in pure steam or mixture with 90 % steam on tray 2, or 6. Therefore mixture with 90 % steam were selected as the best heating media for the experiments in retort pouches.

Pouches containing 160 g of bentonite 10 % (w/w) in water and 1 to 33 mL of residual air were sterilized 15 min at 121 °C in mixture with 90 % steam in the modified retort. Lateral and bottom seals have attained the recommendation for integrity of the "Food and Drug Administration" and can be considered as "High Performance" seals. Pouches with 1 to 11 mL of residual air showed the best visual appearance, the fastest heating and cooling with the lower "fh" e "fc" and highest "Fc" value, but if compared against packages with 12 a 33 mL of residual air, these differences were not significatives ( $\alpha = 0.005$ ).

## 1. INTRODUÇÃO

As mudanças de comportamento social da civilização humana tem sido geralmente acompanhadas de alterações nos hábitos alimentares. Dois fatos importantes tem conduzido ao desenvolvimento de novas tecnologias para a preservação de alimentos: as guerras e o crescimento urbano a partir da revolução industrial.

O primeiro livro sobre alimentos enlatados foi publicado na França em 1810 por Nicholas Appert. Este autor ganhou prêmio pelo desenvolvimento de um sistema de conservação de alimentos, destinados à alimentação do exército Napoleônico. Os alimentos foram colocados em garrafas de vidro de boca larga, fechados com tampões de cortiça e aquecidos em água em ebulição (LOPEZ, 1987).

A revolução industrial, iniciada na Inglaterra no século XIX, tem provocado mudanças profundas na estrutura social do mundo, conduzindo à migração da população rural para as regiões urbanas. Estas pessoas, que originalmente produziam e preparavam seus próprios alimentos, passaram a consumir alimentos prontos ou semi-prontos dando impulso a produção de alimentos em conserva.

As técnicas de conservação de alimentos através de calor foram acompanhadas do desenvolvimento de embalagens apropriadas. Em 1823 foi patenteada na Inglaterra a primeira lata de folha-de-flandres, com um orifício no topo e vedada com tampa rosqueada, após o aquecimento em água fervente. Em 1900 a primeira lata "sanitária" com três peças recravadas apareceu no mercado, e somente em 1937 foi desenvolvido o recobrimento eletrolítico da chapa de Ferro com Estanho (LOPEZ, 1987).

Mais recentemente, na década de 1950, o *U.S. Army Research and Development Command Laboratories* e as firmas *Reynolds Metals*

*Co.* e *Continental Can Co.* (EUA) deram impulso ao desenvolvimento e produção de alimentos em bolsas flexíveis esterilizáveis, visando atender uma das exigências da guerra moderna: alimentar de forma ágil e segura grandes contingentes humanos (LAMPI, 1977).

A evolução das bolsas esterilizáveis foi um processo demorado, que exigiu a seleção de materiais para a construção de laminados suficientemente inertes e atóxicos, para permitir a preservação de alimentos por longos períodos de tempo (LONG, 1962). Estes laminados deveriam permitir a termossoldagem para a construção de bolsas, mantendo a hermeticidade após o tratamento térmico por calor úmido a 121 °C durante 20 a 40 min (LAMPI, 1977). A aprovação final das bolsas esterilizáveis, para a conservação de alimentos de baixa acidez, foi concedida somente em 1977 pela "Food and Drug Administration" - FDA (LOPEZ, 1987).

A estrutura do laminado mais difundida até hoje é a de poliéster\ alumínio\ polipropileno. A camada externa de poliéster fornece resistência mecânica a abrasão e flexão, o alumínio atua como barreira a passagem da luz, vapor d'água e oxigênio e o filme interno de polipropileno possui uma boa inércia química perante os alimentos, permitindo obter termossoldagens de excelente resistência mecânica (ORTIZ *et alii*, 1983).

Na atualidade, existe no mercado uma grande variedade de estruturas laminadas e coextrusadas para a construção de bolsas e embalagens semi-rígidas como bandejas e potes. Nestas estruturas, a folha de alumínio é frequentemente substituída por copolímeros de etileno e álcool vinílico (EVOH) ou copolímeros de cloreto de vinilideno (PVDC), com propriedades de alta barreira à passagem de oxigênio e vapor de água.

A FDA impõe regulamentos rígidos em relação aos materiais utilizados para a construção de bolsas esterilizáveis (21 CFR 177.1390. e 177.1395 em JUDGE, 1989) e sugere valores mínimos para



resistência mecânica da embalagem após o tratamento térmico (FDA, 1981).

A principal vantagem em se utilizar bolsas esterilizáveis, é que sua fina espessura propicia um rápido aquecimento e resfriamento, em relação as latas. Isto permite obter uma melhor retenção de nutrientes e de propriedades sensoriais, especialmente para os alimentos que se aquecem por condução (SNYDER & HENDERSON, 1989).

A possibilidade de produzir alimentos de alta qualidade, promoveu a expansão do uso das bolsas esterilizáveis desde o campo militar, onde os EUA são o maior usuário, até a comercialização de alimentos destinados a população civil (CETEA, 1988).

No mercado civil, onde o Japão é o mais importante consumidor, são preferencialmente utilizados dois tamanhos de embalagem: de 125 x 175 mm e de 200 x 250 mm. As bolsas de 125 x 175 mm são utilizadas na conservação de "porções individuais" com até 150 g de alimentos prontos para consumo. As embalagens de 200 por 250 mm são denominadas "institucionais" e empregadas para alimentos semi-prontos utilizados em restaurantes industriais com aproximadamente 1000 g de peso líquido (CETEA, 1988).

As técnicas e equipamentos para o processamento térmico de bolsas esterilizáveis têm evoluído junto com os materiais de embalagem. A FDA estabeleceu regulamentos para processos de esterilização de alimentos de baixa acidez em bolsas utilizando, como meios de aquecimento, água quente com sobrepressão de ar ou misturas de vapor/ar (21 CFR 113.40 em JUDGE, 1989). Estes meios permitem a aplicação de uma pressão acima da pressão de equilíbrio de vapor, evitando a expansão descontrolada dos gases residuais contidos nas embalagens e o conseqüente estouro (TUNG, 1990).

No Brasil, iniciou-se em 1979 o projeto "Processamento de Alimentos em Embalagens Flexíveis Esterilizáveis", desenvolvido no *Centro de Tecnologia de Embalagem de Alimentos* do ITAL (CETEA). Durante este projeto foi estudada a conservação de alimentos considerados de interesse para a indústria nacional: feijão cozido, carne em molho "goulash", ervilhas em salmoura e carne cozida com legumes. Isto, contribuiu para a formação de recursos humanos de alto nível técnico e para o estudo do desempenho de laminados plásticos, nacionais e importados, utilizados na construção de bolsas esterilizáveis.

O CETEA desenvolveu a partir de 1981 o projeto "Processamento de Alimentos Pasteurizados em Embalagens Flexíveis", visando o estudo das propriedades de laminados nacionais para a conservação de cogumelos e concentrados de tomate, processados a menos de 100 °C. Avaliou-se também, o desempenho de bolsas esterilizáveis submetidas ao tratamento térmico, bem como, ensaios de simulação de manuseio e transporte dos laminados nacionais e importados utilizados na conservação de alimentos de alta acidez (ORTIZ, 1986).

Os trabalhos realizados no país tem se direcionado, principalmente, para o desenvolvimento de materiais de embalagem e sua interação com o alimento. No atual estágio de desenvolvimento, seria interessante criar ou adaptar tecnologias, que permitissem à indústria nacional produzir alimentos em bolsas esterilizáveis sem a necessidade de grandes investimentos em equipamentos.

Levando em conta que a maioria dos esterilizadores para bolsas é de custo elevado, este trabalho propõe adaptar uma autoclave similar às encontradas na indústria de enlatados local e estudar os principais problemas, que um fabricante de alimentos enfrentaria ao substituir latas metálicas por bolsas esterilizáveis. Assim, os objetivos específicos deste trabalho são os seguintes:

1. Modificar uma autoclave vertical, originalmente projetada para a esterilização de latas ou frascos de vidro, para permitir o processamento térmico de bolsas esterilizáveis sem prejuízo de suas características originais.
2. Estudar o desempenho de misturas de vapor/ar, e de água quente com sobrepressão de ar, para o processamento de bolsas esterilizáveis na faixa de 105 a 121 °C.
3. Estudar a influência da quantidade de ar residual dentro das bolsas esterilizáveis, sobre a penetração de calor e sobre a resistência do material de embalagem após do processo térmico.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1. Parâmetros críticos do processamento térmico de bolsas esterilizáveis

A esterilização de bolsas contendo alimentos realizada na faixa de temperatura de 100 a 121 °C, reduz consideravelmente a resistência das termosoldagens e favorece a expansão dos gases residuais não condensáveis, o que pode levar ao estouro ou comprometer seriamente a hermeticidade da embalagem.

Um dos princípios básicos dos processos de esterilização comercial de alimentos é poder assegurar uma dose letal mínima, no ponto de aquecimento mais lento de todas as embalagens processadas. A flexibilidade das bolsas esterilizáveis induz a necessidade de controlar a espessura máxima de expansão, para obter um aquecimento reproduzível e previsível. Para isto, as bolsas são confinadas em prateleiras de chapa perfurada permitindo a circulação do meio de aquecimento.

A FDA estabeleceu os parâmetros críticos para o processamento térmico de alimentos em embalagens herméticas, devendo estes ser controlados e registrados a cada batelada (21 CFR 113.40, em JUDGE, 1989), como sendo:

1. Peso líquido de enchimento máximo.
2. Formulação do produto.
3. pH máximo.
4. Porcentagem de sal.
5. Concentração de nitrito (ppm).
6. Atividade de água máxima.
7. Consistência e viscosidade do produto.
8. Se o alimento for particulado, especificar o arranjo das partículas dentro da embalagem.
9. Tamanho das partículas.

10. Para embalagens flexíveis e semi - rígidas: Espessura máxima de expansão permitida.
11. Orientação da embalagem durante o processo (horizontal ou vertical).
12. Para as autoclaves agitadas: Espaço livre mínimo e velocidade das embalagens sobre as trilhas de circulação.
13. Nas autoclaves hidrostáticas: Velocidade do sistema de transporte das embalagens.
14. Para as autoclaves utilizando misturas vapor/ar: Relação de vapor/ar e vazão do meio de aquecimento.

A *FDA* sugere, mas não exige, o controle e registro do volume de gases residuais ocluídos dentro das bolsas (*FDA*, 1981).

Em relação a validação de processos de esterilização de alimentos em bolsas, a *FDA* exige que sejam realizados ensaios de distribuição de calor no meio de aquecimento e de penetração de calor em bolsas com alimentos sob as mesmas condições de processo, que irão ser utilizadas na prática industrial. Estes ensaios devem ser realizados por uma "autoridade em processamento" e os resultados e conclusões devem ser aprovados pela *FDA* antes do produto ser liberado para o consumo, ficando arquivados para consulta a qualquer momento como estabelecido no regulamento 21CFR 113.40 (*JUDGE*, 1989).

## **2.2. Autoclaves utilizadas para o processamento de bolsas esterilizáveis**

As primeiras tentativas em esterilizar bolsas contendo alimentos em vapor puro, mostraram que este meio não é eficiente em evitar a expansão dos gases residuais ocluídos no produto, o que pode produzir vazamento ou estouro das embalagens. Outros

meios de aquecimento, tais como misturas de vapor/ar e água quente com sobrepressão, estão sendo utilizados com sucesso para a esterilização, não somente das bolsas, mas também de outros tipos de embalagens flexíveis tais como garrafas plásticas e bandejas semi-rígidas (TUNG, 1990).

O emprego de misturas de vapor/ar não é recente. PARCELL (1930) relatou a possibilidade de se utilizar este meio de aquecimento para manter uma temperatura uniforme dentro da autoclave, após atingir a "temperatura de processo". Observou-se também, que a quantidade de embalagens a ser processada influencia sobre o "tempo de subida", até atingir a "temperatura de processo". O ar deve ser misturado ao vapor antes de entrar na autoclave, e a circulação do meio de aquecimento é importante para produzir temperaturas uniformes.

Ao longo do texto, serão descritos distintos tipos de autoclaves sob a denominação de "horizontal" ou "vertical", conforme a direção do eixo longitudinal. Com relação ao regime de funcionamento, este pode ser contínuo ou descontínuo e estático ou agitado. Caso não seja mencionado, subentende-se que se trata de uma autoclave estacionária e descontínua.

Os diâmetros das tubulações serão indicados em valores nominais em polegadas.

Todas as pressões serão expressas em valores manométricos. O valor da sobrepressão utilizada durante a esterilização corresponderá à soma das pressões parciais de vapor e ar.

O volume de ar residual e a vazão da mistura de vapor/ar serão referidos sob condições padrão de 20°C e 101 kPa absoluto.

As misturas de vapor/ar serão referidas conforme a concentração de vapor.

Sendo que na maioria das referências bibliográficas são utilizadas unidades inglesas de medida, ao longo da presente revisão serão empregadas estas unidades colocando entre parêntesis o valor equivalente no sistema internacional de medidas. A unidade inglesa "scfm" significa pé cúbico por minuto medido a 20 °C e 101 kPa absolutos, e é utilizada para medir vazões de gases.

O primeiro trabalho de adaptação de uma autoclave para permitir o tratamento térmico de bolsas esterilizáveis foi realizado por PFLUG (1964). Modificou-se uma autoclave vertical (FMC, Automatic Laboratory, FMC Corp., EUA), escala de laboratório, originalmente projetada para a esterilização de latas ou frascos de vidro. Este equipamento possuía controles independentes de pressão e temperatura. O controle de temperatura (Honeywell) operava proporcionalmente sobre a válvula de entrada de vapor. A pressão era mantida, introduzindo quantidades constantes de ar através do topo ou do fundo da autoclave (vazão não medida). Controladores independentes operavam proporcionalmente sobre as válvulas pneumáticas de entrada de ar e de alívio de pressão. Quando utilizadas misturas de vapor/ar, o ar era introduzido junto ao vapor através do distribuidor de vapor no fundo da autoclave. Nos processos sob água, o ar para sobrepressão era introduzido pelo topo da autoclave e o ar para agitação era injetado pelo fundo, junto ao vapor de aquecimento. Estes processos foram iniciados com água a temperatura ambiente ou pré-aquecida a aproximadamente 100 °C. As bolsas foram confinadas verticalmente num suporte de alumínio para evitar a movimentação e expansão excessiva. Este suporte foi construído de chapa maciça de alumínio, alternando separações de 6,4 mm e 19,0 mm e colocando as bolsas nos espaços de 19,0 mm. Foram realizados ensaios de penetração de calor a 116 °C, em bolsas construídas com plástico (Mylar) contendo água ou bentonita 5 % (p/p) em água, utilizando como meios de aquecimento: misturas vapor/ar com 90 ou 75 % de vapor e água quente a 23 psi (158 kPa). Também foram processadas amoras em calda a 77, 82 e 88 °C.

PFLUG & BORRERO (1967) modificaram uma autoclave vertical industrial para permitir a utilização de misturas de vapor/ar e água quente com sobrepressão de ar. Esta autoclave possuía diâmetro de 1 m e altura de 2.1 m, com capacidade para 3 cestas com latas e suprimento de vapor de 110 psi (758 kPa) e de água a 65 psi (448 kPa). Basicamente, o funcionamento foi similar ao detalhado por PFLUG (1964) com algumas melhoras. O sistema original de controle de temperatura utilizava um sensor, constituído por um tubo fechado com éter e um controlador com resposta proporcional (Foxboro Dual Mod. 40), operando sobre uma válvula de entrada de vapor de 1 e 1/2 pol. Este sistema foi melhorado pela instalação de uma válvula de entrada de vapor (3/4 pol) operada pneumáticamente por um controlador proporcional independente (Honeywell) utilizando como sensor um termopar e permitindo um controle mais preciso da temperatura após o tempo de subida, sem as flutuações (ondas) comumente produzidas pelos sistemas utilizando éter. O sistema de controle de pressão (Foxboro), atuou somente na válvula de alívio de pressão. A vazão de ar na entrada da autoclave foi medida através de um rotâmetro de ampla escala (5-100 scfm). Dois tipos de distribuidores de vapor foram utilizados, o primeiro com forma de cruz e o segundo com forma de anel, sendo ambos situados no fundo da autoclave. As misturas vapor/ar, foram recirculadas através de uma bomba (Roots-Connersville 47XA rotary positive gas pump). A autoclave foi preenchida com 1400 latas ( $\phi = 81$  mm, altura = 111 mm) contendo água, e desenvolvidos estudos de distribuição e penetração de calor em: vapor saturado, misturas de vapor/ar com 75 e 90 % de vapor e água a 116 °C/23 psi (158 kPa).

PFLUG & BORRERO (1967) modificaram também uma autoclave horizontal industrial de 1 m de diâmetro x 2.1 m de comprimento com capacidade para 2 cestas com latas. A pressão do suprimento de vapor foi de 90 psi (620 kPa) e a pressão de alimentação da água foi de 50 psi (344 kPa). O funcionamento foi semelhante ao relatado pelos mesmos autores para uma autoclave vertical. O



sistema de desaeração original, com uma válvula pneumática de 2 pol e outra manual de 1 pol. foi complementado com uma válvula pneumática de 3/4 pol permitindo um controle mais ajustado da pressão. O sistema de controle de temperatura original foi melhorado pela instalação de uma válvula pneumática proporcional de 3/4 pol, com um termopar como sensor de temperatura. Os meios de aquecimento ensaiados a 116 °C foram: vapor saturado, misturas de vapor/ar com 90 e 75 % de vapor e água pressurizada a 18 psi (124 kPa) aquecida com vapor. Para agitação foram utilizadas vazões de ar de 10, 20, 30 scfm, correspondente a 0.28; 0.57 e 0.85 m<sup>3</sup>/min, respectivamente.

YAMANO & KOMATSU (1969) adaptaram uma autoclave vertical de escala piloto (diâmetro: 40 cm, altura: 90 cm) para a esterilização de bolsas com misturas de vapor/ar ou água quente com sobrepressão de ar. Os controles de pressão e temperatura (*Shimatzu*) foram independentes, sendo acionados de forma pneumática sobre a válvula de alívio da pressão ou de entrada do vapor, respectivamente. Isto permitiu manter a pressão dentro de  $\pm$  0.7 psi (4.9 kPa) e a temperatura na faixa de  $\pm$  0.5 °C. O ar proveniente do compressor foi misturado ao vapor e injetado na autoclave, através de um distribuidor tubular em forma de espiral. Quando o meio de aquecimento foi água aquecida por vapor, todo ar para sobrepressão foi injetado junto ao vapor. A pressão máxima de uso na autoclave foi de 28 psi (193 kPa), enquanto que nas linhas de suprimento de vapor ou de ar a pressão foi de 43 psi (296 kPa) e 71 psi (489 kPa), respectivamente. Foram utilizadas bolsas de 135 x 200 mm, confinadas numa prateleira construída com chapa de alumínio de 1,5 mm de espessura e furos de 5 mm de diâmetro, com capacidade de até 120 embalagens com 30 mm de espessura máxima.

YAMAGUCHI (1979) descreveu as autoclaves horizontais de fabricação japonesa (*Toyo Seikan Kaisha Inc.*, Japão). Estas operavam com misturas de vapor/ar nas faixas de 60 - 85 % de vapor e temperaturas de até 135 °C. O ar foi misturado ao vapor antes de

ser injetado no fundo da autoclave, existindo um tanque pulmão de ar e um outro de vapor para evitar oscilações na vazão durante o aquecimento. Todas as operações foram programadas e controladas através de válvulas pneumáticas. As bolsas foram confinadas horizontalmente em prateleiras de chapa perfurada.

TUNG (1980) modificou uma autoclave vertical de escala laboratorial para permitir o aquecimento com misturas de vapor/ar. Basicamente, o sistema adotado foi similar ao descrito por PFLUG & BORRERO (1967) com algumas diferenças nos controles de temperatura e pressão executados por um equipamento de resposta proporcional *Taylor Fulscope Temperature - Pressure Controller*. O sistema de controle de temperatura possuía como sensor uma termoresistência (RTD) o que permitia um controle muito mais estável e repetitivo, quando comparados aos sistemas de tubos fechados com éter (PFLUG, 1964) ou termopares (PFLUG & BORRERO, 1967). O controle de pressão foi operado de forma simultânea sobre uma válvula de alívio e uma outra de entrada de ar, conectada em paralelo com a saída de um rotâmetro. Desta forma, uma vazão constante de ar circulava através do rotâmetro sendo injetado junto ao vapor, compondo a mistura vapor/ar desejada e saindo pela válvula de alívio. A válvula pneumática de entrada de ar somente se abria para auxiliar o rotâmetro, perante uma queda muito acentuada da pressão, observada geralmente no começo do resfriamento. As misturas de vapor/ar foram injetadas em forma ascendente, através de um distribuidor em forma de cruz no fundo da autoclave, ou descendente, por meio de um anel perfurado no topo da autoclave. As modificações incluíram a construção de duas prateleiras de alumínio para o confinamento das embalagens: uma vertical, com chapas lisas similar à descrita por PFLUG (1964), e outra horizontal, com chapas furadas deixando 57 % de área livre para a passagem da mistura vapor/ar.

PETERSON & ADAMS (1983) construíram uma autoclave, escala de laboratório, com capacidade para 8 bolsas de tamanho institucional (304,8 x 381,0 x 25,4 mm), utilizando como meios de aquecimento misturas de vapor/ar ou água quente com sobrepressão de ar. O controle de temperatura foi realizado através de um sistema de resposta proporcional ou integral, com um sensor tubular contendo mercúrio. As bolsas foram confinadas horizontalmente sobre 4 prateleiras, empilhadas uma acima das outras, construídas de aço inoxidável, com 1,6 mm de espessura e 40 % de área aberta para a passagem da água. A espessura máxima permitida pela prateleira foi de 25,4 mm e a separação para a circulação de água entre elas foi de 15,9 mm. Nesta autoclave foram realizados ensaios a 121 °C com 25 psi (172 kPa) de sobrepressão e distintas vazões de água. Esta autoclave foi também utilizada por ADAMS *et alii* (1983) com mistura com 80 % de vapor e 20 % de ar.

ORTIZ *et alii* (1983) e ORTIZ (1986) descreveram o funcionamento de uma autoclave horizontal construída no Brasil pela indústria Lutz Ferrando - Ótica e Instrumental Científico S/A. projetada e instalada no CETEA. Este equipamento utilizou água quente com sobrepressão de ar. A água foi pré-aquecida num tanque secundário e injetada no tanque contendo até 150 bolsas de 130 x 170 mm, confinadas horizontalmente entre prateleiras de aço inoxidável perfurado, permitindo uma expansão máxima das embalagens de 20 mm. O equipamento possuía um circuito fechado para recirculação de água, e sistemas de controle e registro de pressão e temperatura independentes. Estes pesquisadores relataram o emprego de uma pressão parcial de ar comprimido de 7,5 psi (50 kPa) para uma temperatura de processo de 100 °C .

TUNG *et alii* (1984) realizaram experimentos numa autoclave horizontal (J. Lagarde, Montelimar, França), de escala piloto (diâmetro: 1,28 m e comprimento 1,12 m) utilizando vapor saturado e misturas de vapor/ar. Este equipamento possuía uma turbina no fundo (3 kW), mantendo o meio de aquecimento em constante

circulação, com um padrão de fluxo horizontal para aumentar a homogeneidade da temperatura. A pressão e temperatura foram controladas independentemente por sistemas pneumáticos. As etapas de processo do equipamento podiam ser operadas manualmente ou programadas em cartões perfurados. Estes pesquisadores realizaram ensaios de distribuição de calor e de penetração de calor em blocos de *nylon* ou borracha de silicone, que simulavam bolsas esterilizáveis contendo alimentos condutivos. Os ensaios foram realizados nas temperaturas de 105 e 120 °C, utilizando misturas vapor/ar com concentrações de vapor de 50 a 100 %.

MC GINNIS (1986) estudou o desempenho de uma autoclave piloto FMC 500 W (FMC Convenience Food Sterilizer, FMC Corp., EUA), utilizando água com sobrepressão a 120 °C como meio de aquecimento. Bolsas esterilizáveis contendo 230 g de bentonita 10 % (p/p) em água, foram confinadas numa prateleira de chapa maciça de alumínio, com 7 bandejas (1,2 m x 0,41 m) com capacidade total de 420 bolsas. As bandejas foram montadas num carro, deixando espaços entre cada uma delas para permitir a circulação da água. A água era recolhida na base da autoclave, ajustada sua temperatura pela injeção de vapor, e re-injetada por cima da prateleira superior descendo por gravidade e circulando ao longo das bandejas horizontais.

EISNER (1988) descreveu o funcionamento das autoclaves rotativas *Stock Rotomat* (Hermann Stock Maschinenfabrik, Alemanha). Estas utilizavam água com sobrepressão na faixa de 100 - 130 °C. As bolsas foram confinadas em prateleiras de chapa perfurada de aço inoxidável, moldadas de acordo com o formato de expansão máxima permitida. As prateleiras foram empilhadas uma acima das outras dentro de uma cesta quadrada, no interior do "tanque de trabalho". A água era pré-aquecida num segundo tanque "de estocagem" e bombeada ao tanque de trabalho. O aquecimento das bolsas foi realizado a baixa rotação com re-circulação da água desde o fundo até o topo do tanque de trabalho, ajustando sua

temperatura pela injeção de vapor. O equipamento podia ser operado manualmente ou pela programação das etapas do processo, através de cartões perfurados.

ADAMS & HARDT-ENGLISH (1990) descreveram as autoclaves horizontais marca *Steriflow* (*Barriquand*, França), onde água era pulverizada sobre as embalagens a uma temperatura de trabalho de 100 a 145 °C, e aplicada sob pressão de ar. A carcaça de aço inoxidável (0,9 a 2,3 m de diâmetro e de 1 a 30 m de comprimento) podia conter até 10 cestas, operando em forma estática ou rotativa. As embalagens eram colocadas em suportes adequados dentro das cestas. Um volume de água de aproximadamente 100 L/cesta, era recirculado a razão de 38 m<sup>3</sup>/h por cesta num circuito fechado, ajustando-se a temperatura através de um trocador de calor externo à autoclave. O sensor para o controle de temperaturas e o termômetro de mercúrio foram instalados, respectivamente, na saída e entrada do trocador de calor. Todas as etapas de processo foram programadas e controladas por meio de um microprocessador.

HALEY (1991) apresentou o funcionamento de uma autoclave rotativa de escala piloto marca *ALLPAX* (*ALLPAX Products Inc.*, USA), na esterilização de bolsas contendo alimentos. Este equipamento trabalhava com água quente com sobrepresão de vapor, nas faixas de 100 - 130 °C e de 0 - 35 psi (0 - 241 kPa). O funcionamento foi semelhante ao da autoclave *Stock Rotomat*, mas o controle e a programação do processo foi do tipo interativo através de um microcomputador PC. As bolsas eram colocadas em bandejas de confinamento e processadas em forma estática, na posição vertical.

Na literatura existem referências sobre o emprego de autoclaves contínuas hidrostáticas para a esterilização de bolsas contendo alimentos. No Japão a indústria *House Foods Inc.* possui uma autoclave capaz de esterilizar até 500.000 bolsas/dia. Nos

EUA a *Stork Food Machinery Inc.* produz o *Hidrostatic Stork Lave*, que pode esterilizar bolsas confinadas na posição horizontal, com um consumo de vapor até 30 % menor que o empregado numa autoclave descontínua. Outras autoclaves hidrostáticas contínuas que podem esterilizar bolsas com alimentos são o *Carvallo Hidrostatic Sterilizer*, o *Hydropack* e o *Vaporpack* da *FMC Corp.* (LOPEZ, 1987).

Com relação às autoclaves contínuas agitadas, a *Rexham Hydrolock Sterilizer* (*Rexham Corp.*, E.U.A.) permite o processamento de bolsas esterilizáveis sob água com sobrepressão, a uma velocidade de 240 bolsas/ min (LOPEZ, 1987).

### 2.3. Limitações nas taxas de aquecimento de bolsas esterilizáveis impostas pelo coeficiente de transferência de calor superficial

Um meio de aquecimento apropriado para a esterilização de alimentos, deve entregar calor na superfície do produto a uma taxa suficientemente alta, para que a velocidade de aquecimento no ponto de aquecimento mais lento (centro térmico) dependa apenas das propriedades térmicas, tamanho e forma do alimento.

Esta situação é comum para alimentos enlatados processados em vapor puro, mas é possível que quando se utiliza água com sobrepressão ou misturas vapor/ ar, o coeficiente de transferência de calor seja um fator limitante. Para cada combinação embalagem - alimento, existe um coeficiente de transferência de calor mínimo limitante ("h<sub>lim</sub>), por baixo do qual a transferência de calor para o alimento começa a ser prejudicada, conduzindo a um aumento no parâmetro de aquecimento "f<sub>h</sub>" (taxa de aquecimento), medido no ponto de aquecimento mais lento do produto.

Considerando que a variabilidade experimental observada no "f<sub>h</sub>" de bolsas contendo alimentos pode ser maior que  $\pm 10\%$ , TUNG *et alii* (1989) propuseram o cálculo do "h" limitante ("h<sub>lim</sub>") que provocaria um aumento de 5% no "f<sub>h</sub>" determinado num meio com alta transferência de calor superficial (vapor puro). Os mesmos autores apresentaram valores de "h<sub>lim</sub>" para alimentos que se aquecem por condução em bolsas esterilizáveis com espessura de 5 a 60 mm. A seleção de meios de aquecimento com coeficientes de transferência de calor maiores que o "h<sub>lim</sub>" representa uma prática segura para evitar problemas de subprocessamento ocasionados por uma baixa transferência de calor na superfície de bolsas esterilizáveis.

## 2.4. Meios de aquecimento para a esterilização de bolsas contendo alimentos

Vapor saturado puro seria o meio de aquecimento ideal para o processamento de bolsas esterilizáveis, se todos os gases não condensáveis pudessem ser removidos do interior da embalagem, antes do seu fechamento hermético. Como isto não é possível, e devido a natureza flexível das bolsas esterilizáveis, é necessária a aplicação de uma sobrepressão de ar além da pressão do vapor para controlar a expansão dos gases residuais. Dois métodos convencionais para o termoprocessamento de bolsas contendo alimentos são utilizados: processamento sob água com sobrepressão de ar ou esterilização em mistura de vapor/ar (PFLUG *et alii*, 1963).

### 2.4.1. Vapor saturado

O vapor geralmente utilizado na esterilização de alimentos é vapor saturado com até 10 % de água na forma de pequenas gotas de líquido em equilíbrio com a fase vapor.

A regra das fases de Gibbs (Eq. 1) permite calcular o número de graus de liberdade do sistema como sendo igual a 1, pois o número de componentes é 1 (água) e o número de fases é 2 (líquido + vapor). Isto significa que para cada temperatura de processo (T1) corresponde uma única pressão de vapor ( $p_{vap}$ ) e vice-versa. Por este motivo é que quando se utiliza vapor puro, o controle pode ser feito sobre a temperatura ou sobre a pressão.

$$\text{Graus de Liberdade} = \text{Num. Componentes} - \text{Num. Fases} + 2 \quad (1)$$



Para o aquecimento de uma embalagem contendo alimentos, pode ser assumido, que a quantidade de calor por unidade de tempo cedido pela condensação do vapor sobre a superfície da embalagem ( $\dot{q}_{vap}$ ) é transferido completamente para o alimento ( $\dot{q}_{alim}$ ), sem se observar perdas.

$$\left[ \begin{array}{c} \text{Taxa de Calor} \\ \text{Entregue pelo} \\ \text{Vapor para o} \\ \text{Alimento} \end{array} \right] = \left[ \begin{array}{c} \text{Taxa de Calor} \\ \text{Acumulado} \\ \text{pelo} \\ \text{Alimento} \end{array} \right] \quad (2)$$

$$\dot{q}_{vap} = \dot{q}_{alim} \quad (3)$$

$$\dot{q}_{vap} = \dot{m}_{cond} \cdot \lambda_{T1} \quad (4)$$

O coeficiente de transferência de calor superficial (h), desde o vapor com temperatura de processo T1, até a superfície da embalagem à temperatura Tsup, pode ser calculado como indicado na Eq. (5):

$$h = \frac{\dot{q}_{vap}}{A_{emb} \cdot (T1 - T_{sup})} \quad (5)$$

Durante a esterilização de alimentos, o sistema de controle de temperatura é o responsável pela injeção de uma vazão mássica de vapor condensante ( $\dot{m}_{cond}$ ) suficiente para manter  $T_1$  no valor programado.

O "h" sobre a superfície das embalagens é suficientemente grande, podendo atingir um número de Biot  $\gg 10$  sem ser afetado significativamente, pela velocidade de circulação do vapor. Dessa forma, a medida da vazão de vapor injetada na autoclave não é necessária (BALL & OLSON, 1957).

A magnitude do "h" depende do mecanismo de condensação que o vapor apresenta sobre a superfície em aquecimento.

Durante o aquecimento com vapor saturado ou suas misturas com ar, dois mecanismos de condensação são geralmente observados: "condensação pelicular" ou "condensação com formação de gotas".

A "condensação pelicular" acontece quando vapor livre de impurezas condensa sobre superfícies limpas, formando uma película de líquido que cobre a superfície e acrescenta uma resistência à transferência de calor. A presença de gases não condensáveis e a rugosidade desta superfície não impedem que o fenômeno aconteça.

NUSSELT (1916) deduziu equações teóricas para o cálculo do "h" médio desde vapor saturado até uma superfície, assumindo que o calor é transferido por condução através da película de condensado. Neste modelo o "h" foi considerado como uma função das propriedades do líquido condensado (condutividade térmica, viscosidade e densidade) e da diferença de temperaturas entre a massa de vapor e a superfície do sólido. O "h" assim deduzido depende da temperatura e independe da velocidade do vapor sobre a superfície.

A "condensação com formação de gotas" acontece quando a superfície do sólido, sobre a qual o vapor condensa, está contaminada com um promotor adequado. Se este contaminante aumenta a tensão interfacial entre a superfície e o líquido condensado, ocorre formação de gotas que deslizam para fora da superfície. Desta forma, a superfície fica mais exposta ao vapor condensante, conduzindo a "h" mais altos que na condensação pelicular.

De uma forma geral, para embalagens como bolsas esterilizáveis e frascos de vidro se espera uma condensação pelicular, enquanto que para latas a condensação com formação de gotas é favorecida pela presença de óleo utilizado durante sua fabricação.

BALL & OLSON (1957) relataram "h" para vapor saturado de 3860 até 36900 W/m<sup>2</sup>.°C para a condensação pelicular, e de 22700 até 96600 W/m<sup>2</sup>.°C para a condensação com formação de gotas. Segundo TUNG *et alii* (1989) estes valores seriam suficientemente altos, não prejudicando o aquecimento de alimentos em bolsas esterilizáveis com espessura maior de 10 mm.

#### 2.4.2. Misturas de vapor e ar

Para as misturas de vapor/ar, ou mesmo para água quente com sobrepressão de ar, a aplicação da regra das fases de Gibbs conduz a 2 graus de liberdade (Eq. 1). Isto significa que para definir completamente o sistema deve ser estabelecida a temperatura e a pressão, e controlados independentemente durante a esterilização.

Fixada a temperatura de processo (T1), a pressão total ( $p_{tot}$ ) será igual a soma das pressões parciais de ar ( $p_{ar}$ ) e vapor ( $p_{vap}$  = pressão de equilíbrio a T1) em valores absolutos.

A porcentagem de vapor (% Vap) nas misturas vapor/ar pode ser calculada através da lei de Dalton das pressões parciais, considerando os componentes da mistura como gases ideais (TUNG, 1990):

$$P_{\text{tot}} = P_{\text{ar}} + P_{\text{vap}} \quad (6)$$

$$\% \text{ Vap} = \frac{P_{\text{vap}}}{P_{\text{tot}}} \cdot 100 \quad (7)$$

A condensação do vapor de água em misturas de vapor saturado com ar, pode ser estudada utilizando os mesmos modelos que para vapor puro: "condensação pelicular" ou "condensação com formação de gotas", dependendo das características da superfície sobre a qual o vapor condensa.

A condensação com formação de gotas em misturas de vapor/ar para cilindros de metal, foi estudada por ABDUL-HADI (1979), obtendo bons resultados para um modelo matemático que relaciona "h" como função da temperatura, da pressão de vapor, da temperatura na superfície do cilindro, do calor latente de condensação do vapor e da fração de área do substrato coberta por gotas de condensado. A fração da área molhada foi diferente para cada metal, sendo o cobre o metal que apresentou maior área coberta por gotas de condensado. Pequenas mudanças na concentração de ar desde 0.015 para 3.91 % produziram uma diminuição no "h" de 250000 para 60000 W/m<sup>2</sup>.°C.

KUSAK (citado por PFLUG & BORRERO, 1967) estudou a transferência de calor em um sistema contendo um vapor condensante e um gás não condensável. Na sua análise empírica para a condensação pelicular, este pesquisador determinou que o "h" poderia ser estimado como função do número de Reynolds (Re) e da fração molar do gás não condensável na mistura ( $X_{nc}$ ):

$$h = \beta_1 \cdot Re^{1/3} \cdot e^{-\beta_2 \cdot X_{nc}} \quad (8)$$

Sendo:

$$\beta_1, \beta_2 = \text{constantes experimentais.}$$

A Eq.(8) indica que "h" aumenta com o incremento do adimensional de Reynolds e com a diminuição da fração molar de gases não condensáveis. Assim, um incremento na velocidade do meio de aquecimento sobre a embalagem e da concentração do vapor favorecerá a transferência de calor.

Quando a superfície sobre a qual se produz a condensação pelicular é vertical, o efeito combinado da gravidade e do sentido de circulação da mistura vapor/ar (ascendente ou descendente) podem afetar sensivelmente o "h" (McADAMS, 1954).

A ação da gravidade diminui a espessura da película de condensado, aumentando o "h". Porém, quando a mistura flui de

forma ascendente, o efeito da gravidade aumenta a espessura da película de condensado e diminui o "h".

Isto foi verificado experimentalmente por TUNG *et alii* (1984) obtendo as equações (9) e (10) que permitem calcular o "h" em função da fração molar do vapor na mistura ( $X_{vap}$ ). Neste experimento foi utilizado um bloco metálico aquecido por misturas de vapor/ar na faixa de 105 a 120 °C e vazões de 40 a 60 scfm (1.13 a 1.68 m<sup>3</sup>/min). Utilizando estas correlações foram calculados os valores de "h" para as misturas com 70 e 90 % de vapor.

Fluxo Ascendente:

$$h = 153 \cdot e^{(4.21 \cdot X_{vap})} \quad (9)$$

$$h_{70\% \text{ vap}} = 2888 \text{ W/ m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$$

$$h_{90\% \text{ vap}} = 6687 \text{ W/ m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$$

Fluxo Descendente:

$$h = 337 \cdot e^{(3.55 \cdot X_{vap})} \quad (10)$$

$$h_{70\% \text{ vap}} = 4014 \text{ W/ m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$$

$$h_{90\% \text{ vap}} = 8146 \text{ W/ m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$$

TUNG *et alii* (1984) concluíram que estes resultados têm aplicação limitada às condições experimentais utilizadas. Porém o valor mínimo de "h" calculado ( $2888 \text{ W/m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$ ) para a mistura com 70 % de vapor fluindo em sentido ascendente seria mais que suficiente para obter um número de Biot  $\gg 10$ , sem produzir mudanças significativas na penetração de calor de bolsas esterilizáveis contendo alimentos com mais de 10 mm de espessura (TUNG *et alii*, 1989).

KISAALITA *et alii* (1985) estudaram a transferência de calor e massa em misturas de vapor/ar, fluindo sobre uma camada horizontal de laminado para bolsas esterilizáveis (12  $\mu\text{m}$  poliéster/ 12  $\mu\text{m}$  alumínio/ 70  $\mu\text{m}$  polipropileno, similar ao material das bolsas nesta pesquisa).

O modelo proposto para a condensação pelicular consistia de um sistema composto por um laminado plástico, uma película de água condensada, uma camada de difusão de mistura de vapor/ar e uma massa de vapor/ar fluindo sobre as camadas anteriores com velocidade, temperatura e concentração constantes.

A taxa de calor transferido desde a mistura ( $\dot{q}_{\text{mist}}$ ) até a superfície do laminado (A) foi considerada como tendo dois componentes: calor latente ( $\dot{q}_{\text{lat}}$ ) e calor sensível ( $\dot{q}_{\text{sens}}$ ), segundo a Eq. (12) apresentada por KISAALITA *et alii* (1985):

$$\dot{q}_{\text{mist}} = \dot{q}_{\text{lat}} + \dot{q}_{\text{sens}} \quad (11)$$

$$\dot{q}_{mict} = \left[ \frac{K \cdot \lambda_{T1} \cdot \rho \cdot (p_{vap}^c - p_{vap}^l)}{\left( \frac{p_{ar}^l - p_{ar}^c}{\ln(p_{ar}^l / p_{ar}^c)} \right)} + h \cdot (T1 - T^l) \right] \cdot A \quad (12)$$

Sendo:

$c$  = posição no meio de aquecimento longe da superfície da embalagem.

$l$  = interfase entre o filme de líquido condensado e a camada gassosa de difusão.

KISAALITA *et alii* (1985) concluíram que:

1. A fração de calor sensível transferida à interfase representa uma parte muito pequena do calor total transferido, fazendo com que o coeficiente de transferência de calor sensível ( $h'$ ) seja desprezível.

2. Um incremento na concentração de ar resulta numa diminuição do coeficiente de transferência de massa ( $K$ ) e do " $h$ " conduzindo a uma redução da quantidade de calor transferido à superfície do laminado.

3. Um incremento na temperatura ou na velocidade da mistura que flui sobre a superfície resulta em um incremento de " $h$ " e



"K", conduzindo a um aumento no fluxo de calor que atravessa o laminado.

4. Para uma determinada concentração de mistura vapor/ar pode ser calculado o coeficiente "global" de transferência de calor (H) envolvendo o meio de aquecimento e o laminado plástico, como função da diferença ( $\Delta T$ ) entre a temperatura da face interna da embalagem e do meio de aquecimento ( $T_1$ ). Se  $Bi \gg 10$ , a temperatura na superfície do alimento atinge rapidamente " $T_1$ " ( $\Delta T \rightarrow 0$ ), fazendo com que o "H" permaneça constante.

$$H = \gamma_1 \cdot e^{(\gamma_2 \cdot \Delta T)} \quad (13)$$

Sendo:

$\gamma_1, \gamma_2 =$  constante experimentais.

A dependência do "h" com a velocidade de circulação da mistura de vapor/ar sobre a superfície das embalagens faz com que além de se controlar a temperatura e a pressão, deva também ser controlada a vazão da mistura injetada na autoclave durante o aquecimento. Isto é exigido pelo regulamento 21 CFR 113.40 da FDA (JUDGE, 1989).

### 2.4.3. Água quente com sobrepressão de ar

Durante a esterilização de bolsas com alimentos em água quente com sobrepressão de ar, o calor transferido ao alimento é calor sensível. Assim, adota-se a prática de agitar a água para favorecer a transferência de calor superficial.

Na indústria, a circulação da água é feita por bombeamento ou pela injeção de ar comprimido junto ao vapor. O emprego de bombas é mais freqüente nas autoclaves horizontais e a injeção de ar comprimido nas verticais (LOPEZ, 1987).

Como o calor transferido pela água é calor sensível, sua temperatura diminui ao circular sobre as embalagens com alimentos. Desprezando as perdas de calor através da carcaça da autoclave (Eq. 14), a taxa de calor transferida desde a água ( $\dot{q}_{\text{agua}}$ ) para o conjunto de embalagens dentro da autoclave ( $\dot{q}_{\text{alim}}$ ) pode ser calculada como função da vazão mássica de água ( $\dot{m}_{\text{agua}}$ ), a capacidade calorífica específica da água ( $Cp_{\text{agua}}$ ) e da diferença entre a temperatura de entrada ( $T_{\text{ent}}$ ) e de saída ( $T_{\text{saida}}$ ) da água na autoclave conforme a Eq. (15):

$$\dot{q}_{\text{agua}} = \dot{q}_{\text{alim}} \quad (14)$$

$$\dot{q}_{\text{agua}} = \dot{m}_{\text{agua}} \cdot Cp_{\text{agua}} \cdot (T_{\text{ent}} - T_{\text{saida}}) \quad (15)$$

THORPE & ATHERTON (1972) sugeriram a troca do volume de água contida na autoclave a cada cinco (5) minutos durante o processamento de bolsas esterilizáveis.

A FDA sugere que durante o "tempo de processo" a diferença máxima de temperatura admitida no meio de aquecimento seja 1 °F (≅ 0.6 °C) (FDA, 1981). Esta entidade cita a vazão da água como um parâmetro crítico do processo, exigindo seu controle e registro em cada batelada conforme regulamento 21 CFR 113.40 (JUDGE, 1989).

A Eq. (16) permite calcular o fluxo de massa mínimo ( $\dot{m}_{min}$ ) de água para satisfazer a condição imposta pela FDA, acima citada, como função da taxa de calor transferida para o alimento ( $\dot{q}_{alim}$ ) (PFLUG, 1975).

$$\dot{m}_{min} \geq \frac{\dot{q}_{alim}}{Cp_{agua} \cdot 0.6 \text{ } ^\circ\text{C}} \quad (16)$$

O fenômeno de transferência de calor até uma superfície, sobre a qual a água circula com velocidade e temperatura constantes, pode ser estudado através de correlações adimensionais dos números de Nusselt (Nu), Prandtl (Pr), e Reynolds (Re), da seguinte forma descrita por BALL & OLSON (1957), Eq. (17).

$$Nu = \delta_1 \cdot Pr^{\delta_2} \cdot Re^{\delta_3} \quad (17)$$

Sendo:  $\delta_1, \delta_2, \delta_3$  = constantes experimentais.

Se a dimensão característica é mantida constante, o "h" dependerá da velocidade média ( $\bar{v}$ ), capacidade calorífica específica ( $C_p$ ), condutividade térmica ( $k$ ), viscosidade absoluta ( $\mu$ ) e densidade ( $\rho$ ) do fluido:

$$h = \phi (\bar{v}, C_p, k, \mu, \rho) \quad (18)$$

Como a viscosidade é altamente influenciada pela temperatura, é de se esperar mudanças no "h" com as mudanças de temperatura. Um aumento na velocidade média do fluido acarreta também aumento no valor de "h".

PETERSON & ADAMS (1983) estudaram a influência da velocidade de circulação da água a 121 °C sobre o "h" de bolsas de 25 mm de espessura, contendo suspensão de bentonita 10 % (p/p) e fechadas à vácuo. Estes mesmos autores determinaram valores de "h" iguais a 187 e 273 W/m<sup>2</sup>.°C para Re de 3000 e 33000 respectivamente, e apresentaram a seguinte correlação adimensional:

$$Nu = 2.31 \cdot Re^{0.15} \quad (19)$$

De acordo com TUNG *et alii* (1989) os "h" obtidos acima foram muito baixos e podem produzir alterações importantes na velocidade de aquecimento de bolsas contendo alimentos com menos de 25 mm de espessura.

Mc GINNIS (1986) estudou a distribuição do "h" sobre blocos de alumínio processados horizontalmente numa autoclave FMC Convenient Food Sterilizer (FMC Corp., EUA), obtendo a seguinte correlação:

$$Nu = 0.023 \cdot Re^{0.8} \cdot Pr^{0.33} \cdot \left[ \frac{\mu}{\mu_{T_{sup}}} \right]^{0.36} \quad (20)$$

O Re médio na prateleira de confinamento das bolsas foi de 4500 (transição entre fluxo laminar e turbulento). Os valores de "h" durante o aquecimento até 120 °C foram de 1100 a 2400 W/m<sup>2</sup>.°C para posições distintas na prateleira. Estes valores seriam capazes de produzir diminuições importantes (Bi < 10) na velocidade de penetração de calor de bolsas contendo alimentos com menos de 20 mm de espessura (TUNG et alii, 1989).

Nas autoclaves verticais, o objetivo da injeção de ar para agitação é auxiliar à convecção natural produzida por diferenças na densidade da água provocadas durante o aquecimento. PFLUG (1992) recomendou a injeção do ar para agitação, na região anular existente entre a parede da autoclave e a prateleira com as embalagens. Isto, estimularia um padrão de fluxo ascendente na região perimetral da carcaça, e descendente através do conjunto de prateleiras contendo as bolsas.

Para a agitação da água por injeção de ar comprimido, em geral é recomendado utilizar uma vazão de ar maior durante o tempo de subida, e diminuí-la uma vez atingido "T1". Uma vazão controlada de ar para agitação deve ser misturado ao vapor, antes de entrar na autoclave. O distribuidor de vapor pode ser na forma

de cruz, mas com uma única abertura na extremidade de cada um de seus braços, a fim de que o vapor e ar sejam injetados diretamente na região anular ao redor da prateleira contendo as bolsas (PFLUG, 1992). TOWNSED *et alii* (1956) e NCA (1963) recomendaram de 8 a 15 scfm de ar (0,23 a 0,42 m<sup>3</sup>/min) durante o tempo de subida e de 3 a 4 scfm (0,08 a 0,11 m<sup>3</sup>/min) durante o resto do processo para autoclaves verticais de 3 e 4 cestas respectivamente.

PFLUG E BORRERO (1967) estudaram o efeito da vazão de ar para agitação durante o "tempo de subida", no processamento de latas em água a 116 °C com sobrepressão de ar, numa autoclave vertical ( $\phi = 1$  m, altura = 2,1 m). O "tempo de subida" foi de 4 min, quando utilizados 30 scfm (0,85 m<sup>3</sup>/min) de ar para agitação e um distribuidor de vapor na forma de cruz, ou de 3 min para 10 scfm (0,28 m<sup>3</sup>/min) de ar para agitação e um distribuidor circular injetando vapor no espaço anular entre as cestas e a autoclave.

#### 2.4.4. Distribuição de calor para vapor puro, misturas de vapor e ar, e água quente com sobrepressão

O vapor puro tem sido reconhecido como o meio de aquecimento padrão para a esterilização de alimentos, com ótima distribuição de calor e mínimo "tempo de subida" (PFLUG, 1975).

Os fatores que causam um aumento da condensação do vapor diminuem o incremento global da temperatura dentro da autoclave, aumentando o "tempo de subida". Estes fatores incluem: a área total exposta pelas embalagens, a temperatura inicial do produto, a velocidade de aquecimento do alimento, a temperatura da carcaça da autoclave e o acúmulo do condensado na entrada de vapor.

Uma diminuição na pressão do suprimento de vapor, ou um sobre dimensionamento das tubulações de desaeração, são geralmente acompanhados pelo aumento do "tempo de subida".

A estabilidade das temperaturas, após o "tempo de subida", depende de todos os fatores acima mencionados e também do sistema controlador de temperaturas. De uma forma geral, os controladores que medem a temperatura através de tubos fechados contendo mercúrio ou éter, apresentam uma demora de resposta maior que os sistemas utilizando termopares ou termorresistências (RTD). Isto gera oscilações no controle do fluxo do vapor injetado e, conseqüentemente, na pressão. Os sistemas com termorresistências são mais confiáveis que os de termopares, por não precisarem de compensação da temperatura ambiente e porque sua resposta não muda com o uso.

O tipo de alimento a ser esterilizado, tem influência sobre a demanda de calor ao longo do aquecimento. Para os alimentos que se aquecem por convecção, a maior demanda de calor se produz durante os primeiros minutos de aquecimento. No entanto, a estabilização de temperaturas após o "tempo de subida" é mais rápida do que para os alimentos que se aquecem por condução.

SOMERS (citado por KIMBALL & HEYLIGER, 1990), determinou que a distribuição desordenada das embalagens era o melhor método para promover homogeneidade de temperaturas, durante a esterilização de latas em vapor puro.

UNVERFERTH (citado por KIMBALL & HEYLIGER, 1990) avaliou a eficiência da desaeração numa autoclave horizontal, carregada de latas com água, através do estudo da distribuição de temperaturas e da análise da composição dos gases na tubulação de desaeração. Este autor concluiu que o aumento do tempo de subida não era provocado pelo ar remanescente na autoclave, mas sim pela má circulação do vapor entre as embalagens.

PFLUG (1964) estudou a distribuição de temperaturas durante o "tempo de subida" numa autoclave vertical, escala piloto, utilizando distintos meios de aquecimento a 116 °C, para o aquecimento de latas ( $\phi = 81$  mm, altura = 111 mm) contendo água ou suspensão aquosa de bentonita 5 % (p/p). Todos os processos iniciaram à temperatura ambiente. O vapor puro forneceu o menor "tempo de subida" seguido da mistura com 90 % de vapor, água aquecida com vapor e mistura com 75 % de vapor. O aumento da circulação das misturas vapor/ar ou da água diminuiu o "tempo de subida". Para as misturas vapor/ar, as diferenças de temperatura durante o "tempo de subida" foram muito maiores que as medidas para água quente, produzindo diferenças importantes nas "taxas de aquecimento" ( $f_h$ ) das latas contendo água, sem alterar o " $f_h$ " das embalagens com suspensão de bentonita.

PFLUG & BORRERO (1967) estudaram a distribuição de temperaturas numa autoclave vertical industrial carregada com 1400 latas ( $\phi = 81$  mm, altura = 111 mm) contendo água. Os meios de aquecimento utilizados a 116 °C foram: vapor puro, misturas vapor/ar ou água quente com sobrepressão de ar. A recirculação das misturas de vapor/ar ou da água e o emprego de um distribuidor de vapor circular, permitiu reduzir o "tempo de subida" e aumentar a homogeneidade das temperaturas na água, e dos " $F_0$ " aplicados no interior das latas.

TUNG (1990) utilizou blocos de nylon para simular bolsas esterilizáveis contendo alimentos condutivos, processados em misturas vapor/ar a 121 °C. Foi utilizada uma autoclave vertical semelhante à usada no presente trabalho, porém com um sensor RTD no sistema de controle. Este pesquisador analisou apenas a distribuição de temperaturas durante o "tempo de processo", após atingir 121 °C. A análise dos dados envolveu o cálculo da média e desvio padrão da temperatura, em cada posição e intervalo de aquisição de dados. A diferença máxima entre as médias foi de aproximadamente 0,5 °C.



ADAMS & HARDT-ENGLISH (1990) mediram as temperaturas do meio de aquecimento de latas ( $\varnothing= 68$  mm, altura= 70 mm) contendo água, processadas numa autoclave horizontal Steriflow (Barriquand, França). O meio de aquecimento foi água sobreaquecida a  $124^{\circ}\text{C}$ , aspergida sobre as embalagens. A diferença máxima de temperaturas entre diversas posições foi de  $2,2^{\circ}\text{C}$  para o primeiro minuto do "tempo de processo" e de  $1,0$  e  $0,8^{\circ}\text{C}$  para os minutos 3 e 5, respectivamente.

PARK *et alii* (1990) estudaram a distribuição de temperaturas dentro de uma cesta com potes plásticos contendo alimentos, processados a  $121^{\circ}\text{C}$  e 9 revoluções por minuto numa autoclave rotativa. Estes autores detectaram diferenças de  $3,5$ ;  $3,0$ ;  $2,5$  e  $1,5^{\circ}\text{C}$  nos minutos 1; 3; 5 e 10 do "tempo de processo", respectivamente. Para estes equipamentos o tempo de subida, medido pelo termómetro de mercúrio, foi de até 3 min menor que o tempo necessário para que todos os termopares atigissem  $121^{\circ}\text{C}$ . O sistema de controle de temperatura utilizou um sensor tipo RTD instalado antes do trocador de calor, onde a temperatura da água circulante era ajustada pela injeção de vapor.

A FDA exige que uma "autoridade em esterilização de alimentos" realize ensaios de distribuição de calor em todas as autoclaves para a esterilização de alimentos, arquivando os resultados para consulta ou revisão (21 CFR 113.40 em JUDGE, 1989).

## 2.5. Influência da quantidade de ar residual dentro das bolsas esterilizáveis sobre a resistência das embalagens pós-processo e sobre a penetração de calor

BEVERLY *et alii* (1980) indicaram o volume de gás residual dentro das bolsas esterilizáveis como um dos fatores críticos do processamento térmico que devem ser controlados em cada batelada.

LAMPI (1977) citou várias razões para remover os gases de dentro das embalagens flexíveis: proteção da integridade da embalagem, segurança de que existe uma transferência de calor uniforme e previsível durante o processo, estabilidade do alimento, facilidade na detecção de contaminação por microorganismos que produzem gás, e facilidade para o acondicionamento na embalagem secundária.

Existem várias formas de extrair o ar residual antes de fechar as bolsas, como por exemplo: vácuo, jato de vapor, pressão mecânica, pressão hidrostática e enchimento a quente (LAMPI, 1977).

### 2.5.1. Expansão da bolsa durante a esterilização

A FDA e o "United States Department of Agriculture" incluem dentro dos fatores críticos, que devem ser controlados em cada batelada de bolsas esterilizáveis, o peso líquido máximo de enchimento e a espessura máxima de expansão permitida pelo sistema de confinamento (21 CFR 113.40, 21 CFR 318.303 em JUDGE, 1989).

Antes de discutir o fenômeno de expansão de uma bolsa esterilizável durante o termoprocessamento, é necessário definir o "volume máximo de enchimento" e o "volume crítico" da embalagem.

O "volume máximo de enchimento" é o maior volume de produto que pode ser enchido sem observar contaminação da solda com o alimento. Devido a flexibilidade das bolsas esterilizáveis, o "volume máximo de enchimento" depende, não só do material e dimensões da embalagem, como também da consistência do alimento e tipo de máquina seladora, devendo ser determinado por tentativa e erro para cada caso particular.

O "volume crítico" de uma bolsa esterilizável pode ser definido como o volume da embalagem acima do qual a pressão interna da bolsa começa a ser maior que a externa, produzindo um esforço mecânico das soldas. Este volume representa o limite máximo de expansão sem riscos de estouro da bolsa e depende não só do material e dimensões da embalagem, mas também da espessura máxima de expansão permitida pelo sistema de confinamento.

Em muitos casos, bolsas preenchidas com o "volume máximo de enchimento" podem ainda aumentar de volume sem ser solicitadas mecânicamente. Isto permite a expansão dos gases residuais sem riscos de estouro, até chegar ao "volume crítico".

DAVIS *et alii* (1960) determinaram um "volume máximo de enchimento" de 70 mL e um "volume crítico" de 105 a 115 mL, para bolsas não confinadas de 75 x 100 mm contendo água. O mesmo tipo de bolsa, com 50 mL de água, foi esterilizada em vapor puro a 100 °C sem confinamento, registrando uma diferença de pressão, entre o interior da embalagem e o interior da autoclave, de 1 psi (6,89 kPa) durante a etapa de aquecimento e de 2,3 psi (16,0 kPa) durante o resfriamento. Para o processo a 121 °C em vapor puro grande parte das bolsas estouraram.

RUBINATE (1964) relatou que o vapor puro poderia ser usado em bolsas de 114 x 178 mm e 19,1 mm de espessura máxima, contendo de 128 a 140 g de produto e menos de 10 mL de ar residual. Porém, o mesmo autor recomendou a aplicação de 3 a 10 psi (21 a 70 kPa) de

pressão de ar por cima da pressão de vapor, para a evitar o estouro das embalagens.

A atmosfera de gases dentro da bolsa à temperatura e pressão ambientes ( $T_0$  e  $P_0$ , respectivamente), pode ser considerada como sendo composta somente de ar com um volume igual a  $V_{ar_{T_0, P_0}}$ . Se estas bolsas são aquecidas num meio a uma temperatura  $T_1$  com uma sobrepressão  $P_1$ , parte da água do alimento se evaporará aumentando o volume da bolsa. Se este volume se mantém abaixo do "volume crítico", a pressão dentro e fora da embalagem pode ser considerada a mesma.

Uma vez atingido o equilíbrio com o meio de aquecimento a pressão de vapor dentro e fora da embalagem será igual à pressão de equilíbrio líquido/vapor a  $T_1$  ( $P_{vap_{T_1}}$ ), enquanto que a pressão parcial do ar será igual a  $P_1 - P_{vap_{T_1}}$ .

Considerando o vapor e o ar como gases ideais, o volume total destes gases ( $V_{tot_{T_1, P_1}}$ ) dentro da embalagem pode ser calculado pela Eq. (21) dada por YAMANO & KOMATSU (1969). Estes autores definiram também o "fator de expansão" (FE) como o número de vezes que o volume dos gases residuais aumenta ao passar das condições ambientais até as condições de processo ( $T_1$ ,  $P_1$ ), Eq. (22). Assim, por exemplo, um FE = 4 significa que o volume dos gases na bolsa (vapor de água + ar) nas condições de processo é quatro vezes o volume inicial de ar.

$$V_{tot_{T_1, P_1}} = \frac{P_0 \cdot V_{ar_{T_0, P_0}} \cdot (T_1 + 273.15)}{(T_0 + 273.15) \cdot (P_1 - P_{vap_{T_1}})} \quad (21)$$

$$FE = \frac{V_{tot} \cdot T_1 \cdot P_1}{V_{ar} \cdot T_0 \cdot P_0} \quad (22)$$

Durante a esterilização de bolsas contendo alimentos, o ideal seria mudar a pressão na autoclave de forma a acompanhar as mudanças de pressão dentro das embalagens. Isto evitaria a expansão dos gases residuais mantendo o volume da bolsa praticamente inalterado (FE= 1). EISNER (1989) descreveu o funcionamento de um aparelho que mede a expansão das embalagens flexíveis durante o tratamento térmico. Este equipamento pode ser acoplado a um sistema de controle que permite o ajuste da pressão durante a esterilização, evitando a deformação ou estouro das embalagens.

A sobrepressão (P1) necessária para obter um FE = 1 numa bolsa a "T1" pode ser calculada através da Eq. (23), considerando os gases dentro da bolsa como gases ideais:

$$P1_{FE=1} = \frac{P_0 \cdot (T_1 + 273)}{(T_0 + 273) \cdot 1} + P_{vap_{T_1}} \quad (23)$$

YAMANO (citado por WEINTRAUB, 1989) relatou que uma pressão parcial de ar de 3 a 4 psi abs (21 a 28 kPa abs) foi requerida para proteger a integridade de bolsas de 165 x 200 mm, contendo 250 mL de alimento e 50 mL de ar.

Quando empregadas misturas vapor/ar, a concentração de vapor (% Vap) necessária para obter um FE = 1 em bolsas a T1 é:

$$\% \text{ Vap} = \frac{P_{\text{vap}_{T_1}} \cdot 100}{\left[ P_{\text{vap}_{T_1}} + \frac{P_o \cdot (T_1 + 273)}{(T_o + 273) \cdot 1} \right]} \quad (24)$$

Utilizando a Eq. (24) YAMANO & KOMATSU (1969) determinaram regiões permissíveis de trabalho (FE= 1 - 4) representadas em gráficos de % de vapor versus pressão, para a faixa de temperaturas de 105 a 120 °C.

WHITAKER (1971) baseado nos mesmos princípios que YAMANO & KOMATSU (1969) apresentou equações para o cálculo da sobrepressão que incluem também a expansão do alimento e alguns fatores de segurança. A partir deste trabalho foi deduzida a Eq. (25) para calcular o "volume máximo de ar permissível para manter a integridade das bolsas" (VMAP) nas condições P1 e T1 como função do fator de expansão, do "volume crítico" (VC) e volume do alimento a T1.

$$\text{VMAP} = \frac{\text{VC} - m_{\text{alim}} \cdot \left( 1 / \rho_{\text{alim}}^{T_1} \right)}{\text{FE}} \quad (25)$$

## 2.5.2. Influência da quantidade de ar residual sobre a integridade das bolsas esterilizáveis pós - processo

Durante a esterilização de bolsas contendo alimentos, a expansão térmica dos sólidos, líquidos e, particularmente, dos gases residuais pode produzir esforços sobre as termo-soldagens conduzindo a uma diminuição da sua resistência mecânica e comprometendo a hermeticidade.

A FDA (FDA, 1981) apresentou os seguintes critérios mínimos para que uma solda de uma bolsa esterilizada seja considerada de "alto desempenho":

1. Verificação da ocorrência de fusão entre as camadas internas da embalagem.
2. Resistência à pressão interna superior a 20 psi (138 kPa) durante 30 seg, mantendo a bolsa confinada a 13 mm de espessura máxima.
3. Resistência da termossoldagem à tração superior a 5.436 kgf/ 25 mm (53.3 N/ 25 mm).
4. Aspecto visual sem irregularidades visíveis importantes.

A ocorrência de fusão é imprescindível para obter uma selagem hermética. Quando uma solda com fusão é tracionada verifica-se a quebra ou deslaminção do filme interno e nunca deve ocorrer a separação das duas faces da embalagem.

O ensaio de resistência à pressão interna é uma boa indicação da resistência da embalagem ao manuseio e transporte. Sua principal vantagem é que avalia as soldas de uma forma global, detectando o ponto mais fraco.

A determinação da resistência à tração das termossoldagens permite ajustar as condições de selagem e comparar distintas técnicas e equipamentos entre si. Como este ensaio avalia a resistência num segmento e não no comprimento total da solda, sempre se deve realizar paralelamente ensaios de resistência à pressão interna.

A avaliação do aspecto visual das soldas é uma técnica não destrutiva na qual se observam dobras, rugas, irregularidades superficiais, bolhas e partículas oclusas na área de selagem. A FDA (FDA, 1981) e SARANTOPOULOS *et alii* (1986) apresentaram critérios para aceitação ou rejeição das soldas dependendo da gravidade do defeito observado.

Em relação à influência do tratamento térmico sobre a resistência de bolsas esterilizáveis vários autores (LAMPI *et alii*, 1976; ORTIZ, 1986, ORTIZ & LEITÃO, 1988) têm observado em geral uma diminuição da resistência das soldas após a esterilização.

A presença de contaminação na região de solda pode ocasionar uma grande diminuição na resistência mecânica (SCHULZ & MANSUR, 1969). A prática de realizar o enchimento a quente faz com que a região de solda seja frequentemente contaminada com água condensada, o que diminui sua resistência. A selagem sob vácuo pode também conduzir à contaminação da solda por partículas de alimento. SARANTOPOULOS *et alii* (1986) avaliaram a resistência de soldas contaminadas através da aplicação de critérios da FDA, obtendo melhores resultados para as soldas por "impulso elétrico" do que para as soldas realizadas por "barra aquecida". Estes pesquisadores observaram também uma diminuição da resistência das soldas após a esterilização.



Não foram encontrados na literatura disponível, estudos da influência do volume de ar residual sobre a resistência à pressão interna nas bolsas esterilizáveis para alimentos.

Nos regulamentos estipulados pela FDA ou pelo "United States Department of Agriculture" publicados no "Code of Federal Regulations", não há exigência do controle do volume de ar residual dentro de bolsas esterilizáveis.

### 2.5.3. Influência da quantidade de ar residual sobre a penetração de calor em bolsas esterilizáveis

Além de poder provocar estouro, os gases residuais contidos nas bolsas trazem preocupação, pois a sua expansão faz com que a transferência de calor não possa ser prevista nem medida com precisão.

A influência negativa da quantidade de gás residual sobre a penetração de calor foi detectada em latas antes do surgimento das bolsas esterilizáveis. EVANS & BOARD (1954) determinaram um deslocamento do ponto de aquecimento mais lento ("centro térmico") de latas metálicas com alimentos condutivos, como consequência do aumento do "espaço livre" no topo da embalagem.

BERRY & KOHNHORST (1983), trabalhando com bolsas com 2400 g de sopa creme de aipo e 35 mm de espessura máxima, observaram um aumento no "Fh" de 33,5 para 57,3 min quando o volume de ar residual passou de 0 para 250 mL, durante o aquecimento a 121 °C em água com sobrepressão a 25 psi (175 kPa).

WIENSTRAUB *et alii* (1989) estudaram a penetração de calor em bolsas de 160 x 230 mm contendo blocos de Teflon (21 x 111 x 150

mm) e 10 mL de água. As bolsas com até 30 mL de ar residual não mostraram alterações no "fh", quando aplicadas pressões parciais de ar maiores de 11 psi abs. (80 kPa abs.) acima da pressão do vapor. Para bolsas contendo somente 5 mL de ar residual, o emprego de pressões parciais de ar menores de 6 psi abs. (40 kPa abs.), afetou significativamente o "fh". Os mesmos autores salientaram a necessidade de regulamentos referentes às quantidades máximas de ar residual para evitar estouro e alterações na penetração de calor de bolsas. Estes autores relataram também que o volume máximo de ar residual de 10 mL, sugerido por TSUTSUMI (citado por WIENTRAUB *et alii*, 1989) para bolsas do tamanho similar as utilizadas no presente trabalho, é difícil de se obter na prática.

### 3. MATERIAL E MÉTODOS

Para cumprir os objetivos descritos na introdução, foram realizadas as seguintes atividades:

1. Modificação do sistema de processamento térmico para a esterilização de alimentos, instalado na "Faculdade de Engenharia de Alimentos (FEA), da "Universidade Estadual de Campinas" (UNICAMP).

2. Ensaios de distribuição de calor dentro da autoclave modificada, utilizando distintos meios de aquecimento.

3. Ensaios de penetração de calor em blocos simuladores utilizando os meios de aquecimento com melhores distribuições de calor.

4. Ensaios de desempenho do material de embalagem de bolsas esterilizáveis contendo uma suspensão aquosa de bentonita 10 % (p/p) e distintas quantidades de ar residual, antes e depois de um tratamento térmico de 15 min a 121 °C numa mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar.

5. Ensaios de penetração de calor em bolsas esterilizáveis contendo uma suspensão aquosa de bentonita 10 % (p/p) e distintas quantidades de ar residual, durante um tratamento térmico como indicado no item anterior.

#### 3.1. Modificação do sistema de processamento térmico

##### 3.1.1. Descrição das instalações originais

O sistema original constou de quatro componentes principais: autoclave vertical, conjunto de válvulas pneumáticas, controlador - registrador de pressão e temperatura, e painel de programação (Fig.1). Este sistema está instalado na planta piloto da "Faculdade de Engenharia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas". As características do equipamento original serão descritas a seguir.

### 3.1.1.1. Autoclave vertical

Foi utilizada uma autoclave vertical marca *Dixie* (*Dixie Lee Metal Products Inc.*, EUA), construída com chapa de aço carbono de 7 mm de espessura e volume de aproximadamente 300 litros.

O equipamento original permitia a esterilização comercial de alimentos contidos em latas ou frascos de vidro, utilizando vapor puro ou água quente com sobrepressão de ar, respectivamente.

No interior podia ser colocado um cesto, de 64,5 cm de altura e 58 cm de diâmetro, para a contenção das embalagens durante o processo.

O vapor podia ser injetado pelo fundo através de um distribuidor tubular ( $\varnothing = 1/2$  pol) em forma de cruz. A água para resfriamento entrava por três lugares diferentes : uma pelo fundo ( $\varnothing = 1/2$  pol) e as outras duas pela parte superior da carcaça ( $\varnothing = 3/8$  pol). Na metade da altura da autoclave existia um nicho com um sangrador e um termômetro de mercúrio em vidro, com escala de 170 a 270 °F (77 - 132 °C) . No topo, além das entradas de água mencionada acima, existia uma entrada de ar comprimido para fornecer sobrepressão ( $\varnothing = 3/8$  pol) e também uma saída de desaeração ( $\varnothing = 3/4$  pol).

Uma tampa com oito borboletas de ajuste manual permitia o fechamento hermético da autoclave. Esta tampa possuía: uma válvula de segurança, um sangrador, um dispositivo de saída dos fios de termopares e um manômetro com escala de 0 a 60 psi (0 - 420 kPa).

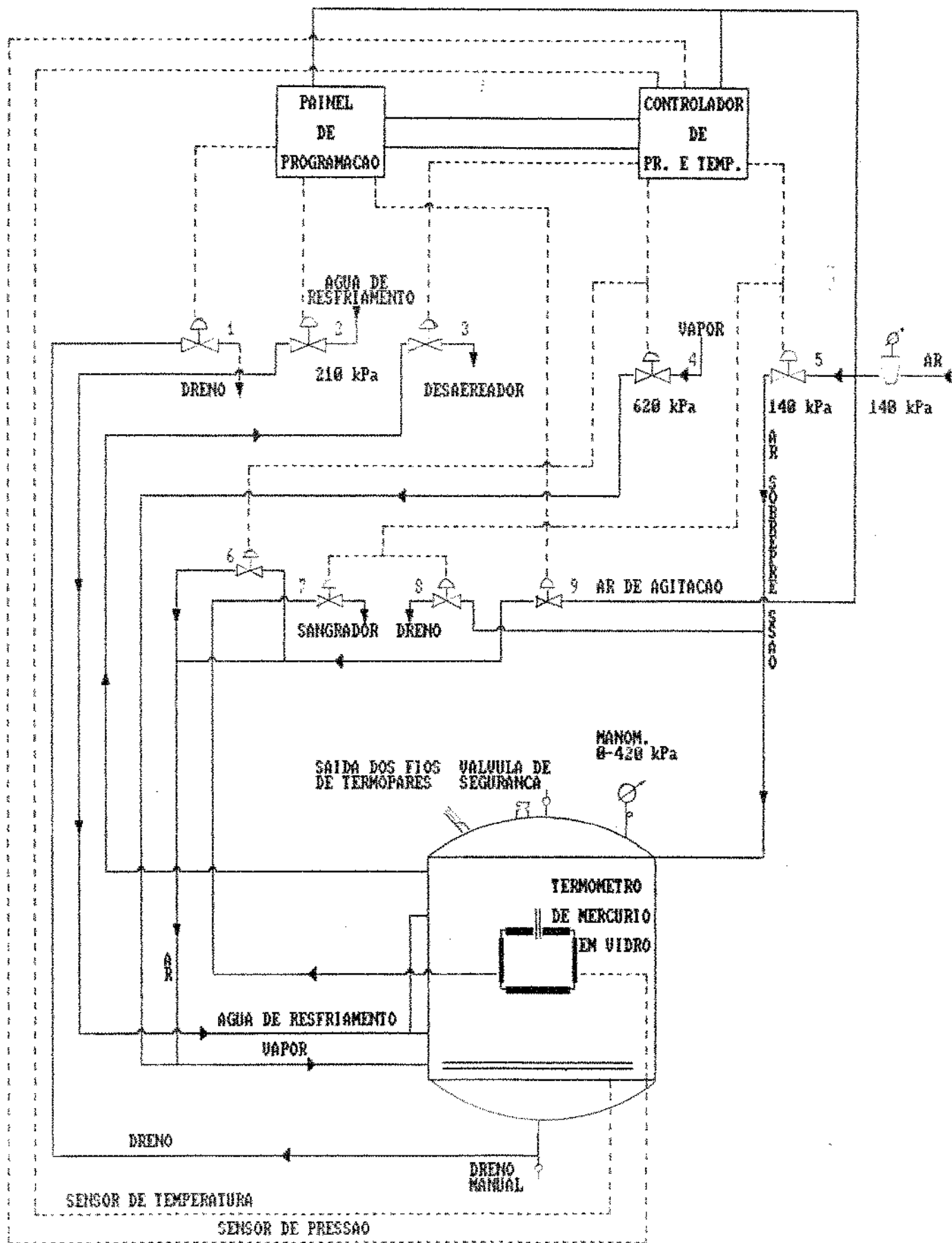


Figura 1: Sistema de processamento térmico antes das modificações.

### 3.1.1.2. Conjunto de válvulas pneumáticas

O conjunto de válvulas pneumáticas estava constituído por um total de 9 válvulas que recebiam sinais do painel de programação ou do controlador de pressão e temperaturas. Estes sinais eram transmitidos através de tubulações de latão ( $\varnothing = 3/8$  pol), contendo ar comprimido com pressão variável desde 0 a 15 psi (0 a 103.4 kPa)

As válvulas 1 a 5 (Figura 1) eram do tipo "Lin-E-Air Control Valve" (Taylor Instruments Ltd., EUA) e as válvulas 6 a 9 não possuíam nenhuma denominação ou marca. As funções e características de cada uma destas válvulas estão indicadas na Tabela 1.

A abertura da válvula (9) permitia injetar vazões de ar não controladas na linha de vapor.

Várias válvulas funcionavam em conjunto: quando a válvula (2) de entrada de água era aberta, fechavam-se automaticamente o sangrador (7) e o dreno (8), para evitar a perda da água. Se a válvula de ar para sobrepressão (5) era aberta, o desaerador (3) era fechado automaticamente, para evitar uma queda de pressão indesejada.

**Tabela 1: Descrição do conjunto de válvulas pneumáticas.**

VAL VULA	FUNÇÃO	TIPO	NORMAL MENTE	Ø (pol)	MARCA
1	Dreno	Abre/Fecha	F	3/4	Taylor
2	Entrada Água	Abre/Fecha	F	3/4	Taylor
3	Desaeração	Abre/Fecha	A	3/4	Taylor
4	Entrada Vapor	Proporcional	F	1/2	Taylor
5	Ar Comprimido Sobre-Pressão	Proporcional	A	3/8	Taylor
6	Ar Comprimido Agitação	Abre/Fecha	F	3/8	SM
7*1	Sangrador do Termômetro	Abre/Fecha	A	3/8	SM
8*1	Dreno Condensado Linha Ar	Abre/Fecha	A	3/8	SM
9	Ar Comprimido Agitação	Abre/Fecha	F	3/8	SM

\*1: estas válvulas podiam também ser operadas manualmente.

SM: sem marca, 0 a 15 PSI (0 a 103.4 kPa).

A : aberta = 100 % aberta.

F : fechada = 100 % fechada.

### 3.1.1.3. Controlador e registrador de pressão e temperatura do sistema de processamento térmico

A temperatura e a pressão eram programadas, controladas e registradas em forma independente num aparelho "Taylor Fullscope Controller" (Mod. 250 R, Taylor Instruments, EUA). Este equipamento possuía uma carta circular de papel com escalas de 100 a 260 °F (38 - 127 °C) e 0 a 30 psi (0 - 207 kPa) e sensibilidade de resposta ajustável.

Para cada variável a programação era feita através de um ponteiro ou "set point", fixo sobre o valor desejado na escala circular e o valor observado era impresso versus tempo por penas "móveis" sobre a mesma escala.

O sistema de controle estava constituído de duas partes: um dispositivo de medida e um outro de controle propriamente dito.

O dispositivo de medida da temperatura possuía um tubo fechado contendo éter. Num extremo do tubo existia um bulbo sensor instalado no fundo da autoclave e no outro um "tubo de Bourdon" de latão. O aumento da temperatura produzia um aumento da pressão no tubo e a expansão do "tubo de Bourdon". Esta expansão era interpretada por um sistema analógico que imprimia uma curva sobre a escala de temperatura na carta de papel.

A expansão do "tubo de Bourdon" era também transmitida ao dispositivo de controle. Este dispositivo possuía um diafragma que regulava a pressão de ar aplicada sobre a válvula de entrada do vapor (4). O efeito final era a abertura da válvula de entrada de vapor (4) em forma proporcional ao desvio de temperatura com relação ao "set point".

O sensor de pressão estava constituído por um tubo de latão, que conectava o nicho do termômetro de Mercúrio a um "tubo de



Bourdon" de aço inoxidável. Este tubo estava acoplado a um dispositivo de registro analógico e um outro de controle com resposta proporcional, semelhantes aos detalhados acima. Quando a pressão estava abaixo do "set point" era acionada a válvula de entrada de ar para sobrepressão (5) e quando a pressão estava acima do "set point" era acionada a válvula de desaeração (3).

#### **3.1.1.4. Painel de programação**

Um painel "*Taylor Digital Set Programmer*" (Taylor Instruments, EUA) permitia a programação das seguintes etapas de processo:

1. Entrada de vapor.
2. Entrada de ar para sobrepressão.
3. Entrada de água para resfriamento.
4. Dreno de água de resfriamento.
5. Fechamento da válvula de desaeração.
6. Entrada de ar para agitação (Vazão não controlada).

O tempo de programação para cada etapa podia variar entre 0,1 e 99,9 min. Os comandos para as válvulas eram transmitidas pneumáticamente. Os de entrada de vapor e de ar para sobrepressão eram enviados ao controlador e registrador Taylor. Os restantes eram enviados para as correspondente válvulas Abre/Fecha.

#### **3.1.2. Descrição das modificações realizadas**

As modificações realizadas se localizaram na linha de suprimento de ar e na carcaça da autoclave onde foram instalados um indicador de nível da água e uma tubulação para desaeração manual (Figura 2). Para permitir o confinamento horizontal das embalagens foi construído um conjunto de prateleiras circulares (Figuras 3 e 4).

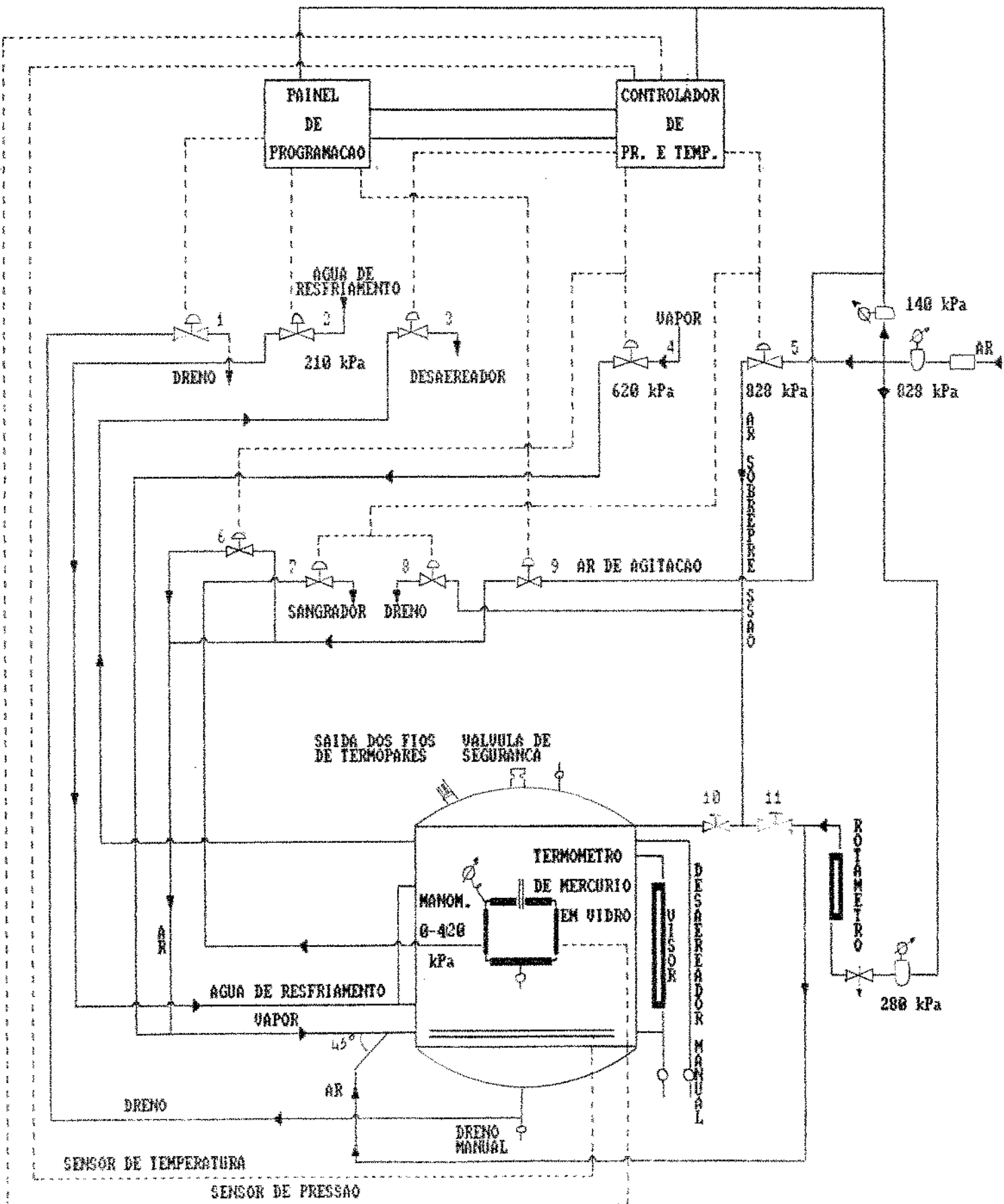


Figura 2: Sistema de processamento térmico após as modificações.

### 3.1.2.1. Modificações na linha de suprimento de ar

As modificações na linha de suprimento de ar permitiram a injeção de vazões controladas de ar na tubulação de vapor, antes do seu ingresso na autoclave.

Na entrada do ar comprimido foi instalado um separador de água condensada e um redutor de pressão de até 120 psi (828 kPa). A partir deste ponto, divergiram 3 tubulações :

1. A primeira passando com até 120 psi (828 kPa) pela válvula pneumática de sobrepressão (5) e descarregando o ar no topo da autoclave.

2. A segunda, descendo e atravessando um redutor de até 40 psi (280 kPa) e um rotâmetro marca VEB MLW (Mod. PG 09, VEB MLW Prüferate-Werk Medingen Sitz Freital, RDA), injetando quantidades de ar na linha de vapor através de uma conexão em forma de "T" a 45 °.

3. E a última, subindo e passando por um redutor de até 20 psi (140 kPa), o qual fornece ar ao controlador de pressão e temperatura , e para o painel de programação.

Um conjunto de válvulas manuais (10 e 11, Fig. 2), permitiu:

1. Unir as descargas do rotâmetro e da válvula para sobrepressão (5) permitindo uma rápida compensação de possíveis quedas na pressão durante processos com misturas de vapor/ar (válvula 10 fechada e 11 aberta).

2. Injetar o ar que saia do rotâmetro na tubulação de vapor e injetar o ar para sobrepressão para acima do nível d'água na

autoclave, durante os processos em água quente com sobrepressão. (Válvula 10 aberta e 11 fechada).

### 3.1.2.2. Instalação do indicador de nível de líquido e do desaerador manual

Para facilitar a visualização do nível de líquido, foi instalado um tubo de vidro de  $\varnothing = 16$  mm e 60 cm de comprimento, numa das laterais da autoclave. Isto permitiu controlar o volume do líquido dentro desta, abrindo ou fechando o dreno manual.

No topo da autoclave foi colocado um tubo de  $\varnothing = 1$  pol para desaeração manual. Este foi apenas utilizado para misturas vapor/ar para auxiliar o desaerador já existente, comandado pela válvula pneumática (3).

### 3.1.2.3. Construção das prateleiras de suporte para as bolsas

Foram montadas 10 prateleiras com 20 discos de chapa de aço inoxidável perfurada. Os discos foram feitos de chapa de 1,2 mm de espessura, com 500 mm de diâmetro externo e furos de 18,5 mm de diâmetro. A área livre correspondente aos furos foi de 75 % , permitindo a passagem do fluido aquecedor.

Em cada prateleira foram colocadas três embalagens de 5 x 7 pol (127 x 178 mm) e 20 mm de espessura máxima. Cada prateleira foi construída com 2 discos colocados a 20 mm de distância entre si, utilizando separadores e parafusos metálicos. Os espaços reservados para as embalagens formaram ângulos de  $120^\circ$  nas disposições "A", "B" e "C" sobre as prateleiras ímpares (Fig. 3.a.) ou "D", "E" e "F" sobre as prateleiras pares (Fig. 3.b.).

As 10 prateleiras foram empilhadas uma em cima das outras sobre um suporte de fixação, deixando 20 mm de separação entre cada uma delas para favorecer a circulação do meio de aquecimento. Na Figura 4 é apresentado o conjunto das prateleiras, numeradas de 1 a 10 de baixo para cima. Este conjunto foi colocado no cesto dentro da autoclave, ficando 75 mm acima do distribuidor de vapor.

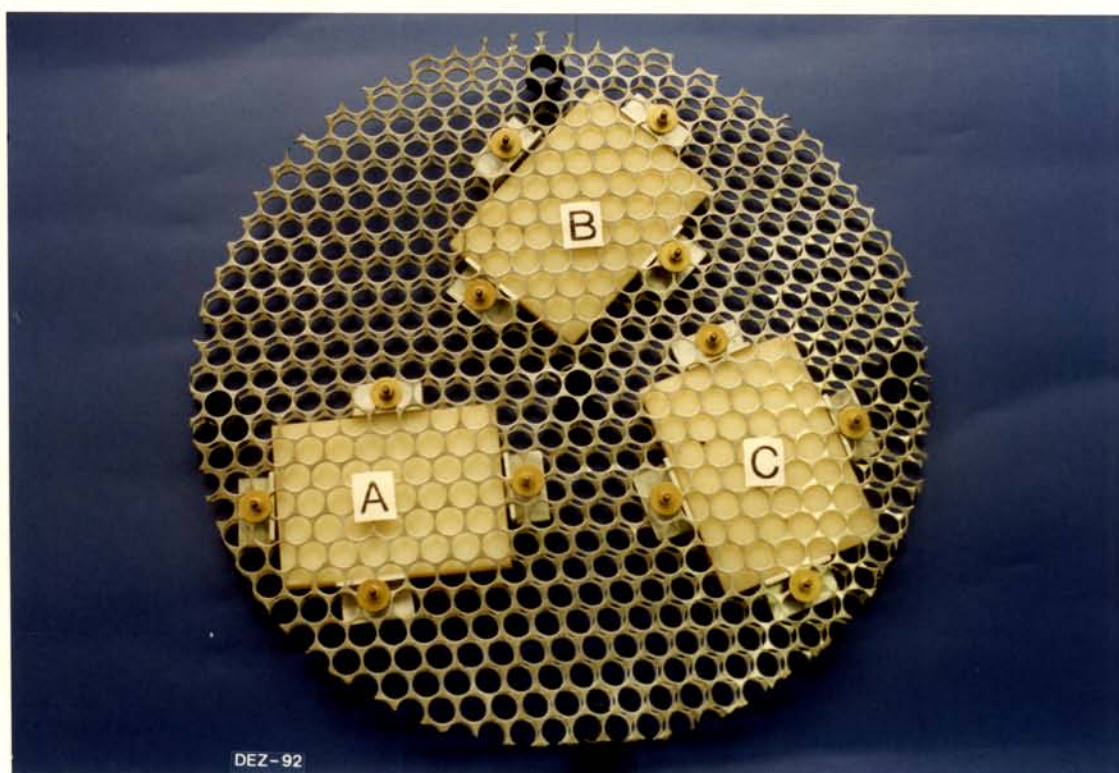


Figura 3.a.: Prateleira ímpar.

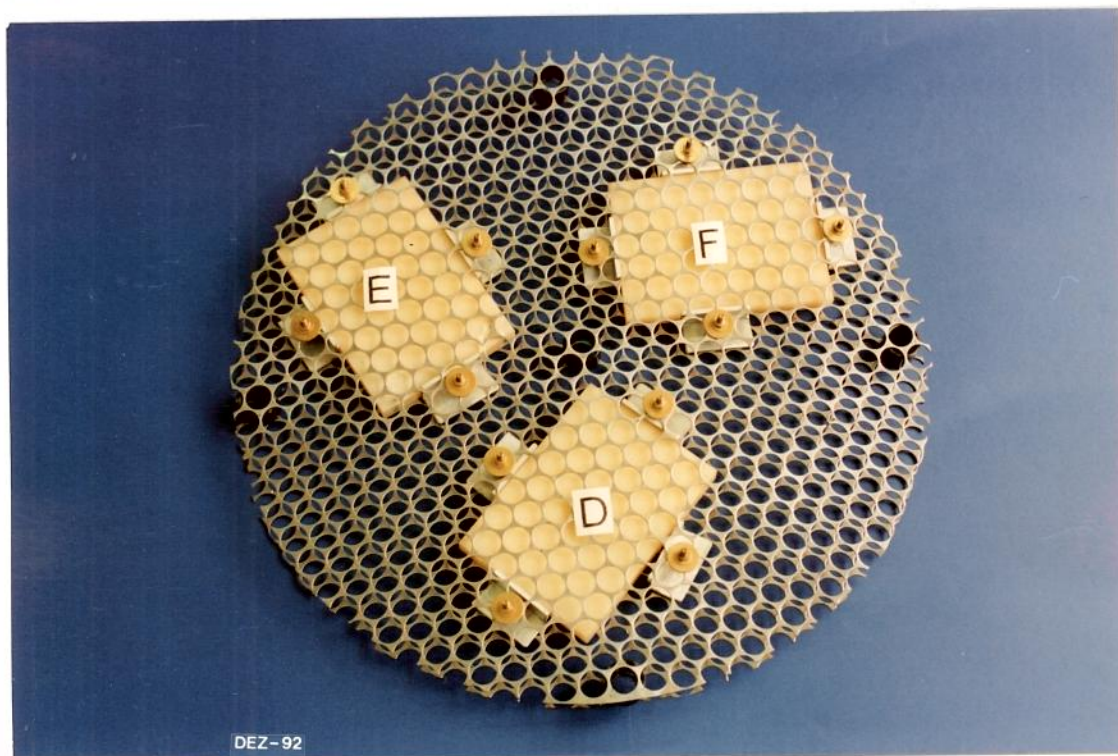


Figura 3.b.: Prateleira par.





Figura 4: Conjunto de prateleiras de suporte.

### 3.2. Construção dos blocos simuladores

Para simular bolsas esterilizáveis contendo alimentos condutivos foram construídos blocos de nylon-6. Este material foi empregado por TUNG *et alii* (1989) por ter propriedades térmicas semelhantes às de muitos alimentos e por permitir sua reutilização.

Os blocos foram dimensionados de forma a obter a mesma largura e comprimento que os medidos no interior das bolsas, 110 e 150 mm, respectivamente.

A espessura destes simuladores foi de 15 mm. Esta espessura foi selecionada para obter curvas de penetração de calor similares às esperadas com as bolsas contendo 160 g de suspensão de bentonita 10 % (p/p).

### 3.3. Meios de aquecimento utilizados

Os meios de aquecimento utilizados durante as distintas etapas deste trabalho foram: vapor puro, misturas de vapor/ar com 70 e 90 % de vapor e água quente com uma sobrepressão de ar igual a das misturas vapor/ar.

Cada meio de aquecimento foi testado a 105; 113 e 121 °C. A Tabela 2 resume as condições de temperatura e pressão de cada experimento.

As misturas de vapor/ar foram testadas a 70 e 90 % de vapor. A vazão total da mistura injetada na autoclave foi de 40 scfm (1,13 m<sup>3</sup>/min).



Para água quente com sobre-pressão de ar foram utilizadas as mesmas condições de pressão e temperatura que para as misturas vapor/ar, injetando uma vazão de ar para agitação de 6 scfm (0,17 m<sup>3</sup>/min). Os experimentos utilizando uma sobrepressão equivalente à de uma mistura com 90 % de vapor foram chamados: processos de "Baixa Sobrepressão" e aqueles com pressão equivalente a uma mistura com 70 % de vapor como: processos de "Alta Sobrepressão".

Tabela 2. Condições de pressão e temperatura durante o processamento com vapor puro, misturas vapor/ar e água quente com sobrepressão de ar.

TEMPERATURA (°C)	MEIO DE AQUECIMENTO				
	VAPOR 100 %	VAPOR 90 %	*1 VAPOR 70 %	ÁGUA BAIXA SP	*2 ÁGUA ALTA SP
	PRESSÃO			MANOMÉTRICA	
	(kPa)				
105	20	33	71	33	71
113	57	75	125	75	125
121	104	126	191	126	191

\*1: Vazão total de mistura = 40 scfm (1.13 m<sup>3</sup>/min).

\*2: Vazão de ar para agitação = 6 scfm (0.17 m<sup>3</sup>/min).

#### 3.4. Programação dos processos térmicos

Todos os processamentos térmicos foram iniciados com a autoclave a temperatura ambiente e desenvolvidos em três etapas:

1. "Tempo de subida", medido a partir do início da entrada de vapor até que todos os termopares no meio de aquecimento indicassem uma temperatura igual ou maior que a "temperatura programada" de esterilização.

2. "Tempo de processo", à temperatura programada (retenção), medido desde o fim do "tempo de subida" até o início do resfriamento.

3. "Resfriamento" até que todos os termopares indicassem uma temperatura igual ou menor de 40 °C.

Todas as etapas de processo foram programadas no painel "*Taylor Digital Set Programmer*".

A "temperatura de processo" e "pressão de processo" foram programadas no controlador "*Taylor Fulscope Controller*". Para cada meio de aquecimento e temperatura foram realizados estudos preliminares para determinar o ajuste da sensibilidade de resposta do controlador, de forma a obter a máxima estabilidade possível durante o aquecimento.

Na descrição dos processos a abertura das válvulas é indicada como "aberta" ou "fechada", o que significa, respectivamente, completamente aberta ou completamente fechada, salvo indicação em contrário. (Vide Fig. 2 para melhor identificação de cada válvula).

A programação das etapas de processo para cada meio de aquecimento é detalhada a seguir.

### 3.4.1. Programação para vapor puro

#### 1<sup>o</sup> Etapa. Desaeração (7 min)

Todas as válvulas de saída foram abertas: o desaerador pneumático (3/4 pol), os sangradores e o dreno manual (25 % aberto), como estabelecido pelo regulamento 21 CFR 314.40 da FDA (JUDGE, 1989). O desaerador manual (1 pol) foi fechado para evitar uma queda da pressão muito grande.

#### 2<sup>o</sup> Etapa. "Tempo de processo" (15 min)

Aplicado após atingir a "temperatura programada", com os desaeradores manual e pneumático fechados. Foram abertos apenas os sangradores e o dreno manual (< 10 % aberto).

#### 3<sup>o</sup> Etapa. Resfriamento

Realizado à pressão atmosférica (desaerador pneumático aberto). A entrada de água fria foi aberta até o fim do resfriamento. Quando o nível da água atingiu 10 cm acima do conjunto de prateleiras, foi aberto o dreno manual, mantendo-se constante a altura da água. O resfriamento foi finalizado quando todos os termopares indicaram uma temperatura igual ou menor que 40 °C.

### 3.4.2. Programação para misturas de vapor e ar

#### 1<sup>o</sup> Etapa. Pré-aquecimento com vapor puro

Realizado com vapor puro durante 2 min. As seguintes válvulas de saída: desaerador pneumático, sangradores e dreno manual (< 25 %) foram abertas. Apenas o desaerador manual foi fechado para evitar queda da pressão.

#### 2<sup>o</sup> Etapa. Aquecimento com sobrepressão de ar, "tempo de processo" (15 min)

A circulação das misturas vapor/ar foi realizada com injeção de vazões de ar na linha de vapor, de 4 scfm (0,113 m<sup>3</sup>/min) e de 12 scfm (0,340 m<sup>3</sup>/min) para as misturas com 90 e 70 % de vapor, respectivamente.

O controle automático da pressão foi programado para atuar na válvula de entrada de ar comprimido, auxiliando o rotâmetro perante uma eventual queda de pressão. O desaerador pneumático foi fechado durante todo o aquecimento controlando-se a pressão através do desaerador manual. Os sangradores foram abertos e o dreno manual permaneceu < 10 % aberto.

O "tempo de processo" foi de 15 min após atingir a "temperatura programada".

#### 3<sup>o</sup> Etapa. Resfriamento

Foi utilizada a mesma pressão e vazão de ar que no

aquecimento. Durante os ensaios de distribuição de calor a sobrepressão foi mantida até o fim do resfriamento. Para os testes de penetração de calor em blocos simuladores ou bolsas esterilizáveis, a sobrepressão foi interrompida, quando o seu centro geométrico atingiu 90 e 95 °C, respectivamente.

As operações restantes foram similares ao processo em vapor puro. O resfriamento foi terminado quando todos os termopares indicaram uma temperatura menor ou igual que 40 °C.

### **3.4.3. Programação para água quente com sobrepressão de ar**

#### **1º Etapa. Enchimento da autoclave**

A autoclave foi enchida com água à temperatura ambiente até 10 cm acima do conjunto de prateleiras.

#### **2º Etapa. Aquecimento sem sobrepressão de ar**

Foi injetado vapor na água até atingir 90 °C, com o desaerador pneumático aberto (pressão atmosférica). Para diminuir o ruído e vibração provocados pela condensação das bolhas de vapor em contacto com água fria foram injetados 6 scfm (0.17 m<sup>3</sup>/min) de ar junto ao vapor.

#### **3º Etapa. Aquecimento com sobrepressão de ar, tempo de processo (15 min)**

Uma vez atingido 90 °C foi aplicado a sobrepressão de ar por cima do nível de água. O controle automático da pressão atuou com a abertura da válvula pneumática de entrada de ar ou do desaerador

pneumático, mantendo a pressão no valor programado. A vazão de ar para agitação foi de 6 scfm (0,17 m<sup>3</sup>/min). O sangrador no nicho do termômetro foi fechado a fim de se evitar o vazamento de água. O sangrador na tampa da autoclave foi mantido aberto.

O "tempo de processo" foi de 15 min após ter atingido a "temperatura programada".

#### 4<sup>o</sup> Etapa. Resfriamento

O resfriamento foi realizado até atingir temperatura igual ou menor que 40 °C em todos os pontos de medida. A pressão e vazão de ar para agitação foi a mesma utilizada para o aquecimento. Durante os ensaios de distribuição de calor, a sobrepressão foi mantida até o fim do resfriamento. Já durante os ensaios de penetração de calor em blocos simuladores, a sobrepressão foi suspensa ao se atingir 90 °C no centro dos blocos.

O nível da água foi sempre mantido 10 cm acima do conjunto de prateleiras, mantendo abertas a entrada de água fria e a saída da água quente pelo dreno manual e pneumático.

### 3.5. Aquisição dos dados de tempo e temperatura

Em todos os ensaios as temperaturas foram medidas utilizando termopares tipo "T" de cobre e *constantan* protegidos por agulhas de aço inoxidável (CNL, *Ecklund Custom Thermocouples*, EUA). A junta sensível de cada termopar manteve contacto elétrico com a agulha de aço inoxidável. Isto facilitou o aterramento, realizado quando necessário, através da conexão de um fio de cobre na superfície externa da agulha.

Os termopares foram ligados a fios de extensão de cobre e

constantan de  $\varnothing = 0,80$  mm (Honeywell Inc., EUA) por meio de conectores tipo G-10 (Ecklund Custom Thermocouples, EUA). As conexões foram vedadas com fita de "Teflon" visando evitar a entrada de água. Os fios de extensão da saída da autoclave foram conectados ao aparelho de aquisição de dados.

Durante os ensaios de distribuição de calor e de penetração de calor em blocos, os dados foram adquiridos por meio de um indicador digital de temperaturas de 12 canais marca Jonhis (Mod ICEJ-10, Jonhis Inst. Med. Ltda, Brasil). A temperatura de cada termopar foi lida e registrada manualmente a cada ciclo de 54 segundos. Para os ensaios de penetração de calor nas bolsas, as temperaturas foram adquiridas utilizando uma unidade de aquisição de dados Doric 245 A (Beckman Ind., EUA), a qual imprimia os dados de tempo e temperatura para cada canal em cada intervalo de 30 segundos.

Antes de cada experimento, foi calibrado o conjunto "termopar - fio de extensão - aparelho medidor de temperaturas" em ar a temperatura ambiente e sob atmosfera de vapor puro a 105; 113 e 121 °C.

Como padrão foi utilizado um termopar flexível construído com fio de Cobre e constantan de  $\varnothing = 0,005$  pol (0,127 mm, Omega Engineering, EUA) previamente calibrado em banho de óleo (Mod. 16-AB-3, Precision Scientific, CGA Co., EUA) contra termômetros padrão (Incotherm Termômetros Ltda., Brasil) segundo o método ASTM E 220-86 (ASTM, 1987).

Os termopares foram fixados sobre um "dispositivo de calibração" construído com o corpo de uma lata de  $\varnothing = 94$  mm e altura = 114 mm, com furos de  $\varnothing = 14$  mm (Figura 5). As juntas sensitivas dos termopares ficaram ao longo do eixo longitudinal do dispositivo. Este foi fixado no cesto da autoclave com seu eixo longitudinal no raio que passa pelo nicho do termômetro de

mercúrio. Estudos preliminares realizados com termopares flexíveis confirmaram a homogeneidade de temperaturas dentro do "dispositivo de calibração" instalado na forma descrita acima.

As retas de calibração para cada termopar foram calculadas por meio de um programa escrito em linguagem GW-Basic (Ver Anexo de Programas) instalado no computador PC-XT (Nexus 2600, Scopus S/A, Brasil).

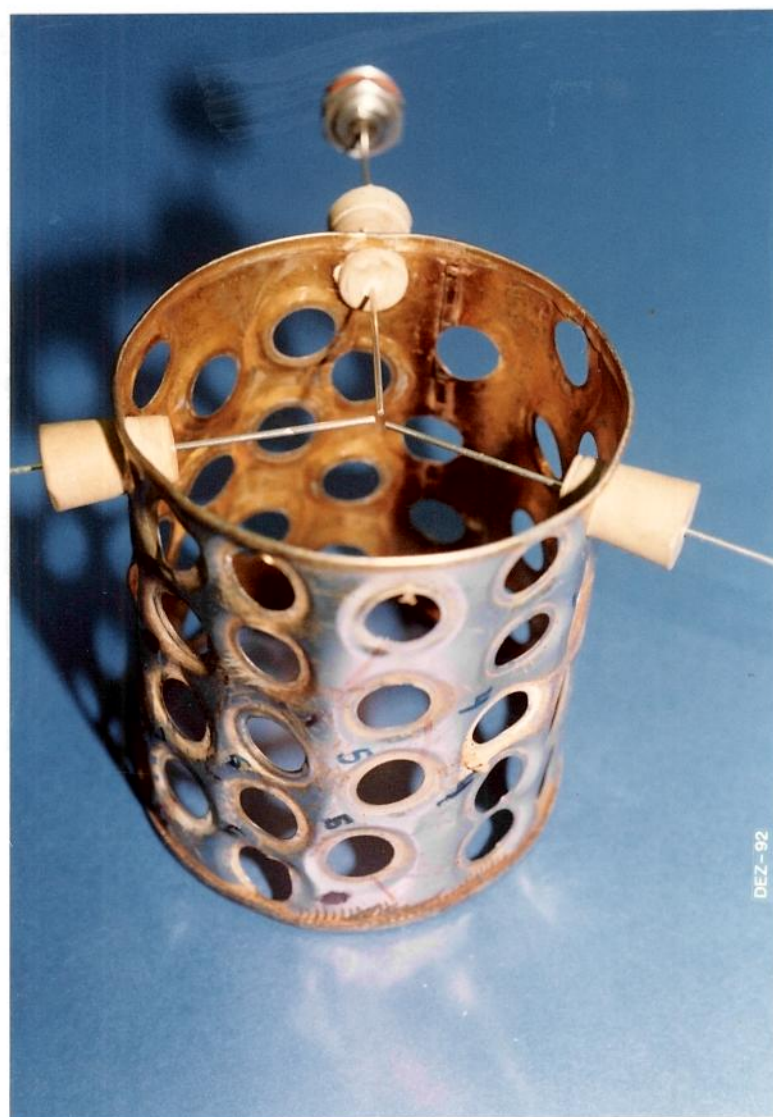


Figura 5: Dispositivo de calibração de termopares em vapor puro.



### 3.6. Ensaio de distribuição de calor na autoclave modificada

O objetivo dos ensaios de distribuição de calor foi avaliar se as modificações realizadas na autoclave promoveram a homogeneidade de temperaturas no conjunto de prateleiras para os seguintes meios de aquecimento: vapor puro, misturas vapor/ar e água com sobrepressão de ar.

Os ensaios foram realizados a 105; 113 e 121 °C sob as condições de processo e de programação descritas nos Itens 3.3. e 3.4.

O conjunto de prateleiras foi preenchido na sua capacidade máxima com 30 blocos simuladores.

Um total de 10 termopares foi distribuído dentro do conjunto de 10 prateleiras (1 por cada nível), nos espaços livres de 20 mm deixados para permitir a circulação do fluido de aquecimento. A junta sensitiva de cada termopar foi instalada 10 mm acima de cada prateleira com blocos, sobre o eixo vertical que passa pelo centro geométrico de um dos 3 blocos confinados nesse nível. A fim de evitar o contato dos termopares com as prateleiras, cada termopar foi inserido num rolha de borracha de  $\varnothing = 20$  mm, colocada a 50 mm da junta sensitiva do termopar. Os termopares foram fixados em posições pré-estabelecidas por meio de barbante, sem realizar aterramento (Figura 6).

A posição das juntas sensitivas dos termopares foi na forma de espiral ascendente em sentido anti-horário dentro do conjunto de prateleiras (Figura 7). Este espiral começou na prateleira inferior, 10 mm acima do bloco "A", e terminou na prateleira superior 10 mm acima do bloco "F", no ponto mais distante da saída de desaeração pneumática (Tabela 3).

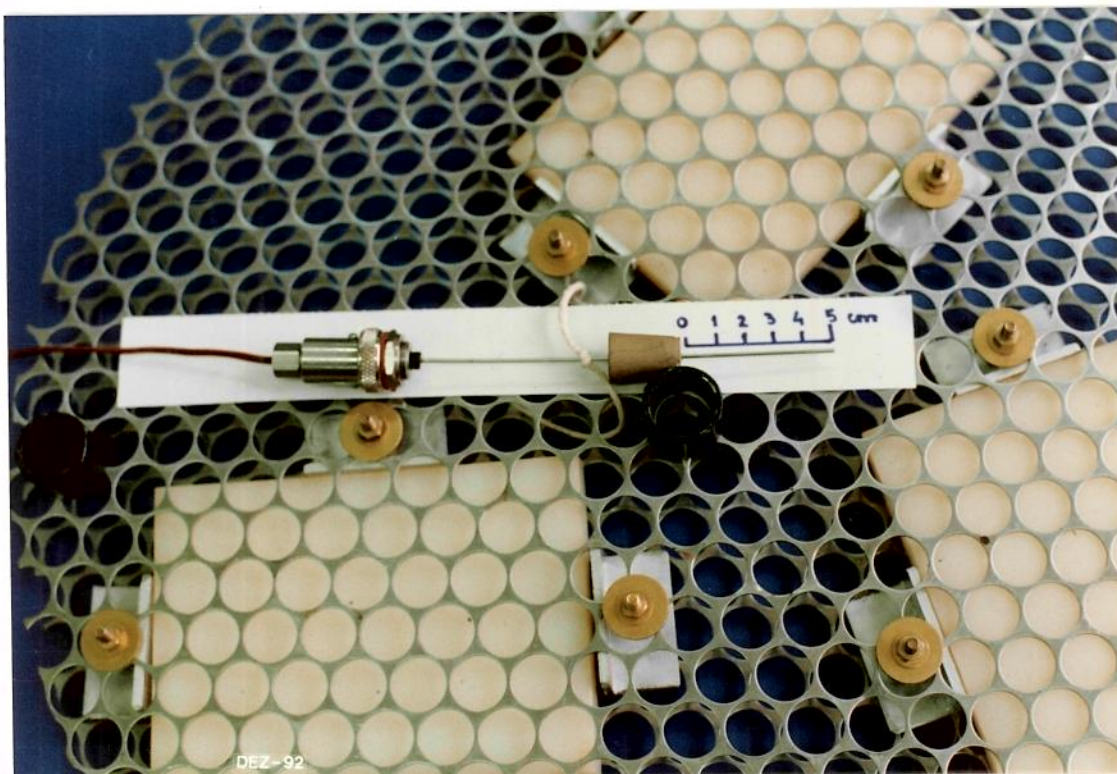


Figura 6: Instalação de um termopar sobre uma prateleira para os ensaios de distribuição de calor.

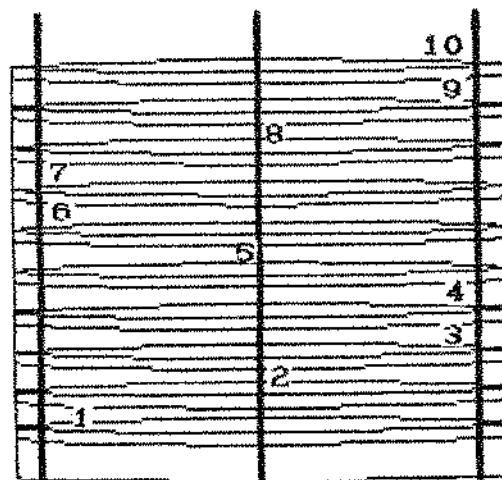


Figura 7: Posição dos termopares durante os ensaios de distribuição de calor. Termopares 1 - 10: no meio de aquecimento.

**Tabela 3: Posição dos blocos sobre os quais foram colocados os termopares durante os ensaios de distribuição de calor.**

N° DO TERMOPAR	PRATELEIRA	POSICAO BLOCO
1	1	"A"
2	2	"D"
3	3	"C"
4	4	"F"
5	5	"B"
6	6	"E"
7	7	"A"
8	8	"D"
9	9	"C"
10	10	"F"

### 3.6.1. Tratamento dos dados experimentais dos ensaios de distribuição de calor

Os dados de tempo e temperatura adquiridos foram transferidos para arquivos e processados por meio de um pacote de programas em linguagem *GW - Basic* (ver anexo de programas) instalado num computador *PC-KT (Nexus 2600, Scopus S/A, Brasil)*.

O resultado final foi plotado em gráficos para o aquecimento e resfriamento com as temperaturas máximas e mínimas versus tempo (ver Figuras 15 a 29 e 36 a 50). Os números representados acima destas curvas indicam as posições mais quentes e os números por baixo das curvas correspondem as posições mais frias.

### 3.6.1.1. Tratamento dos dados da etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor

O tratamento dos dados da etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor foi realizado em duas etapas: 1° "Tempo de subida" e 2° "Tempo de processo".

A análise do "tempo de subida" nos ensaios de distribuição de calor foi semelhante à realizada por PFLUG (1964) e PFLUG & BORRERO (1967), sendo determinados a partir do início do aquecimento:

1. Tempo para obter uma temperatura maior ou igual que  $T1 \pm 3$  °C em todos os pontos.
2. Tempo para obter uma temperatura maior ou igual que  $T1 \pm 1$  °C em todos os pontos.
3. Tempo para que o primeiro ponto atinja uma temperatura igual ou maior que "T1".
4. "Tempo de subida", medido desde o início do aquecimento até obter uma temperatura maior ou igual que T1 em todos os pontos.

Estes resultados foram representados nas curvas de temperatura máxima e mínima vs. tempo da etapa de aquecimento (Fig. 15 - 29) e construídos diagramas de barras para facilitar a comparação (Fig. 30 a 32).

A análise do "tempo de processo" nos ensaios de distribuição de calor foi semelhante à relatada por ADAMS & HARDT-ENGLISH (1990), com algumas modificações.

A análise foi realizada a partir do fim das perturbações na temperatura, observadas no início do "tempo de processo".

O fim das perturbações, para os experimentos com vapor puro, foi considerado imediatamente após a desaeração. Já para as misturas vapor/ar e para água com sobrepressão, as perturbações foram consideradas como terminadas no fim do "tempo de subida" ou quando atingida a condição de  $T_1 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ , levando-se em conta o tempo maior dentre eles.

Para cada experiência foram determinadas:

1. Temperatura média de aquecimento.
2. Temperatura máxima de aquecimento.
3. Temperatura mínima de aquecimento.
4. Diferença entre as temperaturas máxima e mínima de aquecimento, "Diferença Global de Temperaturas" (DGT).
5. Máxima diferença para um mesmo ciclo de aquisição de dados de aquecimento, "Diferença Instantânea de Temperatura" (DIT).
6. Resultado da subtração: DGT - DIT.
7. Posição de maior ocorrência de temperatura mínima no aquecimento, denominada "ponto frio".

Os resultados foram indicados nas figuras de temperatura máxima e mínima vs. tempo para a etapa de aquecimento (Fig. 15 a 29) e em diagramas de barras (Fig. 33 a 35).

### 3.6.12. Tratamento dos dados da etapa de resfriamento dos ensaios de distribuição de calor

O tratamento dos dados do resfriamento dos ensaios de distribuição de calor foi realizado através das seguintes determinações:

1. Tempo para que o primeiro ponto atinja uma temperatura igual ou menor que  $40^{\circ}\text{C}$ , denominado "t40".
2. Tempo para que as 10 posições estudadas atinjam uma temperatura igual ou menor que  $40^{\circ}\text{C}$ , denominado "tempo de resfriamento" ( $t_r$ ).
3. Posição de maior frequência de ocorrência de temperatura máxima durante o resfriamento, denominada "ponto quente".

Os resultados foram indicados nas figuras de temperatura máxima e mínima vs. tempo para a etapa de resfriamento (Fig. 35 - 50) e ilustrados em diagramas de barras para facilitar sua comparação (Fig. 51).

### 3.7. Ensaio de penetração de calor em blocos simuladores

O objetivo dos ensaios de penetração de calor em blocos simuladores foi estudar o efeito do tipo de meio de aquecimento e da posição nas prateleiras horizontais sobre a velocidade de aquecimento e resfriamento dos simuladores.

Os meios de aquecimento utilizados foram os que apresentaram distribuições de calor aceitáveis: Vapor Puro, Mistura com 90 % de Vapor e Água Quente a 126 e 191 kPa.

Os experimentos foram iniciados à temperatura ambiente e a temperatura de processo foi de 121 °C.

Os ensaios foram programados conforme indicado nos Itens 3.3. e 3.4., aplicando um "tempo de processo" suficiente para atingir 120 °C no centro dos blocos.

O ensaio de penetração de calor foi realizado em duplicata em 5 blocos colocados nas prateleiras 2; 6 e 10; nas posições indicadas na Tabela 4. Os espaços vazios nas prateleiras foram completados com blocos sem termopar.

Para evitar desvios nos resultados provocados por possíveis diferenças de comportamento entre um bloco e outro, foi realizado um sorteio alternando, entre as distintas experiências, a posição dos simuladores entre os 5 lugares pré-estabelecidos.

Os termopares foram instalados nos blocos através de um único furo realizado sobre uma das faces laterais de 15 x 150 mm, em direção ao centro geométrico. A junta sensível do termopar foi posicionada no centro do bloco e a boca do furo vedada com borracha de silicone, sem se realizar aterramento (Figura 8).



**Tabela 4: Posições estudadas durante os ensaios de penetração de calor em blocos simuladores.**

DENOMINAÇÃO DA POSIÇÃO DO BLOCO	PRATELEIRA	POSIÇÃO DENTRO DAS PRATELEIRAS
1	2	"D"
2	2	"E"
3	6	"D"
4	10	"D"
5	10	"E"

A temperatura do meio de aquecimento foi medida em quatro pontos: embaixo da prateleira 1 e acima das prateleiras 4, 8, e 10. Todos estes pontos ficaram sobre um mesmo eixo vertical a uma distância de 5 cm à direita do centro das prateleiras.

A temperatura da água para resfriamento foi medida na entrada superior à direita da autoclave (posições referidas à frente da autoclave).

A Figura 9 apresenta a posição dos blocos com termopar e dos termopares para a medida da temperatura do meio de aquecimento e água de resfriamento.

A aquisição dos dados de tempo e temperatura foi realizada segundo o Item 3.5.

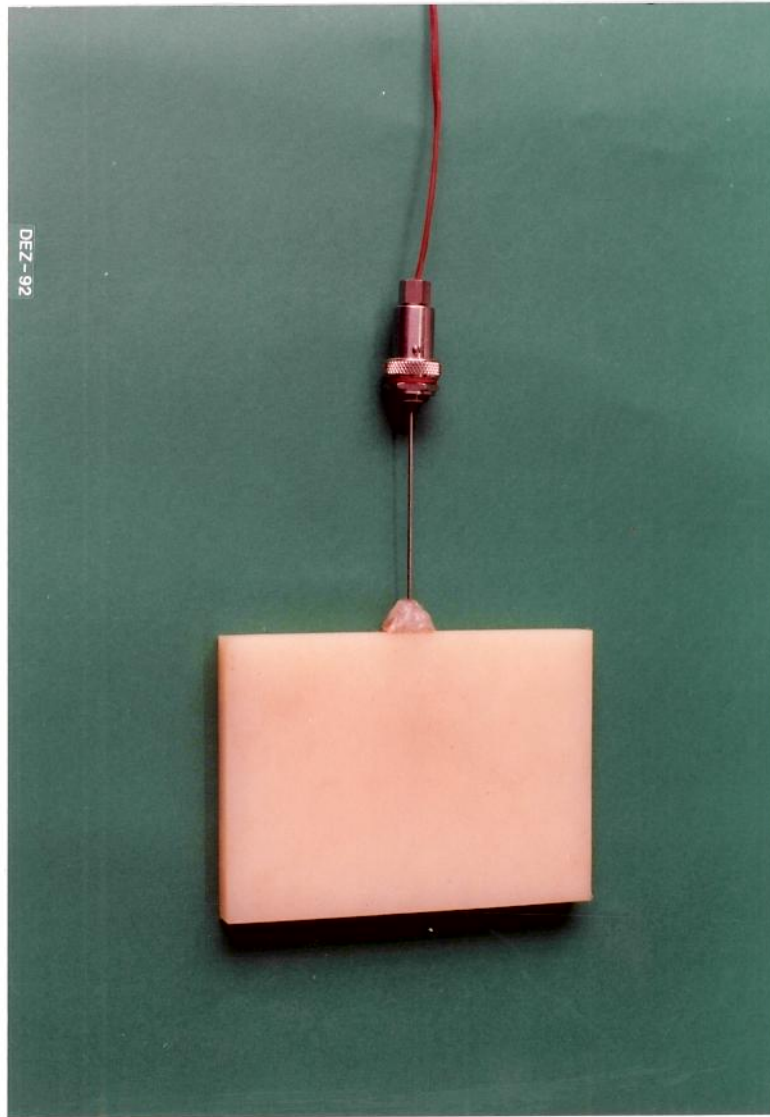


Figura 8: Instalação de um termopar num bloco simulador para os ensaios de penetração de calor.

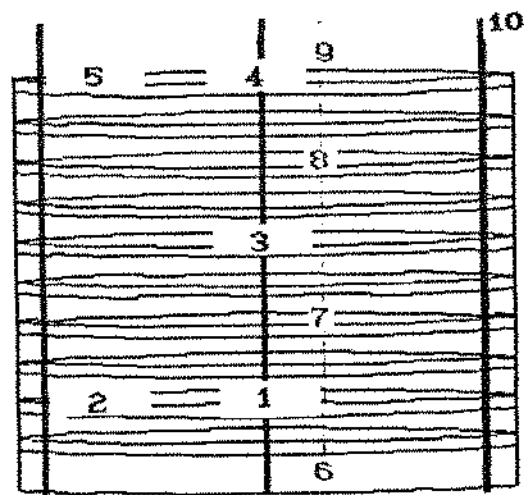


Fig. 9: Posição dos termopares durante os ensaios de penetração de calor em blocos simuladores. Termopares 1-5: nos blocos, termopares 6-9: no meio de aquecimento, e termopar 10: na entrada da água de resfriamento.

### 3.7.1. Tratamento dos dados experimentais dos ensaios de penetração de calor em blocos simuladores:

Os dados de tempo e temperatura adquiridos foram transferidos para arquivos e analisados por meio de um programa SAS 6.03 e de um pacote de programas em linguagem *GW-Basic* e *Fortran* instalados num computador PC-XT (*Nexus 2600, Scopus S/A, Brasil*) e VAX 11/785 (ver Anexo de programas).

Para cada ensaio foi construído um gráfico de "história térmica" com a temperatura no centro geométrico dos blocos e a temperatura do meio de aquecimento versus tempo (Fig. 52 a 59). Nestes gráficos foi também indicado o "tempo de subida".

#### 3.7.1.1. Tratamento dos dados de aquecimento dos ensaios de penetração de calor em blocos simuladores

Os dados experimentais obtidos na etapa de aquecimento dos ensaios de penetração de calor em blocos simuladores foram analisados segundo os dois métodos citados abaixo, recomendados por PFLUG (1992). O motivo disto foi a longa duração do "tempo de subida" nos ensaios em água com sobrepressão, indicando que a aplicação do método de Ball não fosse apropriada.

1. Para cada bloco foi determinado o tempo necessário para atingir ( $T_1 - 2$  °C) no centro geométrico, segundo PFLUG (1964) e PFLUG & BORRERO (1967), estudando a influência da posição e do tipo de meio de aquecimento através da técnica de Análise de Variância para um desenho experimental de blocos incompletos aleatorizados (STEEL e TORRIE, 1980).

Quando determinada a presença de diferenças significativas, foi aplicado o teste de comparação de médias da "Mínima Diferença Significativa" (STEEL e TORRIE, 1980).

2. Para os blocos processados em vapor puro ou naqueles meios que apresentaram um aquecimento tão rápido como o vapor puro, foi aplicado o método de Ball (citado por PFLUG, 1990) realizando a correção do tempo de aquecimento pelo "tempo de subida".

O método de Ball considera que o tratamento térmico aplicado sobre o produto durante o "tempo de subida" é equivalente ao obtido pela exposição do alimento a uma temperatura igual a "T<sub>1</sub>" por um período igual a 42 % do "tempo de subida".

Para cada ensaio foi calculada a temperatura média de aquecimento ( $\bar{T}_1$ ) e construída a curva semilogarítmica de aquecimento ( $\log [\bar{T}_1 - T]$  vs. tempo corrigido por tempo de subida, "t<sub>B</sub>") para cada um dos 5 blocos estudados. Para o intervalo retilíneo de cada curva foi ajustada uma reta por regressão linear segundo a Eq. (26). A "taxa de aquecimento" (f<sub>h</sub>) foi calculada como o inverso negativo da inclinação da reta.

O "fator de atraso do aquecimento" foi calculado a partir da intersecção da reta no tempo zero corrigido ( $\bar{T}_1 - T_0$ ) segundo a Eq. (27), com "T<sub>a</sub>" e "T<sub>0</sub>" denominadas "temperatura pseudo-inicial" e "temperatura inicial" correspondentes ao tempo zero corrigido e tempo zero real, respectivamente.

$$\log (\bar{T}_1 - T) = - \frac{t_B}{f_h} + \log 1/2_{10} \cdot (\bar{T}_1 - T_0) \quad (26)$$

$$j_h = (\bar{T}_1 - T_a) / (\bar{T}_1 - T_o) \quad (27)$$

A influência da posição e do tipo de meio de aquecimento, sobre os parâmetros "fh" e "jh" foi estudada através da técnica de Análise de Variância para um desenho experimental de blocos incompletos aleatorizados. Quando determinada a presença de diferenças significativas, foi aplicado o teste de comparação de médias da "Mínima Diferença Significativa" (STEEL e TORRIE, 1980).

A partir do "fh" médio dos blocos simuladores em vapor puro foi calculado um "h" limitante como definido por TUNG *et alii* (1989). Através da interação entre as Eq. (28), (29) e (30), deduzidas a partir da solução exata para a condução de calor num bloco simulador aquecido num meio a T1.

Como dado de entrada foi utilizado um "fh". 5 % maior ao valor médio obtido com vapor puro. As dimensões dos blocos simuladores foram: espessura = 15 mm (2a), largura = 110 mm (2b), comprimento = 150 mm (2c). As propriedades térmicas do nylon-6 foram: difusividade térmica  $\alpha = 9,3 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2/\text{s}$  e condutividade térmica  $k = 0,245 \text{ W/m}^\circ\text{C}$  (TUVE, 1970).

$$f_h = \frac{2.303}{\alpha \cdot \left[ \frac{\epsilon_a}{a^2} + \frac{\epsilon_b}{b^2} + \frac{\epsilon_c}{c^2} \right]} \quad (28)$$

Com " $\epsilon_i$ " = primeira raiz da Eq. (29) e "i" = a, b, c.

$$s_v \cdot \tan(\alpha) = Bi_v \quad (29)$$

$$Bi_v = \frac{h \cdot i}{k} \quad (30)$$

### 3.7.1.2. Tratamento dos dados de resfriamento dos ensaios de penetração de calor em blocos simuladores

Para cada ensaio foi calculada a temperatura média de entrada da água de resfriamento ( $\bar{T}_c$ ). A análise dos dados foi análoga à dos dados de aquecimento, segundo os dois métodos abaixo:

1. Para todos os meios de aquecimento foi calculado o tempo necessário para atingir ( $\bar{T}_c + 20$  °C) em cada bloco simulador.

Para estudar o efeito do tipo de meio de aquecimento e da posição do bloco sobre as prateleiras, os resultados foram submetidos a "Análise de Variância" para um desenho experimental de blocos incompletos aleatorizados. Quando detectadas diferenças significativas foi aplicado o teste de comparação de médias da "Mínima Diferença Significativa" (STEEL e TORRIE, 1980).

2. Para o resfriamento dos blocos processados em vapor puro e misturas de vapor/ar foi aplicado o método indicado por PFLUG (1992). Foram construídos gráficos semilogarítmicos para cada um dos 5 blocos com o logaritmo decimal de  $(T - \bar{T}_c)$  na ordenada e o tempo medido ao longo do resfriamento ( $t_c$ ) na abcissa. Na parte retilínea da cada curva foi aplicada a regressão linear.

As "taxas de resfriamento" foram calculadas como o inverso negativo da inclinação da reta segundo a Eq. (31).

Os "fatores de atraso do resfriamento" foram calculados segundo a Eq. (32), sendo respectivamente  $(T_{ga} - \bar{T}_c)$  a interseção da reta, e  $T_{ga}$  e  $T_g$  igual à temperatura pseudo inicial e inicial real no centro do bloco no começo do resfriamento.

$$\log (T - \bar{T}_c) = - \frac{t_c}{f_c} + \log [j_c \cdot (T_g - \bar{T}_c)] \quad (31)$$

$$j_c = \frac{(T_{ga} - \bar{T}_c)}{(T_g - \bar{T}_c)} \quad (32)$$

O efeito do tipo de meio de aquecimento e da posição do bloco simulador sobre os parâmetros " $f_c$ " e " $j_c$ " foi estudado através da técnica de "Análise de Variância" para um modelo experimental de blocos incompletos aleatorizados. Quando detectadas diferenças significativas foi aplicado o teste de comparação de médias da "Mínima Diferença Significativa" (STEEL e TORRIE, 1980).



### 3.8. Ensaaios em bolsas esterilizáveis

Os ensaios em bolsas esterilizáveis tiveram como objetivo estudar o desempenho do material de embalagem e a penetração de calor de bolsas contendo 160 g de uma suspensão aquosa de bentonita 10 % (p/p) e 0; 15 e 30 mL de ar residual, submetidas a um tratamento termico de 15 min a 121 °C em uma mistura com 90 % de vapor.

Foram utilizadas bolsas esterilizáveis marca *American National Can* (*American National Can Inc.*, EUA), do tipo "foil pouch M - 4333" de 125 x 175 mm. Este tamanho, conhecido como embalagem para "varejo", é utilizado para alimentos em porções individuais. A estrutura declarada pelo fabricante foi:

Filme Interior: polipropileno modificado 76 µm.

Adesivo.

Barreira Média: alumínio 13 µm.

Adesivo.

Filme Exterior: poliéster 12 µm.

A bentonita utilizada foi do tipo *Brasrel - FF* (*Bentonit União Nordeste S.A.*, Brasil). A suspensão aquosa de bentonita 10 % (p/p) foi preparada segundo BALL & OLSON (1957), autoclavada 15 min a 121 °C, deixando resfriar no meio ambiente até atingir a temperatura de enchimento (70 - 90 °C).

O enchimento de 160 g de suspensão de bentonita foi realizado com as bolsas na posição vertical, colocando um tubo plástico de Ø = 25 mm e 70 mm de comprimento na boca da embalagem para evitar a contaminação da região de solda antes da selagem (Figura 10).



Fig. 10: Enchimento das bolsas esterilizáveis com suspensão de bentonita.

Todas as soldas do topo da embalagem foram realizadas por uma seladora Selovac CV-60 (Selovac Ltda., Sao Paulo). As bolsas foram colocadas dentro da câmara de vácuo inclinadas 30° e seladas por "impulso elétrico" sob vácuo de 20 pol de mercúrio (67 kPa abs), utilizando as condições de selagem selecionadas no Item 3.8.1.12..

No topo de cada bolsa foram realizadas 3 soldas, uma adjacente à outra. Após a primeira solda a região de selagem foi limpa com papel absorvente para eliminar a possibilidade de contaminação da segunda e terceira solda, assegurando assim, a hermeticidade da embalagem.

No topo das bolsas fechadas foi construído um septo de borracha de silicone, através do qual foram injetadas distintas quantidades de ar, em condições ambientais, correspondendo a 15 e 30 mL nas condições padrão (20 °C e 101 kPa abs). Também foram processadas bolsas sem a injeção de ar (0 mL injetado).

O tratamento térmico foi realizado em duplicata, conforme descrito no Item 3.3. e 3.4.. A pressão foi suspensa quando a temperatura nas bolsas com termopar foi menor ou igual a 95 °C como sugerido por WHITAKER (1971).

O peso e espessura no centro das bolsas foram medidos antes e depois da esterilização, visando detectar vazamentos.

A avaliação visual das soldas e superfícies das bolsas foi realizada nas embalagens cheias com bentonita, antes e depois do tratamento térmico.



Figura 11: Selagem de topo das bolsas esterilizáveis.

A Tabela 5 ilustra a posição das bolsas durante cada tratamento térmico, bem como o volume de ar residual injetado em cada uma delas, e os ensaios aos quais foram submetidas. Os espaços livres sobre o conjunto de prateleiras foram preenchidos com blocos simuladores.

Após o processo, as bolsas foram abertas e o volume de ar residual foi medido através do método indicado em CETEA (1989). Após a retirada da suspensão de bentonita, as bolsas vazias foram acondicionadas a 23 °C e 50 % de umidade relativa, como descrito no método ASTM-E-171-87 (ASTM, 1987), para os ensaios de desempenho do material de embalagem. Estes ensaios foram divididos em duas partes:

1. Avaliação do efeito do volume de ar residual e do processamento térmico sobre desempenho do material de embalagem (Item 3.8.1.).
2. Estudo do efeito do ar residual sobre a penetração de calor nas bolsas (Item 3.8.2.).

**Tabela 5: Posição, volume de ar injetado e ensaios realizados sobre bolsas esterilizáveis.**

BOLSA	P R A T E L.	P O S I Ç.	VOL. AR INJ. (mL)		ENSAIOS DE DESEMPENHO					ENSAIOS DE PENETRAÇÃO DO CALOR
					SOLDAS				BOLSAS	
					APAR ENCIA	PRES. INT.	TRA- ÇÃO	FUSÃO	APAREN CIA	
1 2 3	1	A B C	30 0 15	30 15 0	✓ ✓ ✓	nd nd nd	✓ ✓ ✓	✓ ✓ ✓	✓ ✓ ✓	✓ ✓ ✓
4 5 6	2	D E F	0 30 15	15 30 0	✓ ✓ ✓	nd nd nd	✓ ✓ ✓	✓ ✓ ✓	✓ ✓ ✓	✓ ✓ ✓
7 8 9	3	A B C	30 15 0	30 0 15	✓ ✓ ✓	✓ ✓ ✓	nd nd nd	nd nd nd	✓ ✓ ✓	nd nd nd
10 11 12	4	D E F	30 0 15	0 15 30	✓ ✓ ✓	✓ ✓ ✓	nd nd nd	nd nd nd	✓ ✓ ✓	nd nd nd

R1 R2 = Repetição 1 e 2 ,respectivamente.

✓ Ensaio realizado.

nd Não determinado.

### 3.8.1. Efeito do volume de ar residual e do processamento térmico sobre o desempenho do material de embalagem

O objetivo destes ensaios foi estudar a influência do tratamento térmico e do volume de ar residual sobre o desempenho do material de embalagem.

Estes ensaios foram realizados em duas etapas: 1. Ensaios preliminares e 2. Ensaios de desempenho do material de embalagem antes e depois do tratamento térmico.

Antes de realizar os ensaios o material foi acondicionado a 23 °C e 50 % de umidade relativa como descrito no método ASTM-E-171-87 (ASTM, 1987).

### 3.8.1.1. Ensaios preliminares no material de embalagem

Os ensaios preliminares do material de embalagem compreenderam: a caracterização do laminado, a seleção das condições de selagem de topo, do "volume de enchimento" e do "volume crítico" das bolsas esterilizáveis.

#### 3.8.1.1.1. Caracterização do material de embalagem

A caracterização do material de embalagem envolveu as seguintes determinações:

1. Dimensões externas da embalagem e largura das soldas, segundo o método citado pelo CETEA (1989).

2. Gramatura e espessura das camadas do material plástico e do alumínio, que constituem o laminado, segundo métodos ASTM D 646-86 e ASTM D 274-79, respectivamente (ASTM, 1987).

3. Resistência à tração do laminado, medindo a porcentagem de alongamento e a força de ruptura, segundo método descrito pelo CETEA (1989).

4. Resistência do laminado à pressão, medida pelo método de Müllen, conforme FDA (1984).

### 3.8.1.1.2. Seleção das condições de selagem de topo das bolsas

A seleção das condições de selagem do topo das bolsas foi realizada aumentando a intensidade de solda em forma gradual entre uma embalagem e outra e mantendo o restante das condições de selagem como descrito no Item 3.8..

As termossoldagens produzidas foram avaliadas visualmente e por meio de ensaios de resistência à tração.

A avaliação visual das soldas de topo foi realizada segundo os padrões indicados pela FDA (FDA, 1981), observando a presença de rugas e bolhas. Para a aparência da termossoldagem foram atribuídos graus diferentes segundo a classificação dada por SARANTOPOULOS *et alii* (1986), considerando ao Grau S3, como limite de aceitação para a obtenção de selagens herméticas:

Grau S1: Nenhuma alteração visível.

Grau S2: Pequenas rugas e bolhas.

Grau S3: Irregularidades que comprometeram até a metade da largura da solda.

Grau S4: Irregularidades que comprometeram um pouco mais da metade da largura da solda (aproximadamente 70 %).

Grau S5: Bolhas e rugas que comprometeram todo o comprimento e quase toda a largura da solda.

Grau S6: Bolhas grandes ao longo de todo o comprimento e de toda a largura da solda.

A resistência à tração das soldas foi determinada segundo o método ASTM F 88 - 85 (ASTM, 1987), utilizando um dinamômetro de tração Instron (Instron Universal Testing Instruments, EUA) com separação inicial das garras de 50 mm e uma velocidade de 200 mm/min.



A intensidade de solda que ofereceu simultaneamente a mais alta resistência à tração e excelente aspecto visual (grau S1), foi selecionada para a selagem das bolsas a esterilizar.

#### **3.8.1.1.3. Determinação do volume máximo de enchimento das bolsas**

Para a determinação do "volume máximo de enchimento", como definido no Item 2.5.1.: foi utilizado, como simulador de um alimento, uma suspensão aquosa de bentonita 10 % (p/p) a uma temperatura de 70-90 °C.

Para facilitar o trabalho foi medida a massa de enchimento e o volume foi calculado, considerando uma densidade de 1.070 g/mL como relatado por PETERSON & ADAMS (1983) para o mesmo tipo de suspensão. O enchimento foi realizado como detalhado no Item 3.8..

As bolsas foram inicialmente preenchidas com 93,4 mL (100 g) de suspensão de bentonita aumentando o volume de 9,3 em 9,3 mL (10 em 10 g) e seladas usando as condições selecionadas de selagem.

O "volume máximo de enchimento" foi determinado como o volume máximo preenchido antes da contaminação com suspensão de bentonita na solda do topo.

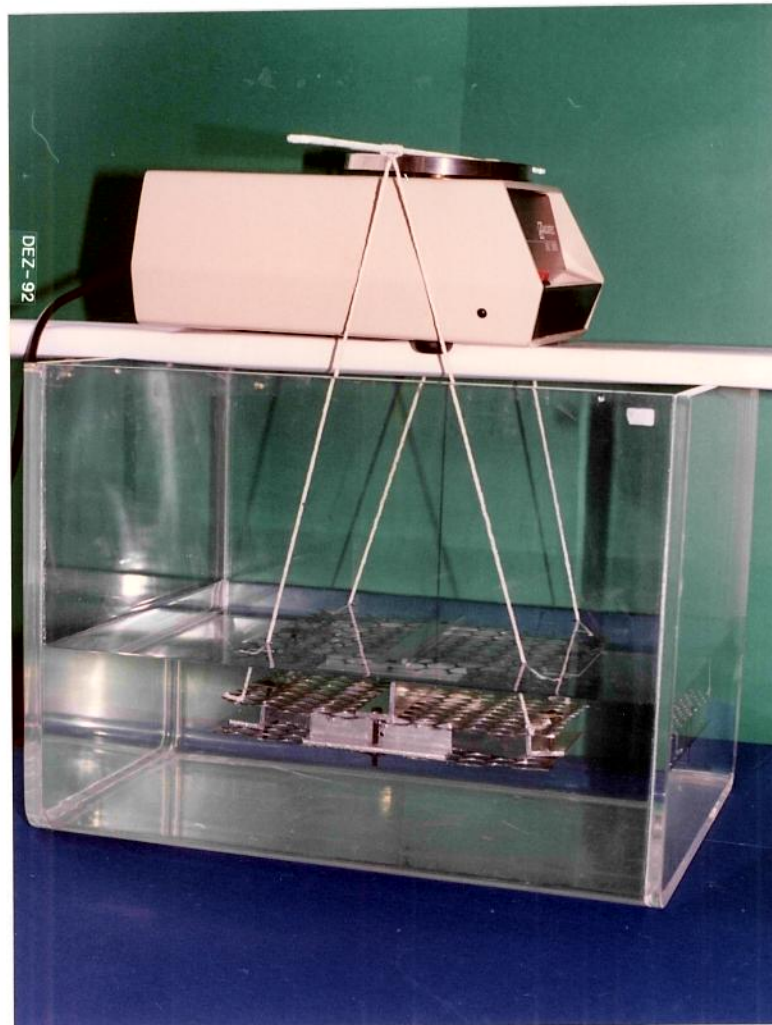
#### **3.8.1.1.4. Determinação do volume crítico das bolsas**

O "volume crítico" das bolsas (definido no Item 2.5.1.), foi determinado injetando quantidades medidas de ar na embalagem através do septo de borracha no topo e medindo a expansão provocada nela.

Quando a expansão começou a se mostrar menor que o volume de ar injetado, como consequência da compressão realizada pela própria embalagem, o volume da bolsa foi denominado "volume crítico".

O ensaio foi realizado em duplicata e todas as medidas de volume foram realizadas sob condições ambientais e corrigidas para 20 °C e 101 kPa abs. O volume da bolsa foi calculado determinando o "empuxo" ascendente na embalagem submersa em água destilada.

Cada bolsa foi preenchida com 160 mL de água destilada e confinada entre duas chapas perfuradas de 175 x 230 mm, separadas 20 mm uma da outra por meio de cantoneiras de alumínio (Figura 12). As chapas perfuradas e as cantoneiras foram do mesmo tipo que as utilizadas na construção do conjunto de prateleiras de confinamento.



**Figura 12: Dispositivo de confinamento utilizado para determinar o volume crítico das bolsas esterilizáveis.**

Através do septo de borracha foram injetadas alíquotas de 5 mL de ar medidos com uma seringa calibrada. Após cada injeção de ar o conjunto foi pesado debaixo da água e calculada a expansão da bolsa.

O experimento foi terminado a partir do momento em que foi observado vazamento de ar pelo septo.

Foram construídos gráficos onde as ordenadas representam a relação entre a mudança de volume da bolsa e o volume de ar injetado e as abcissas o volume total da bolsa.

O "volume crítico" correspondeu ao volume total da bolsa no qual a curva mudou de inclinação zero (horizontal) para inclinação positiva (crescente) como consequência da compressão do ar residual exercida pela embalagem.

#### 3.8.1.15. Cálculo do volume máximo de ar permissível para manter a integridade das bolsas no fim do aquecimento e ao suspender a sobrepressão no resfriamento

O "volume máximo de ar permissível" (VMAP a 20 °C, 101 kPa) para manter a integridade das bolsas contendo suspensão de bentonita foi calculado para duas situações críticas: 1. O fim do aquecimento e 2. O instante em que se suspendeu a sobrepressão no resfriamento.

O VMAP foi calculado através da Eq. (33) deduzida a partir do trabalho de WHITAKER (1971) e YAMANO & KOMATSU (1969).

$$VMAP = \frac{VC - m_{bent} \cdot \left\{ \frac{1}{\rho_{bent}^{20^{\circ}C}} - \frac{\% U_{\text{agua}}}{100} \cdot \left[ \frac{1}{\rho_{\text{agua}}^T} - \frac{1}{\rho_{\text{agua}}^{20^{\circ}C}} \right] \right\}}{FE}$$

(33)

Foi considerada uma massa de 160 g de suspensão de bentonita ( $m_{bent}$ ) com uma densidade a 20 °C de 1.070 g/mL ( $\rho_{bent}^{20^{\circ}C}$ ), como relatado por PETERSON & ADAMS (1983).

A expansão da suspensão de bentonita foi calculada como sendo igual à do seu conteúdo com água ( $\%U_{\text{agua}} = 90 \%$ , p/p).

No término do aquecimento foi considerado que o conteúdo da bolsa se encontrava, respectivamente, a uma temperatura (T), pressão e fator de expansão (FE) de: 121 °C, 126 kPa e 5.43. Para o resfriamento, após a suspensão da aplicação de sobrepressão estes valores foram de 95 °C, 0 kPa e 7.7; respectivamente.

### 3.8.1.2. Ensaios de desempenho do material de embalagem antes e depois de um tratamento térmico

Os ensaios de desempenho do material de embalagem compreenderam o exame das soldas, segundo os critérios indicados pela FDA, para considerar as soldas de bolsas esterilizadas como sendo de "Alto Desempenho", envolvendo: aparência, resistência à pressão interna, resistência à tração e presença de fusão na região de solda (FDA, 1981). Também foi estudado o aspecto visual da superfície das bolsas, antes e depois do tratamento térmico.

Os ensaios do pré-processo foram realizados sobre bolsas vazias seladas no topo sob as condições selecionadas de selagem, enquanto que para os ensaios pós-processo foram utilizadas as bolsas de 1 a 12 de cada uma das duas repetições do tratamento térmico a 121 °C (Tabela 5).

#### 3.8.1.2.1. Exame das soldas segundo os critérios da "Food and Drug Administration"

Foram examinadas as soldas de fundo, lateral e topo das bolsas esterilizáveis. É importante salientar que a solda de topo constava de 3 soldas consecutivas, a primeira em contacto com o produto e as outras duas adjacentes para assegurar a hermeticidade da embalagem. Os resultados apresentados correspondem à primeira solda de topo.

##### 3.8.1.2.1.1. Aparência visual das soldas

A avaliação visual das soldas foi realizada como descrito no item 3.8.1.1.2.. As bolsas apresentando soldas com grau S4 ou maior foram descartadas para o processamento térmico.

Os resultados pré e pós-processo foram representados em diagramas de barras para facilitar a análise.

### **3.8.1.2.1.2. Determinação da resistência da embalagem à pressão interna**

Para a determinação da resistência à pressão interna do pré-processo, foram utilizadas bolsas vazias seladas no topo nas condições selecionadas de selagem.

A resistência pós-processo foi determinada nas embalagens de 7 a 12 colocadas sobre as prateleiras 3 e 4 (Tabela 5).

Em cada embalagem foi feito um orifício de 20 x 20 mm no centro da solda do topo e acoplado um dispositivo de injeção de ar comprimido proveniente de um aparelho *Skye (Mod. 1520 S, Mocon Inc., EUA)*. Através deste equipamento foi aplicada uma pressão constante de 20 psi (138 kPa) durante 30 segundos com a bolsa confinada entre duas placas de aço de carbono a uma distância de 13 mm uma da outra segundo *LAMPI et alii (1976)* e *FDA (1981)*.

É importante salientar que no dispositivo utilizado, a bolsa foi mantida presa ao aparelho de injeção de ar pelo topo, de forma que só foram avaliadas as soldas de fundo e laterais (originais de fábrica).

Os resultados do teste foram expressos como positivo ou negativo para as bolsas que resistiram ou não respectivamente.

### **3.8.1.2.1.3. Determinação da presença de fusão na região de solda das bolsas**

A presença de fusão na região da solda foi determinada durante os ensaios de tração, observando o tipo de ruptura apresentada.

O ensaio foi considerado negativo se após a tração fosse

possível identificar perfeitamente as superfícies interiores da selagem e positivo se observasse a quebra do filme interno (SARANTOPOULOS, *et alii*, 1986).

#### 3.8.1.2.1.4. Determinação da resistência à tração das soldas das bolsas

A resistência à tração das soldas foi determinada utilizando a metodologia e equipamento detalhados no item 3.8.1.1.2..

Os ensaios pré-processo foram realizados sobre bolsas vazias seladas, enquanto que as determinações pós-processo foram realizadas nas bolsas 1 a 6 instaladas nas prateleiras 1 e 2 (Tabela 5).

A análise dos resultados foi realizada em duas direções, estudando por um lado a influência conjunta da operação de enchimento, selagem de topo e tratamento térmico; e pelo outro a influência da quantidade de ar residual sobre a resistência à tração das soldas de bolsas esterilizadas.

A influência conjunta da operação de enchimento, selagem de topo e tratamento térmico sobre a resistência à tração das soldas foi estudada por comparação das médias obtidas nos ensaios pré-processo de bolsas vazias contra os resultados do pós-processo de bolsas com suspensão de bentonita sem ar injetado (0 mL). Foi feita a comparação dos intervalos de confiança para cada média, calculados através da distribuição de probabilidades "t" de Student.

A influência da quantidade de ar residual (x) sobre a resistência à tração das soldas (y), foi estudada testando a



hipótese do ajuste a uma reta horizontal ( $y = 0 \cdot x + b$ ). Os cálculos foram realizados por meio de um programa utilizando o procedimento "REG" do pacote SAS 6.03 instalado no computador PC-XT (Nexus 2600, Scopus S.A., São Paulo) (ver anexo de programas).

#### 3.8.1.2.2. Aparência visual da superfície das bolsas

A FDA não faz referência ao controle da aparência visual das faces da embalagem, mas por ser um fator de grande importância do ponto de vista do consumidor, esta foi incluída nos ensaios realizados neste trabalho.

O aspecto visual de cada embalagem (1 a 12) foi avaliado antes e depois do tratamento térmico, medindo a porcentagem amassada da área total exposta pela bolsa, atribuindo um grau segundo a escala embaixo:

Grau B1: Nenhuma alteração visível.

Grau B2: Menos de 25 % da área amassada.

Grau B3: De 25 a 50 % da área amassada.

Grau B4: Mais de 50 % da área amassada.

Os resultados foram representados em diagramas de barras para facilitar a comparação e análise.

#### 3.8.2. Ensaio de penetração de calor em bolsas esterilizáveis

O objetivo dos ensaios de penetração de calor em bolsas esterilizáveis foi estudar o efeito da quantidade de ar residual

sobre as "taxas e fatores de atraso" do aquecimento ( $f_h$  e  $j_h$ , respectivamente) e do resfriamento ( $f_c$  e  $j_c$ , respectivamente). As embalagens foram confinadas na posição horizontal contendo 160 g de suspensão aquosa de bentonita 10 % (p/p) e uma espessura máxima de expansão de 20 mm processadas a 121 °C durante 5 min em uma mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar.

Para medir a temperatura dentro de cada bolsa foi utilizado um termopar "T" de Cobre - Constantan do tipo "agulha" de 4,5 pol (114 mm) de comprimento (CNL, *Ecklund Custom Thermocouples*, EUA).

O termopar foi introduzido na embalagem por meio de um prensa-gaxeta de latão (*Stuffing Box for Retort Pouch*, *Ecklund Custom Thermocouples*, EUA) instalado na solda de fundo da bolsa através de um furo de 6 mm, com arruelas de vedação em ambos os lados da embalagem.

A junta do termopar foi fixada no centro geométrico da bolsa utilizando um suporte de "Teflon" em forma de cruz, cuja altura foi a mesma que a espessura máxima de expansão (20 mm). O suporte foi colado nas duas faces internas da embalagem por meio do adesivo para poliolefinicos "406+757" (*Loctite do Brasil Ltda.*), como relatado por MASSAGUER *et alii* (1992). Os termopares foram aterrados como indicado por PETERSON & ADAMS (1983).

Após a instalação do termopar em cada bolsa, o tratamento dado às embalagens foi aquele indicado no Item 3.8.

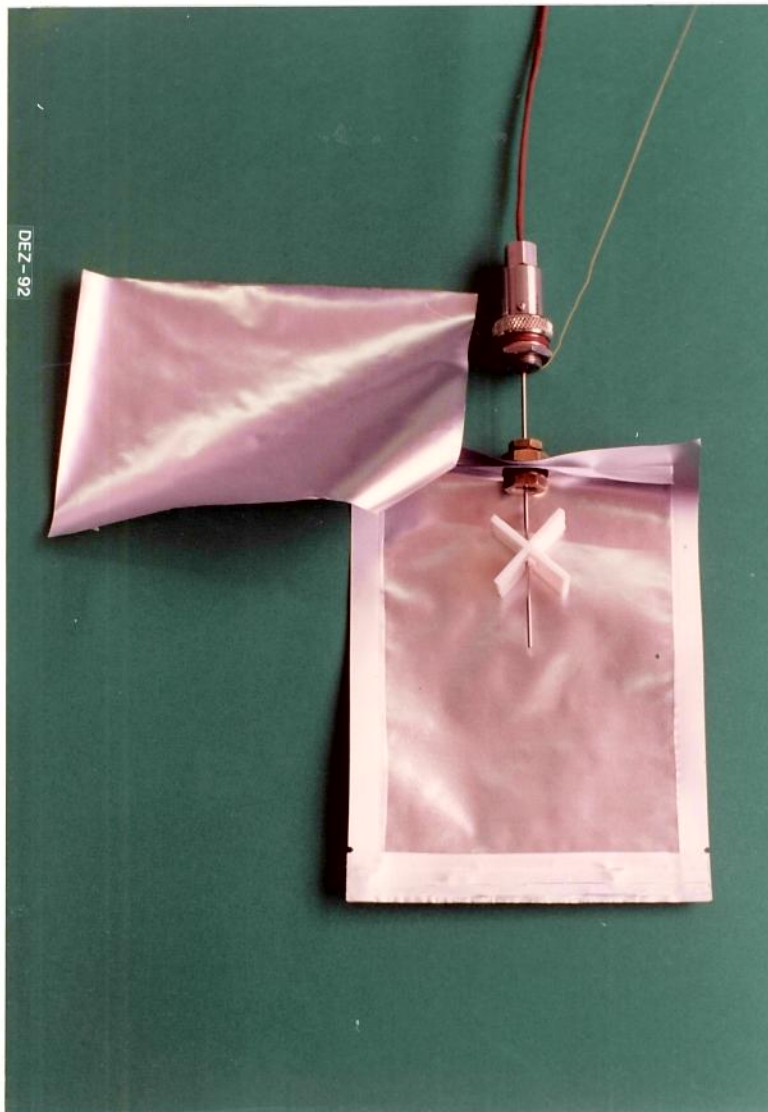
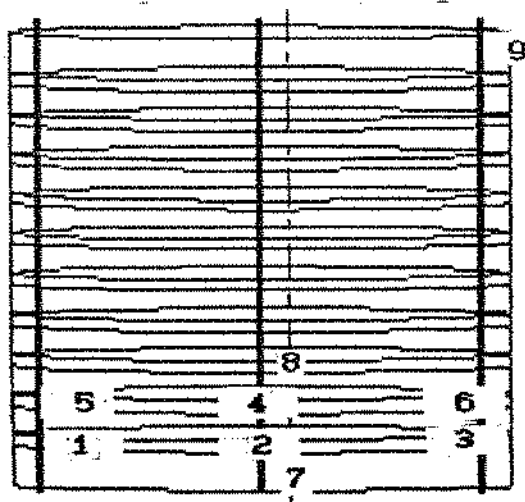


Figura 13: Instalação do termopar nas bolsas para os ensaios de penetração de calor.

A penetração de calor foi medida nas bolsas 1 a 12 instaladas sobre as prateleiras 1 e 2 (Tabela 5). A temperatura do meio de aquecimento foi medida embaixo da prateleira 1 e acima da prateleira 2 sobre um mesmo eixo vertical passando 5 cm à direita do centro da mesma. A temperatura da água de resfriamento foi medida na entrada superior à direita (posições referidas na frente da autoclave). Estes termopares foram instalados conforme item 3.6.. A aquisição dos dados de tempo e temperatura foi realizada segundo o item 3.5.. Os espaços livres sobre as prateleiras de confinamento foram preenchidos com blocos simuladores.

A Figura 14 ilustra a posição dos termopares utilizados para medir a temperatura das bolsas, do meio de aquecimento e da entrada de água fria.



**Fig. 14:** Posição dos termopares durante os ensaios de penetração de calor em bolsas esterilizáveis. Termopares 1 - 6 nas bolsas, termopares 7 e 8 no meio de aquecimento e termopar 9 na entrada da água de resfriamento.

### 3.8.2.1. Tratamento dos dados experimentais dos ensaios de penetração de calor em bolsas

Os dados de tempo e temperatura adquiridos foram transferidos para arquivos e analisados por meio do programa SAS 6.03 e de um pacote de programas em linguagem *GW-Basic* e *Fortran* instalados num computador PC-XT (*Nexus 2600*, *Scopus S/A*, Brasil) e VAX 11/785 (ver anexo de programas).

Para cada ensaio foi construído um gráfico de "história térmica" com a temperatura lida no centro da bolsa e no meio de aquecimento versus tempo. Nestes gráficos foram indicados o "tempo de subida", o "tempo de processo" e o "tempo de resfriamento".

O tratamento dos dados de tempo e temperatura foi o mesmo para os blocos simuladores, construindo as curvas semilogarítmicas de aquecimento e resfriamento. A partir delas, determinou-se o tempo para atingir  $(T_i - 2 \text{ }^\circ\text{C})$  e  $(T_c + 20 \text{ }^\circ\text{C})$  no centro das bolsas e os parâmetros "fh", "jh", "fc" e "jc", com a correção por "tempo de subida" (ver Item 3.7.1.).

Para cada bolsa foi calculado também o valor da "letalidade integrada" ( $F_0$ ) pelo método geral descrito por PATASHNIK (1953), calculando separadamente o valor correspondente ao aquecimento, resfriamento e ao processo total.

Para facilitar a análise, os resultados foram agrupados conforme o volume de ar residual em três classes: de 1 a 11 mL, de 12 a 22 mL e de 23 a 33 mL. As médias de cada classe foi apresentada em gráficos de barras para permitir a comparação.

A influência da quantidade de ar residual ( $x$ ) sobre os resultados acima determinados ( $y$ ), foi estudada testando-se a hipótese do ajuste a uma reta horizontal ( $y = a \cdot x + b$ ). Os

cálculos foram realizados por meio de um programa utilizando o procedimento "REG" do pacote SAS 6.03 instalado no computador PC-XT (Nexus 2600, Scopus S.A., São Paulo) (anexo de programas).

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1. Ensaios de distribuição de calor na autoclave modificada

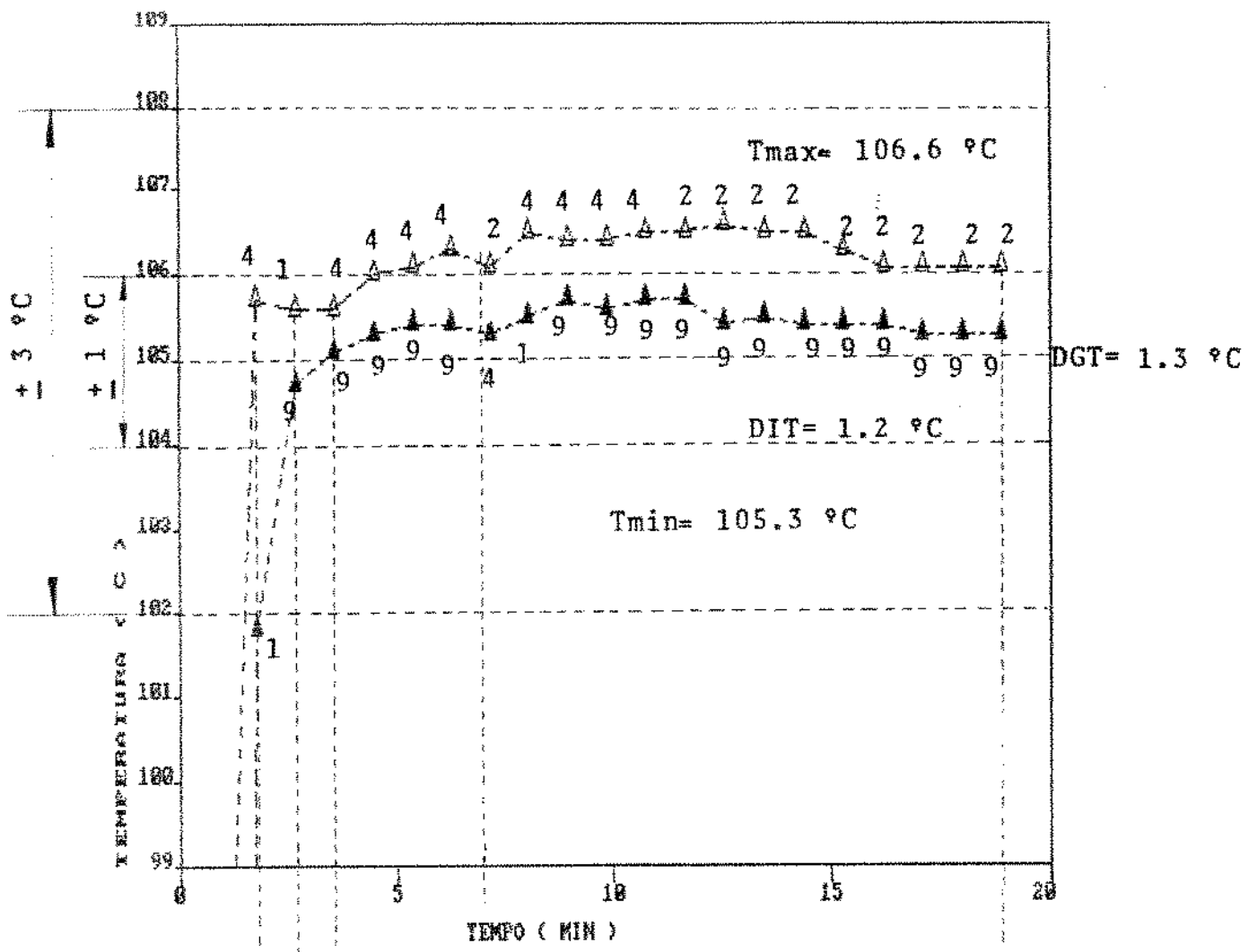
#### 4.1.1. Etapa de aquecimento nos ensaios de distribuição de calor

O exame visual das curvas de "temperaturas máximas e mínimas" para a etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor (Fig. 15 a 29) permitiu distinguir claramente 3 comportamentos diferentes, conforme o meio de aquecimento utilizado:

1. O vapor puro apresentou uma rápida ascensão e estabilidade de temperaturas, onde as curvas de temperaturas máximas e mínimas apresentaram valores bem próximos. Isto evidencia uma boa homogeneidade da temperatura durante o aquecimento (Fig. 15 a 17).

2. As misturas de vapor/ar mostraram um perfil similar ao do vapor puro, porém sempre apresentaram um valor máximo após atingir  $T_1$ . Este valor máximo decorre da inércia do sistema de controle de temperatura, no controle simultâneo de temperatura e pressão. Nas Fig. 18 a 23 pode ser observado também que conforme se aumentou a concentração de ar na mistura (e a sobrepressão), maior foi a separação entre as curvas de máximos e mínimos, ou seja, menor foi a homogeneidade de temperaturas.

3. Por último, nas curvas correspondentes a água com sobrepressão (Fig. 24 a 29) foi observada uma subida de temperatura bem mais lenta do que com vapor puro. Em alguns casos, os valores máximos de temperatura se apresentaram no instante em que se atingiu  $T_1$ , porém foram de menor magnitude que os observados para as misturas vapor/ar. Da mesma forma que para estas misturas, nos processos sob água o aumento da sobrepressão conduziu temperaturas menos homogêneas, com uma maior separação das curvas de máximos e mínimos.



18.9 min: Fim  
Aquecimento

7 min: Fim Desaeração

3.6 min: Fim Tempo Subida

2.7 min: Todos os Pontos a  $105 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$  e  $105 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$

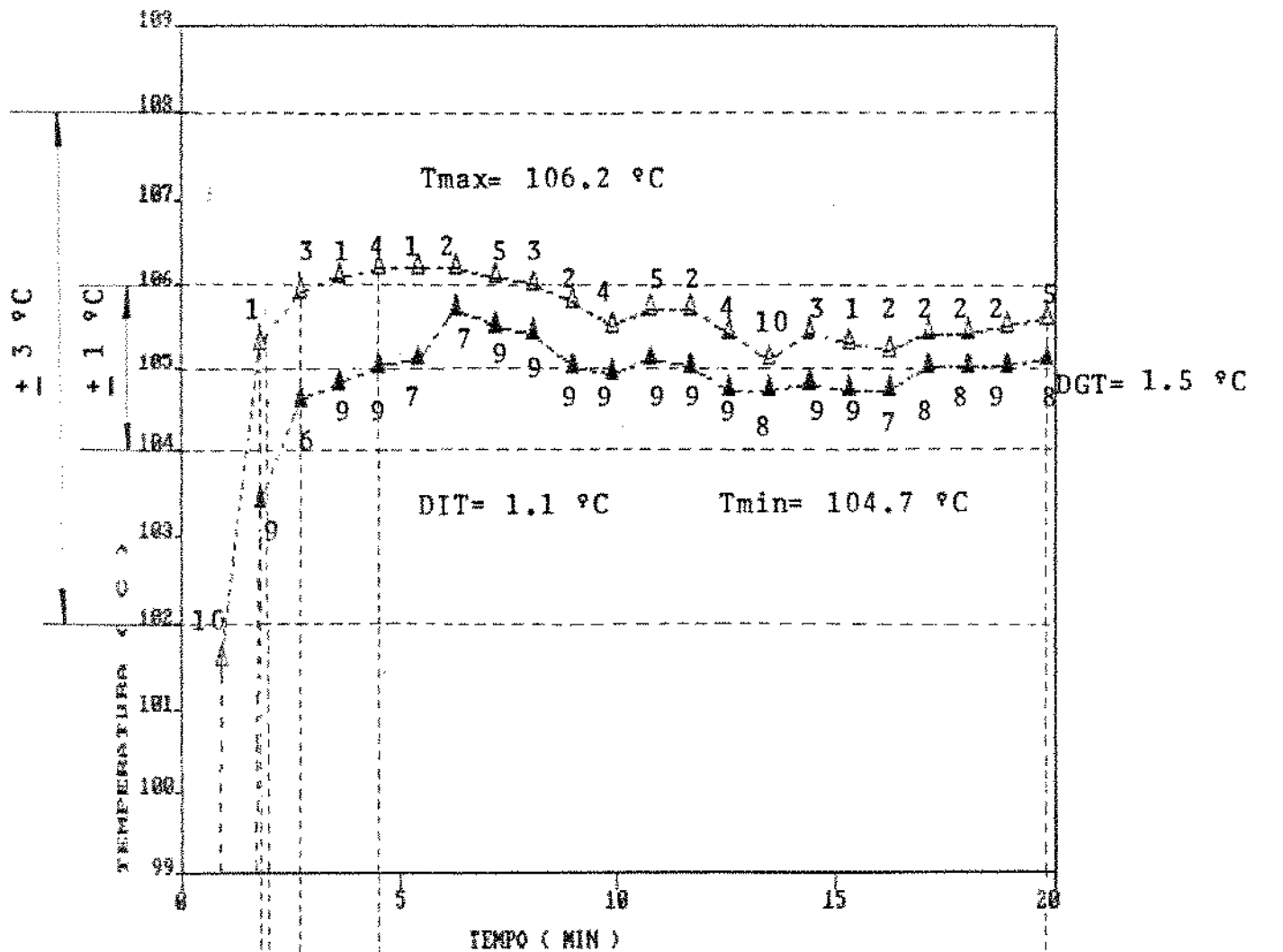
1.8 min: 1º Ponto a  $105 \text{ }^\circ\text{C}$

Figura 15: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em vapor puro a  $105 \text{ }^\circ\text{C}$  (20 kPa).









19.8 min: Fim  
Aquecimento

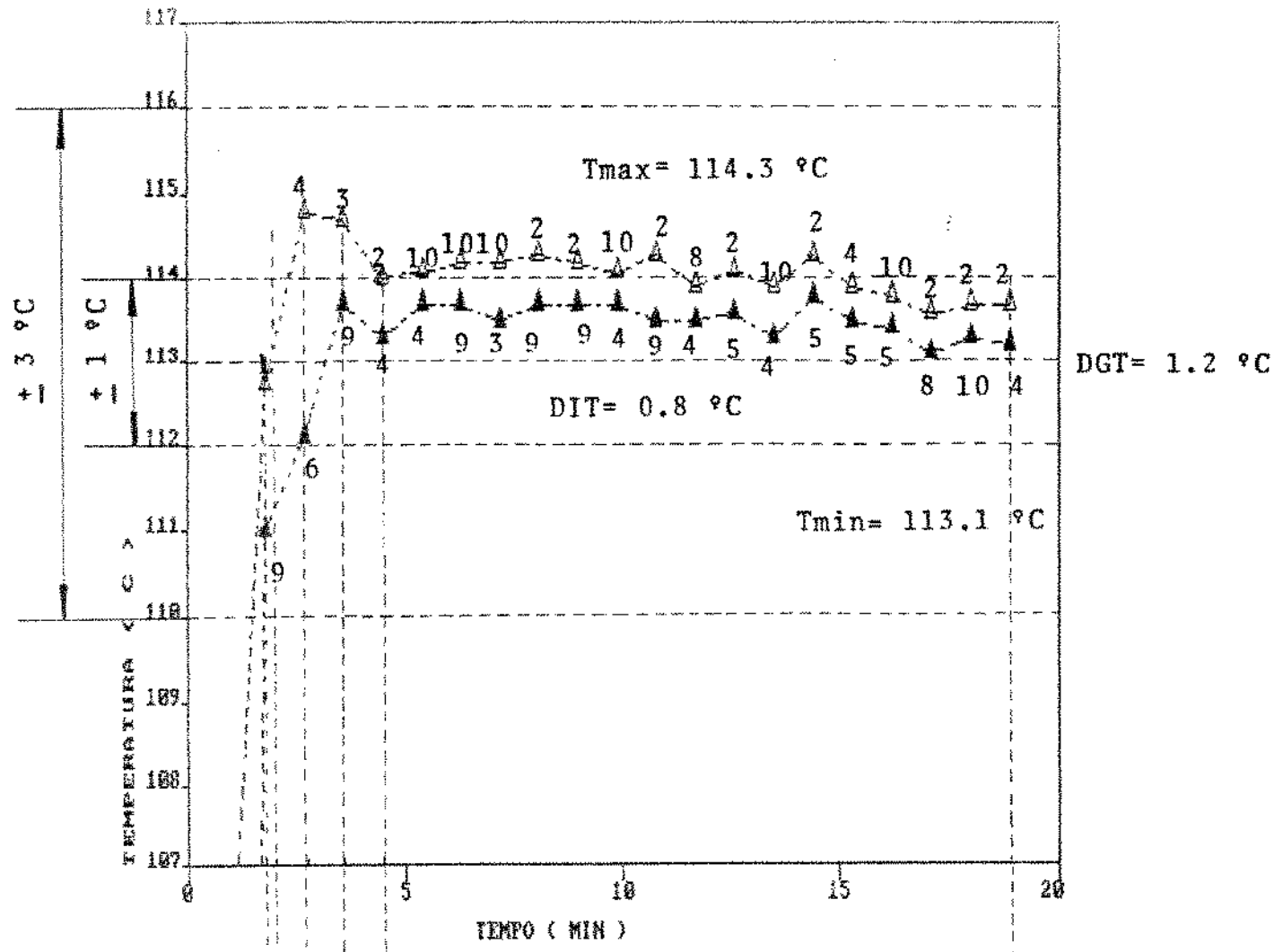
4.5 min: Fim Tempo Subida

2.7 min: Todos os Pontos a  $105 \pm 1 \text{ } ^\circ\text{C}$

2 min: Fim Aquecimento com Vapor Puro

1.8 min: 1 ° Ponto a  $105 \text{ } ^\circ\text{C}$ , Todos os Pontos a  $105 \pm 3 \text{ } ^\circ\text{C}$

Figura 18: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar (33 kPa) a  $105 \text{ } ^\circ\text{C}$



18.9 min: Fim Aquecimento

4.5 min: Todos os Pontos a  $113 \pm 1 \text{ } ^\circ\text{C}$

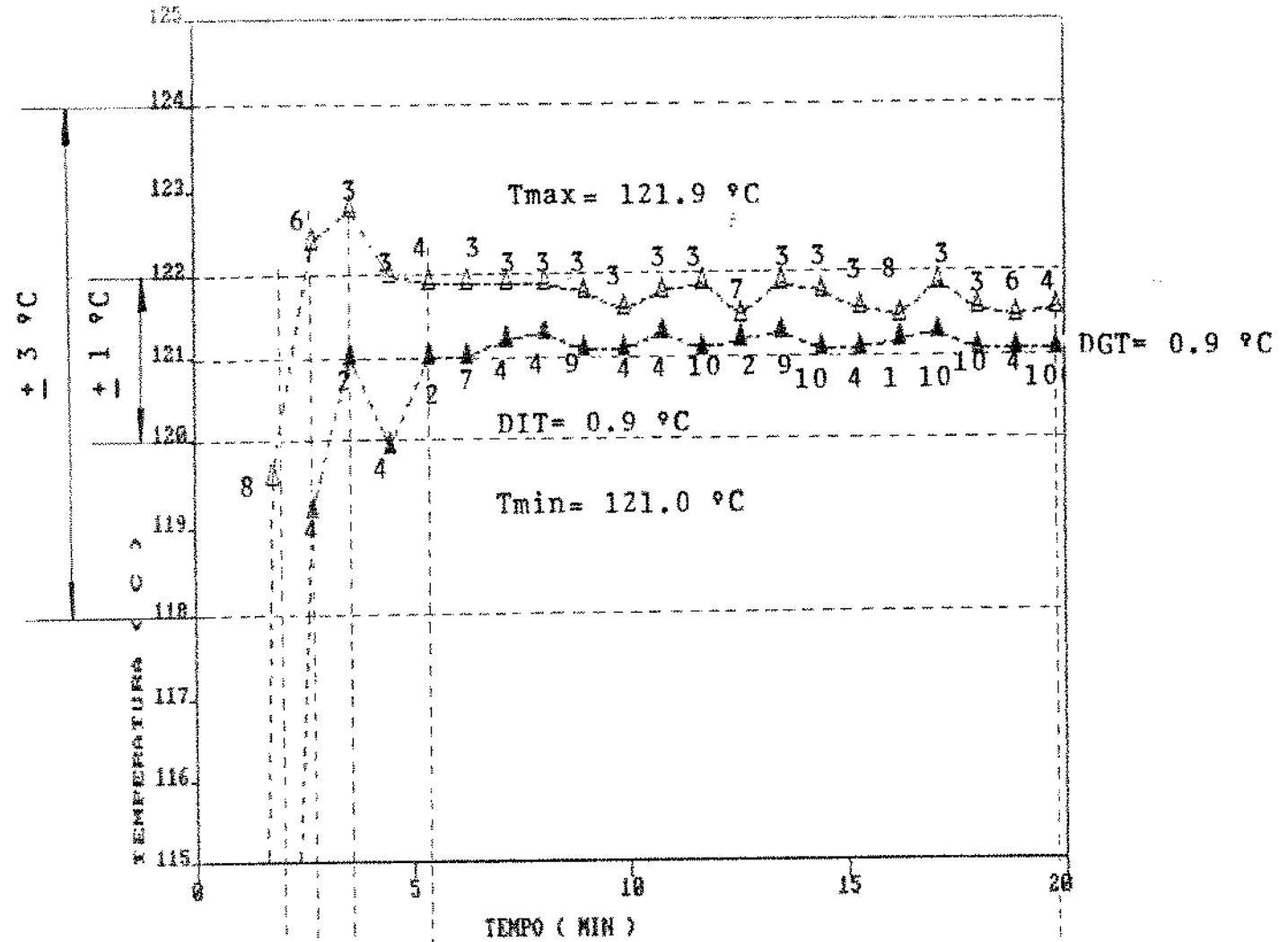
3.6 min: Fim Tempo Subida

2.7 min: 1º Ponto a  $113 \text{ } ^\circ\text{C}$

2.0 min: Fim Aquecimento com Vapor Puro

1.8 min: Todos os Pontos a  $113 \pm 3 \text{ } ^\circ\text{C}$

Figura 19: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar (75 kPa) a  $113 \text{ } ^\circ\text{C}$



19.8 min:

Fim Aquecimento  
to

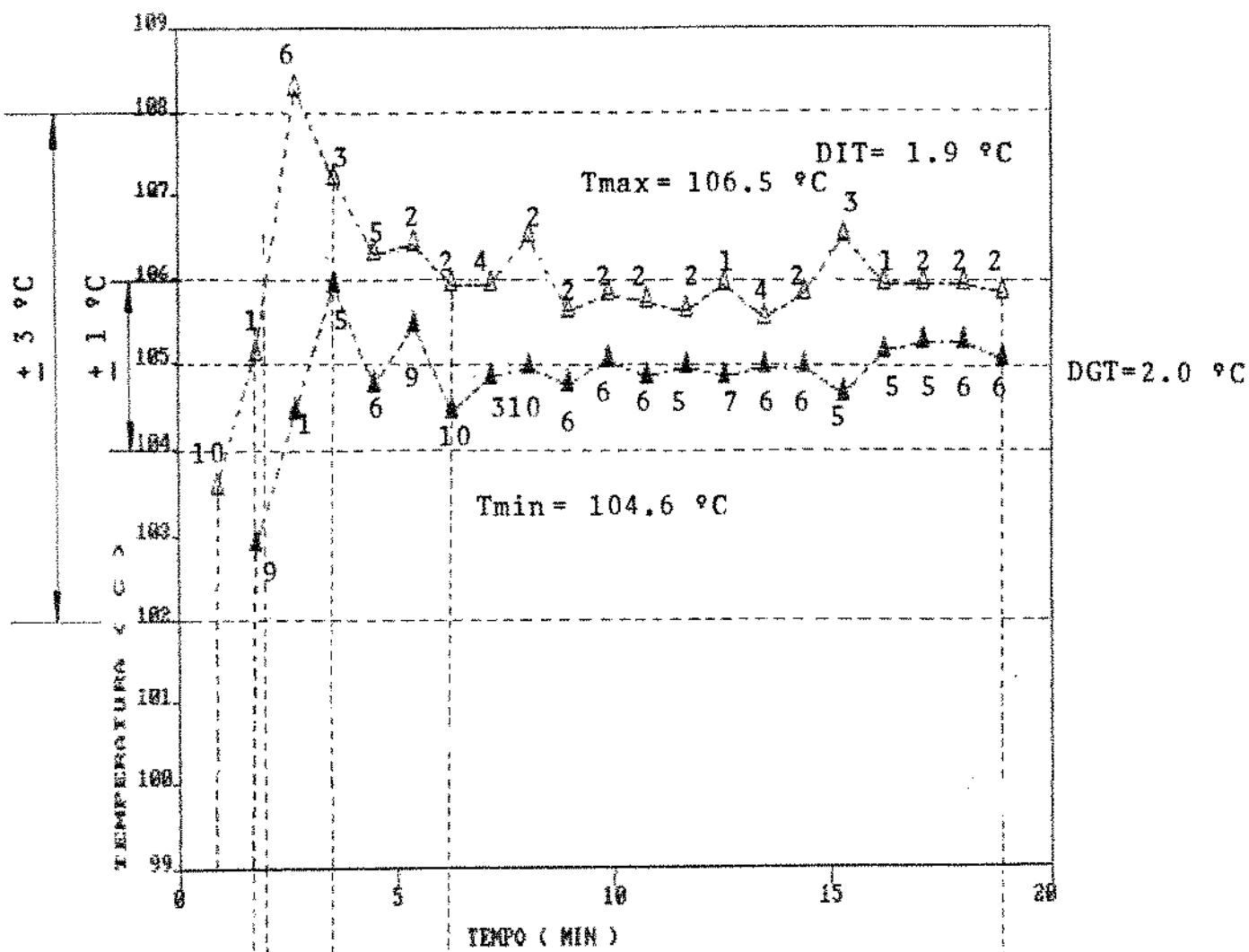
5.4 min: Todos os Pontos  
a  $121 \pm 1$  °C

3.6 min: Fim Tempo Subida

2.7 min: 1º Ponto a 121 °C,  
Todos os Pontos a  $121 \pm 3$  °C

2.0 min: Fim Aquecimento com Vapor Puro

Figura 20: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar (126 kPa) a 121 °C.



18.9 min: Fim  
Aquecimento

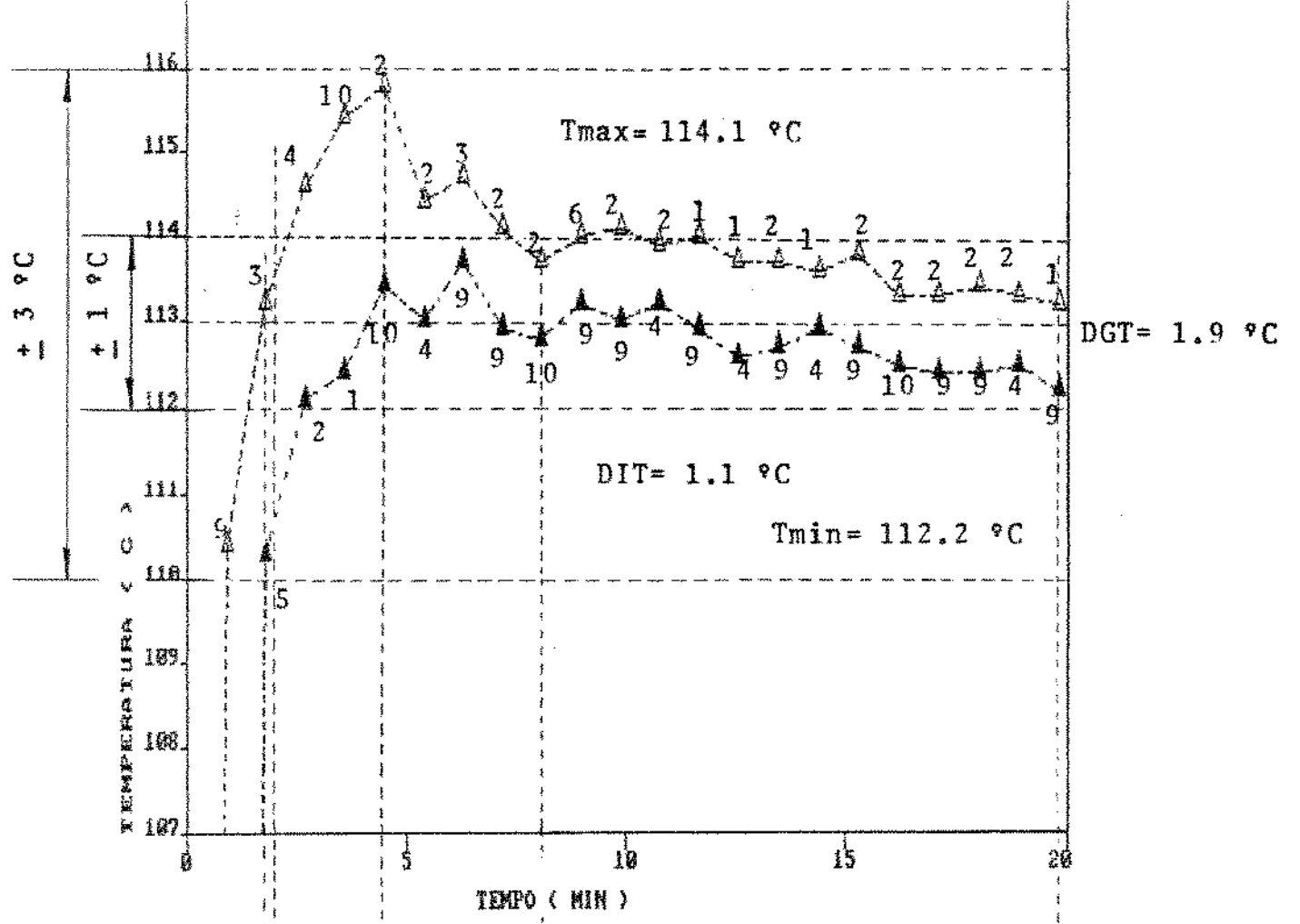
6.3 min: Todos os Pontos a  $105 \pm 1$  °C

3.6 min: Fim Tempo Subida

2 min: Fim Aquecimento com Vapor Puro

1.8 min: 1º Ponto a 105 °C, Todos os Pontos a  $105 \pm 3$  °C

Figura 21: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 70 % de vapor e 30 % de ar (71 kPa) a 105 °C



19.8 min: Fim Aquecimento

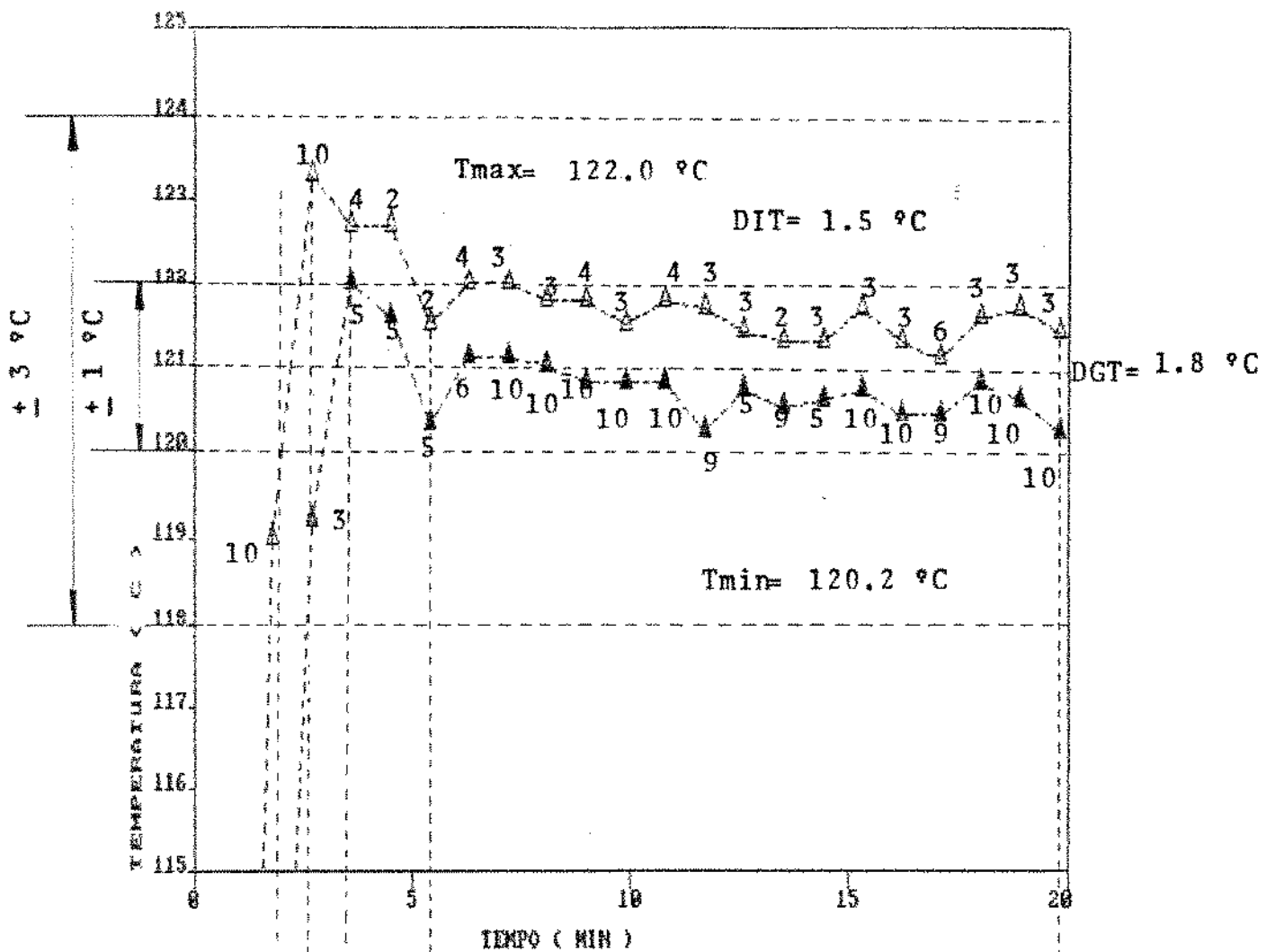
8.1 min: Todos os Pontos a  $113 \pm 1 \text{ } ^\circ\text{C}$

4.5 min: Fim Tempo Subida

2 min : Fim Aquecimento com Vapor

1.8 min: 1º Ponto a  $113 \text{ } ^\circ\text{C}$ ,  
 Todos os Pontos a  $113 \pm 3 \text{ } ^\circ\text{C}$

Figura 22: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 70 % de vapor e 30 % de ar (125 kPa) a  $113 \text{ } ^\circ\text{C}$ .



19.8 min:  
Fim Aquecimen\_  
to

5.4 min: Todos os Pontos  
a  $121 \pm 1$  °C

3.6 min: Fim Tempo Subida

2.7 min: 1º Ponto a 121 °C,  
Todos os Pontos a  $121 \pm 3$  °C

2.0 min: Fim Aquecimento com Vapor Puro

Figura 23: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 70 % de vapor e 30 % de ar (191 kPa) a 121 °C



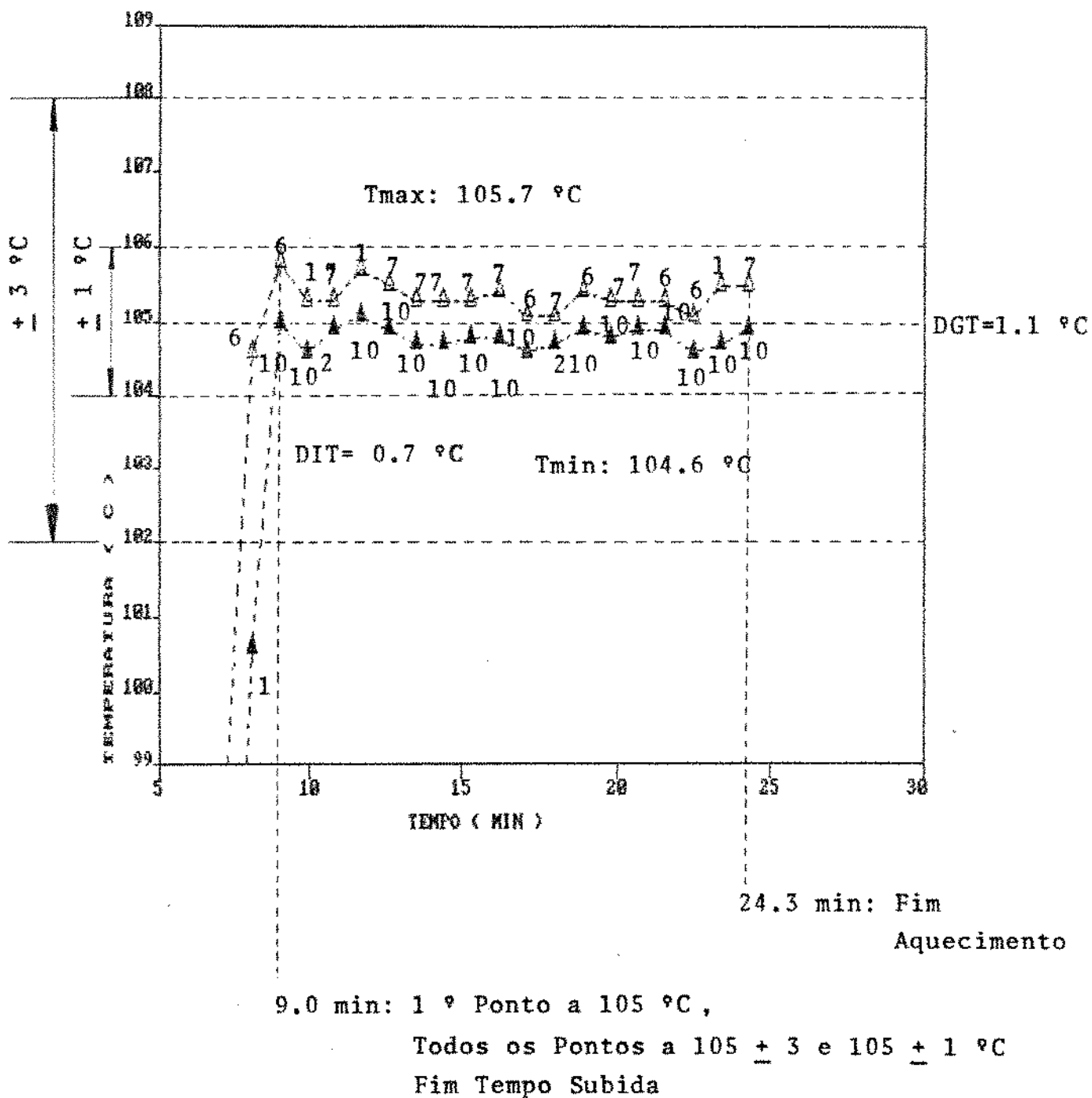
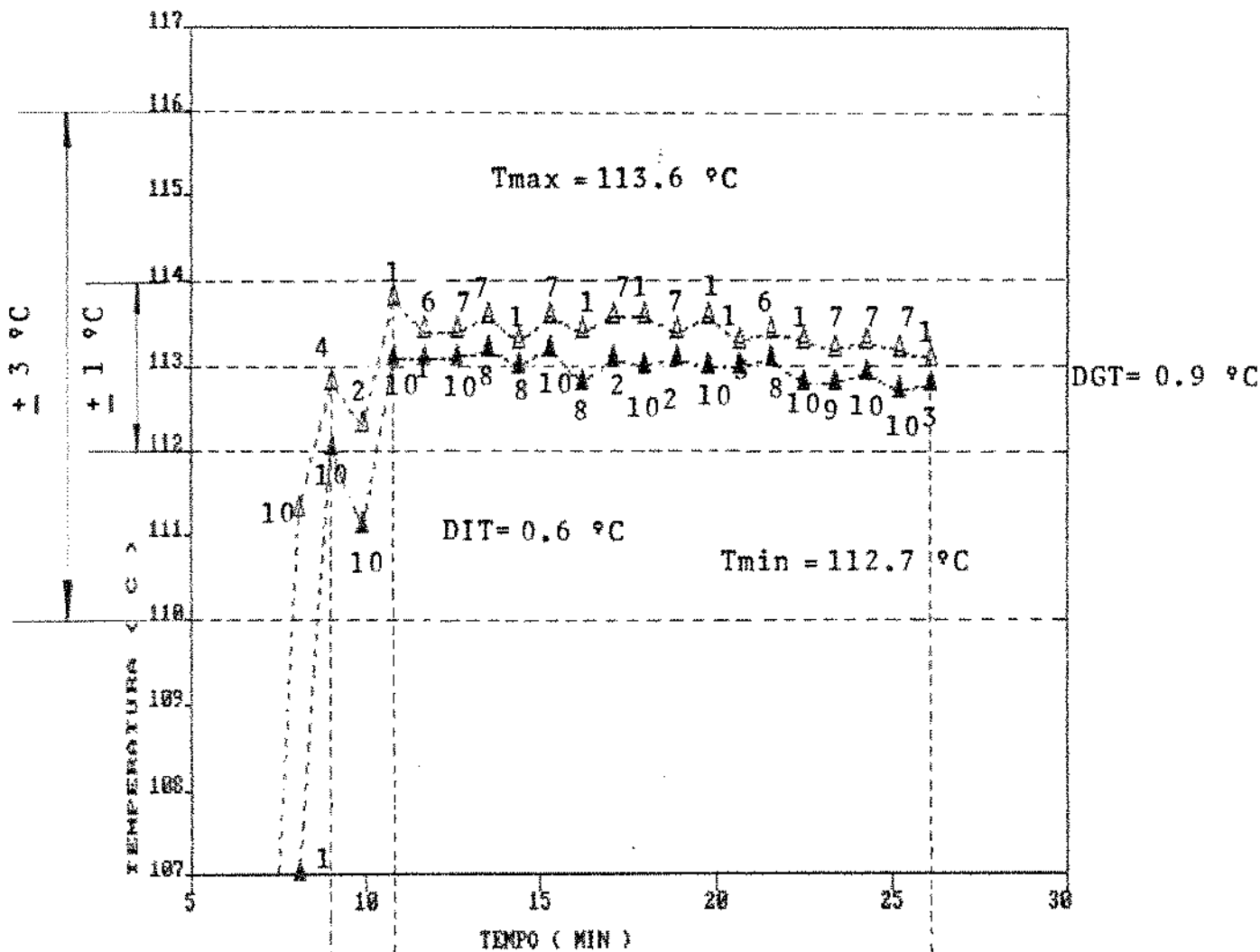


Figura 24: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em água a 105 °C e baixa sobrepressão (33 kPa).



26.1 min: Fim Aquecimento

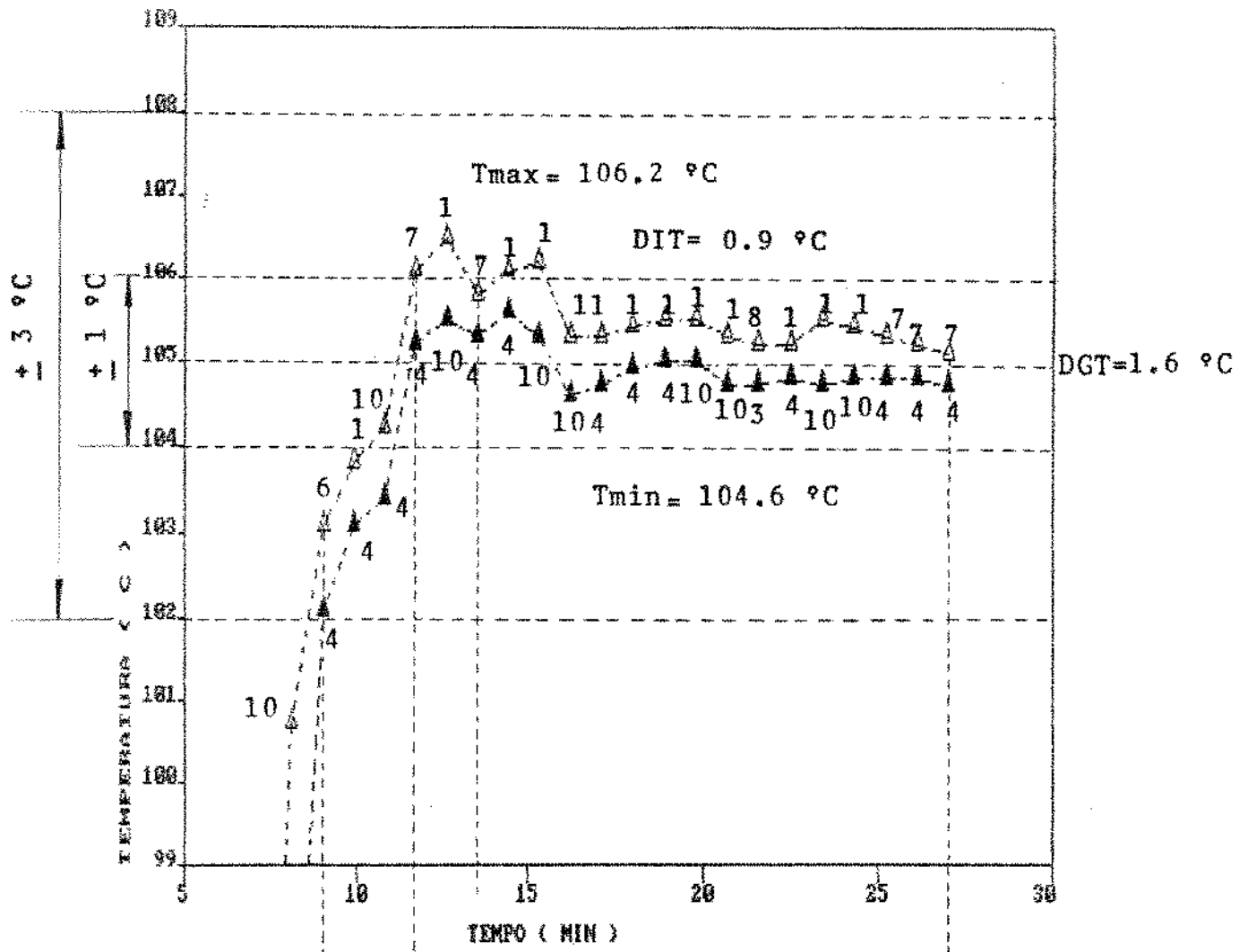
10.8 min: Fim Tempo Subida

9.0 min: 1º Ponto a 113 °C,

Todos os Pontos a  $113 \pm 3 \text{ } ^\circ\text{C}$  e  $113 \pm 1 \text{ } ^\circ\text{C}$

Figura 25: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em água a 113 °C e baixa sobrepressão (75 kPa).





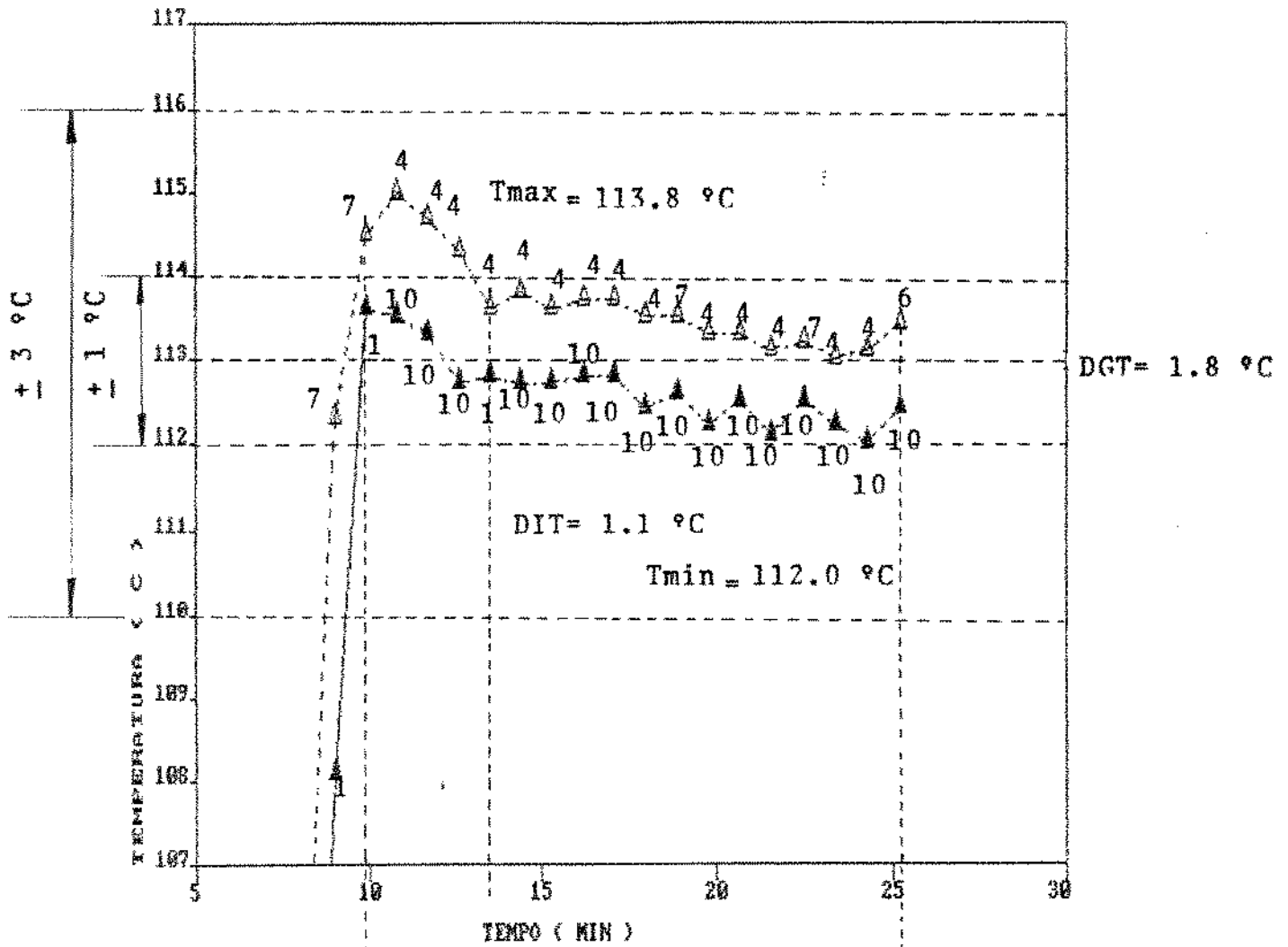
27.0 min: Fim  
Aquecimento

13.5 min: Todos os Pontos a  $105 \pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$

11.7 min: 1  $^{\circ}$  Ponto a  $105 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , Fim Tempo Subida

9.0 min: Todos os Pontos a  $105 \pm 3 \text{ }^{\circ}\text{C}$

Figura 27: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em água a  $105 \text{ }^{\circ}\text{C}$  e alta sobrepressão (71 kPa).



25.2 min: Fim  
Aquecimento

13.5 min: Todos os Pontos a  $113 \pm 1 \text{ } ^\circ\text{C}$

9.9 min: 1º Ponto a  $113 \text{ } ^\circ\text{C}$ ,  
 Todos os Pontos a  $113 \pm 3 \text{ } ^\circ\text{C}$   
 Fim Tempo de Subida

Figura 28: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em água a  $113 \text{ } ^\circ\text{C}$  e alta sobrepressão (125 kPa).

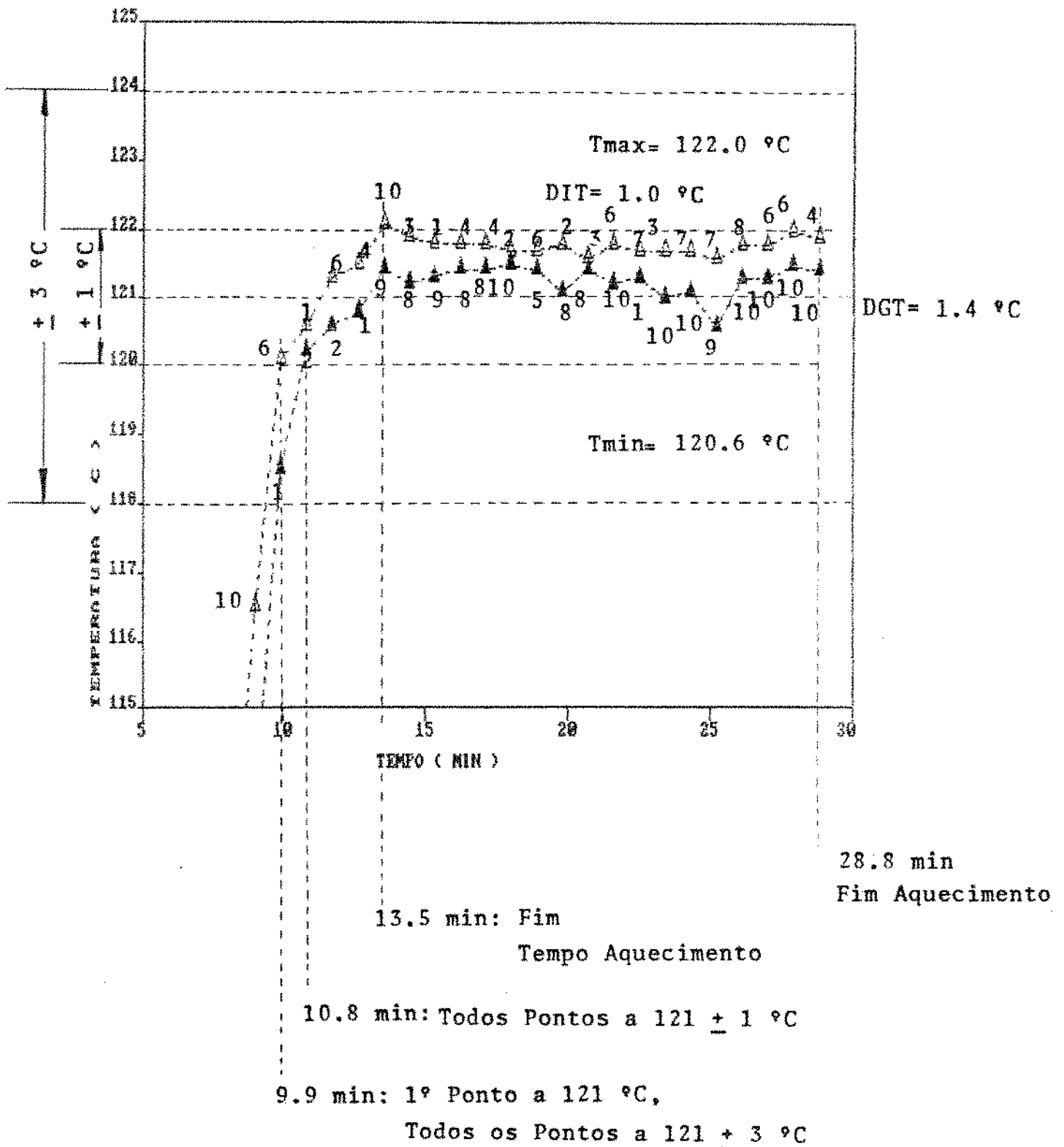


Figura 29: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de aquecimento dos ensaios de distribuição de calor em água a 121 °C e alta sobrepressão (191 kPa).

Para cada experimento a fase de aquecimento foi estudada em duas etapas: 1° Etapa da subida de temperaturas e 2 ° Etapa de manutenção da temperatura de processo".

#### 4.1.1.1. Etapa de subida de temperaturas nos ensaios de distribuição de calor

Durante este período foi avaliada a velocidade e a homogeneidade do aquecimento, tendo como princípio que um meio de aquecimento ideal é aquele que permite atingir  $T_1$  em forma imediata e constante para todos os pontos da prateleira de suporte. Todos os experimentos foram iniciados a partir de uma temperatura de  $33 \pm 5$  °C.

A Tabela 6 reúne os resultados da análise de dados da distribuição do calor obtidos a partir das curvas de "temperaturas máximas e mínimas".

Dentre os meios de aquecimento estudados o vapor puro foi o que mais se aproximou do ideal, com os 10 pontos estudados dentro de  $T_1 \pm 3$  °C e  $T_1 \pm 1$  °C antes do fim do "tempo de subida" (3.6 a 4,5 min), ver Fig. 30 a 32.

Tabela 6: Resultados para a etapa de subida de temperaturas dos ensaios de distribuição de calor

MEIO AQUEC.	T1 PROGRAMA (°C)	TEMPERATURA INICIAL (°C)	TEMPO DESDE O INÍCIO DO AQUECIMENTO (min)				
			1° PONTO A T1	TODOS OS PONTOS A T1 ± 3 °C ± 1 °C		TEMPO DE SUBIDA	DESAER. ou PREAQ.
VAPOR 100 %	105	28,9	1,8	2,7	2,7	3,6	7,0
	113	37,4	1,8	2,7	2,7	3,6	7,0
	121	32,8	4,5	2,7	4,5	4,5	7,0
VAPOR 90 %	105	31,6	1,8	1,8	2,7	4,5	2,0
	113	33,6	1,8	1,8	4,5	3,6	2,0
	121	36,0	2,7	2,7	5,4	3,6	2,0
VAPOR 70 %	105	33,1	1,8	1,8	6,3	3,6	2,0
	113	33,6	1,8	1,8	8,1	4,5	2,0
	121	35,0	2,7	2,7	5,4	3,6	2,0
ÁGUA BAIXA S. PR.	105	30,5	9,0	9,0	9,0	9,0	-
	113	36,4	9,0	9,0	9,0	10,8	-
	121	28,4	11,7	11,7	11,7	11,7	-
ÁGUA ALTA S. PR.	105	27,9	9,0	9,0	13,5	11,7	-
	113	30,6	9,9	9,9	13,5	9,9	-
	121	36,0	9,9	9,9	10,8	13,5	-

T1: Temperatura de processo.



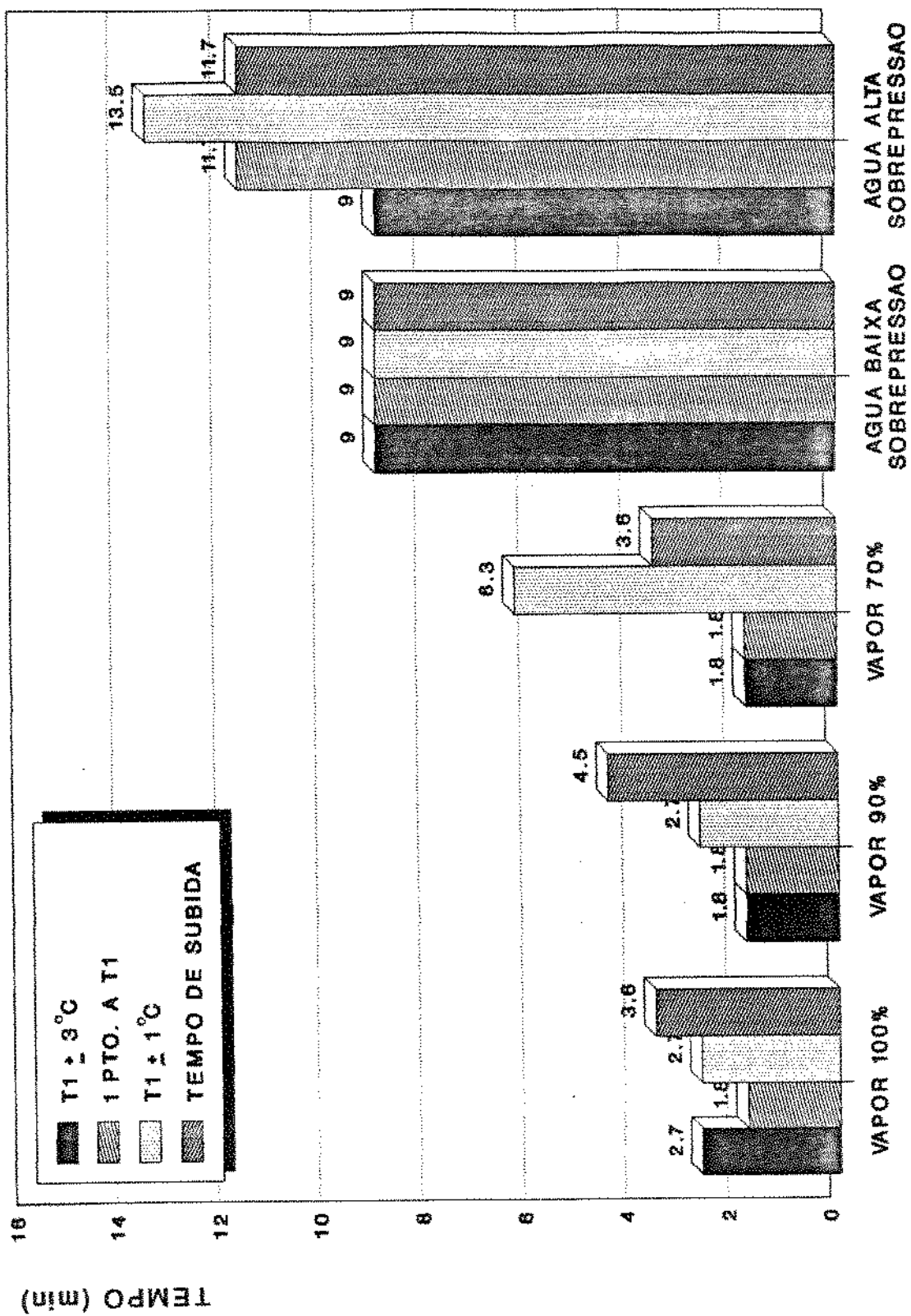


Figura 30: Comparação dos resultados para a etapa de subida de temperaturas dos ensaios de distribuição de calor a 105 °C.

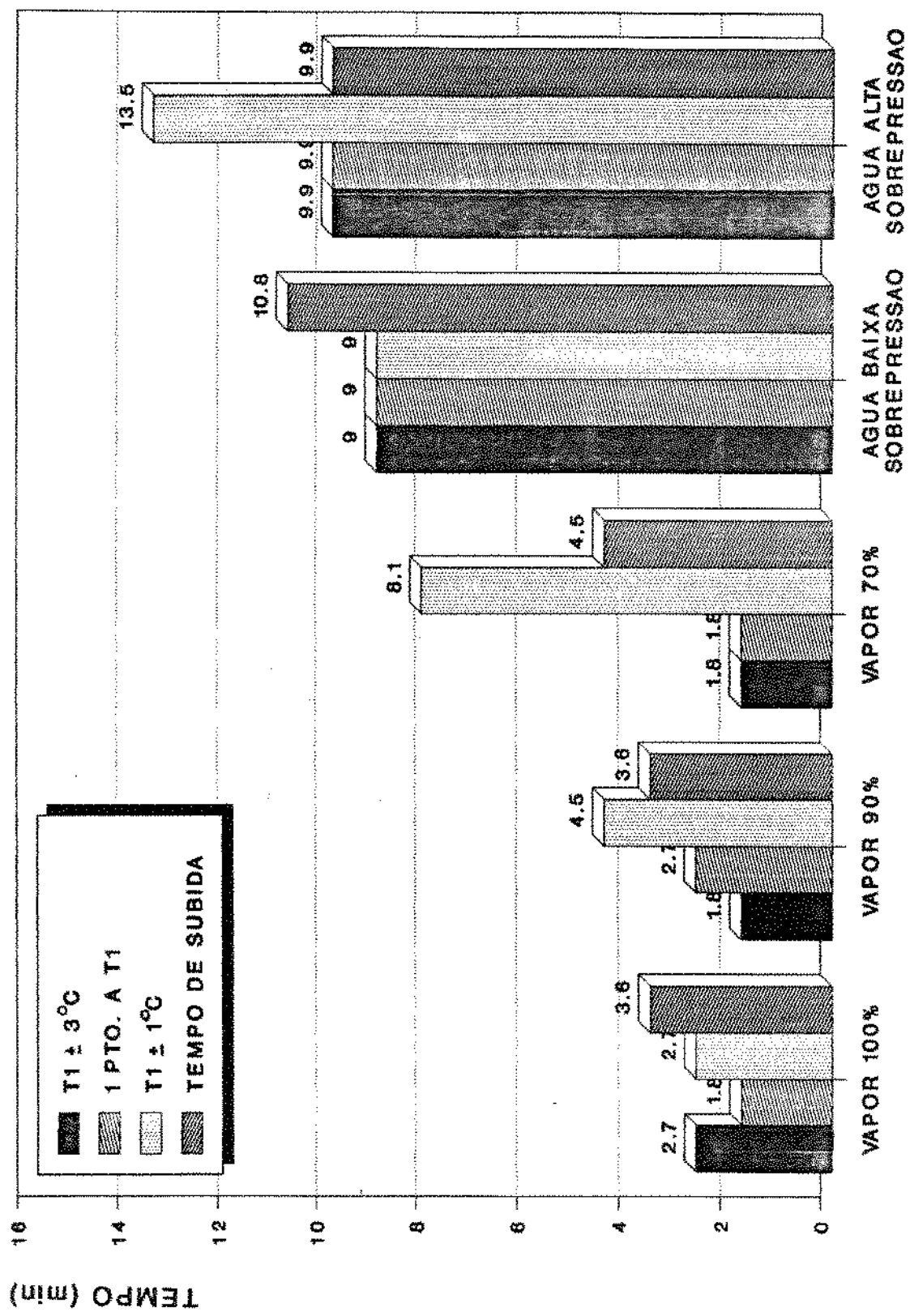


Figura 31: Comparação dos resultados para a etapa de subida de temperaturas dos ensaios de distribuição de calor a 113 °C.

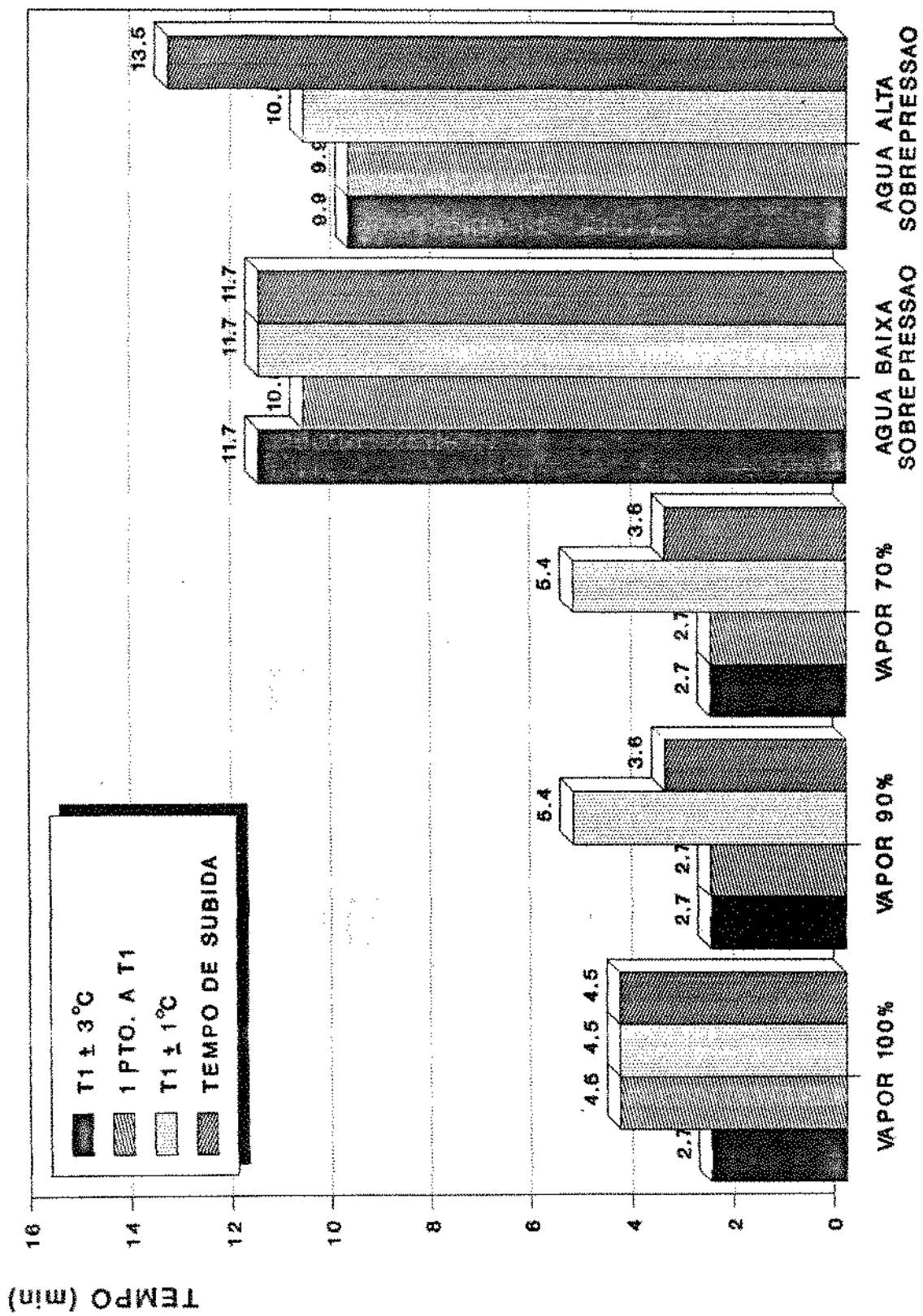


Figura 32: Comparação dos resultados para a etapa de subida de temperaturas dos ensaios de distribuição de calor a  $121^{\circ}\text{C}$ .

Os processamentos em misturas de vapor/ar apresentaram "tempo de subida" semelhantes aos do vapor puro. Todos os pontos ficaram dentro de  $T_1 \pm 3$  °C antes do fim do "tempo de subida".

Para os tratamentos em misturas com 90 % de vapor a 121 °C e 113 °C a condição de  $T_1 \pm 1$  °C só foi atingida após o "tempo de subida", dentro dos primeiros 1,8 e 0,9 min do "tempo de processo", respectivamente. No caso dos ensaios com misturas com 70 % de vapor esta condição só foi atingida após o "tempo de subida" para as 3 temperaturas estudadas, demorando em até 3,6 min a mais do que com as misturas com 90 % de vapor.

Os processos utilizando água com sobrepressão de ar apresentaram um aquecimento mais lento com um "tempo de subida" de 9,0 a 13,5 min, 2 a 3 vezes maior que o observado com vapor puro ou as misturas com ar. Isto é de se esperar, como consequência da necessidade de aquecer a água desde a temperatura ambiente até  $T_1$ .

Quando foi empregada água a "baixa sobrepressão", a condição de  $T_1 \pm 3$  °C e  $T_1 \pm 1$  °C foi atingida antes do fim do "tempo de subida" para as 3 temperaturas estudadas, enquanto que para a "alta sobrepressão" isto só foi alcançado para 121 °C, o que pode estar relacionado com a eficiência da agitação após a injeção de ar comprimido. Para uma mesma vazão mássica de ar e temperatura de processo, o volume do ar dentro da autoclave a alta sobrepressão é 20 % menor do que a baixa sobrepressão, com um efeito menor da agitação e homogeneização de temperaturas.

Em relação à influência da temperatura sobre o "tempo de subida", nos processos em água com sobrepressão o aumento de  $T_1$  foi acompanhado pelo aumento do "tempo de subida". Uma alternativa para diminuir o "tempo de subida" nestes tratamentos seria pré-aquecer água a 60 ou 70 °C antes de colocar o conjunto das

prateleiras dentro da autoclave (PFLUG, 1964), ou bombear água quente a T1 dentro da autoclave previamente pressurizada (PETERSON & ADAMS, 1983).

Para o vapor puro e as misturas com ar não foram observadas diferenças importantes no "tempo de subida" nas distintas temperaturas ficando entre 3,6 e 4,5 min.

#### 4.1.1.2. Etapa de manutenção da temperatura de processo nos ensaios de distribuição de calor

Após de se atingir a temperatura de processo, foram observadas algumas perturbações na temperatura, com características particulares para cada meio de aquecimento, similares ao relatado por PFLUG & BORRERO (1967).

Para vapor puro, o tempo de desaeração programado (FDA, 1981) foi sempre maior que o "tempo de subida". O fechamento da válvula de desaeração provocou um leve aumento das temperaturas (Fig. 15 a 17).

Para as misturas de vapor/ar foi sempre observado um máximo de temperaturas no início do "tempo de processo", provocado pela inércia do sistema de controle (Fig. 18 a 23).

Nos processos sob água com sobrepressão foram observados em alguns casos, máximos de temperatura de menor magnitude que os obtidos com as misturas vapor/ar (Fig. 24 a 29).

Em geral, estas perturbações não podem ser consideradas graves pois foram sempre acima do valor de T1 programado e por um

período de tempo curto. Após as perturbações foram observadas oscilações periódicas, normais para o sistema de controle de temperaturas utilizado (PFLUG, 1992).

Para o vapor puro o fim das perturbações foi considerado como sendo no instante em que terminou a desaeração.

Para os outros meios de aquecimento, as perturbações foram consideradas como terminadas após o fim do "tempo de subida" e do momento em que se atingiu  $T1 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ . (Tabela 7).

Para estudar a homogeneidade de temperaturas durante o período posterior as perturbações, foi determinada a temperatura máxima e mínima e calculada a diferença, denominada "diferença global de temperatura" (DGT).

Os valores de DGT devem ser interpretados como uma medida global das diferenças de temperaturas. As diferenças de temperaturas tiveram três origens: heterogeneidade de temperaturas entre os 10 pontos estudados, oscilações no controle de temperaturas ao longo do tempo e erro experimental.

Para avaliar o efeito da heterogeneidade de temperaturas entre os 10 pontos estudados sobre a "DGT" foi calculada a maior diferença de temperaturas registrada em um mesmo ciclo de aquisição de dados e denominada "Diferença Instantânea de Temperaturas" (DIT).

A influência das oscilações no controle foi avaliada calculando DGT - DIT. O método de análise utilizado não permitiu discriminar o erro experimental, pois cada diferença de temperatura medida inclui uma parte deste erro.

A existência de pontos de estagnação no meio de aquecimento foi estudada calculando a frequência de ocorrência de pontos com temperatura mínima em cada uma das 10 posições analisadas. Denominou-se de "ponto frio" a posição mais freqüente (apesar que sua temperatura esteve acima de  $T_1$ ). Estes resultados foram apresentados na Tabela 7 e nas Fig. 33 a 35 para facilitar a análise.

**Tabela 7: Resultados para a etapa de manutenção da temperatura de processo dos ensaios de distribuição de calor**

MEIO AQUEC.	$\bar{T}_1$ (°C)	DGT (°C)	DIT (°C)	DGT-DIT (°C)	FIM PERTURBAÇÕES (min)	* FIM AQUECIMENTO (min)	OCORRÊNCIA DE PTOS. FRIOS	
							PO SI CAO	MAX. FREQ. %
VAPOR 100 %	105,8	1,3	1,2	0,1	7,0	18,9	9	88
	113,8	1,1	0,7	0,4	7,0	18,9	4	40
	121,8	0,6	0,5	0,1	7,0	19,8	1	40
VAPOR 90 %	105,3	1,5	1,1	0,4	4,5	19,8	9	59
	113,8	1,2	0,8	0,4	4,5	18,9	4	34
	121,4	0,9	0,9	0,0	5,4	19,8	4	35
VAPOR 70 %	105,5	2,0	1,9	0,1	6,3	18,9	6	47
	113,4	1,9	1,1	0,8	8,1	19,8	9	59
	121,2	1,8	1,5	0,3	5,4	19,8	10	58
ÁGUA BAIXA S.P.R.	105,1	1,1	0,7	0,4	9,0	24,3	10	88
	113,2	0,9	0,6	0,3	10,8	26,1	10	40
	121,7	1,1	0,7	0,4	11,7	27,0	8	62
ÁGUA ALTA S.P.R.	105,3	1,6	0,9	0,7	13,5	27,0	4	53
	113,2	1,8	1,1	0,7	13,5	25,2	10	94
	121,5	1,4	1,0	0,3	13,5	28,8	10	48

\*: Medido desde o início do aquecimento.

$\bar{T}_1$ : Média da "temperatura de processo".

DGT: Diferença Global de Temperaturas.

DIT: Diferença Instantânea de Temperaturas.



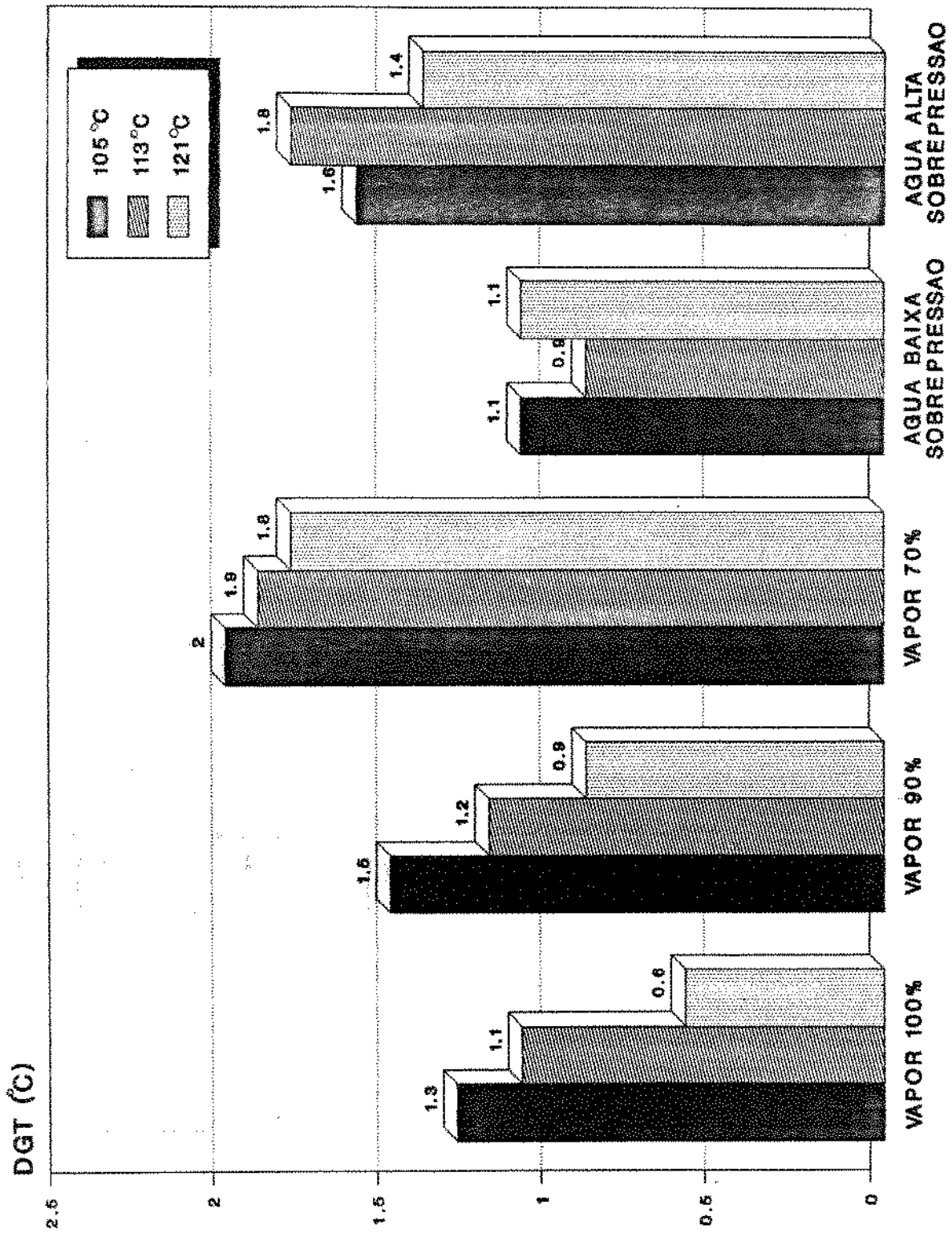


Figura 33: Diferença global de temperaturas (DGT) para a etapa de manutenção da temperatura de processo nos ensaios de distribuição de calor.

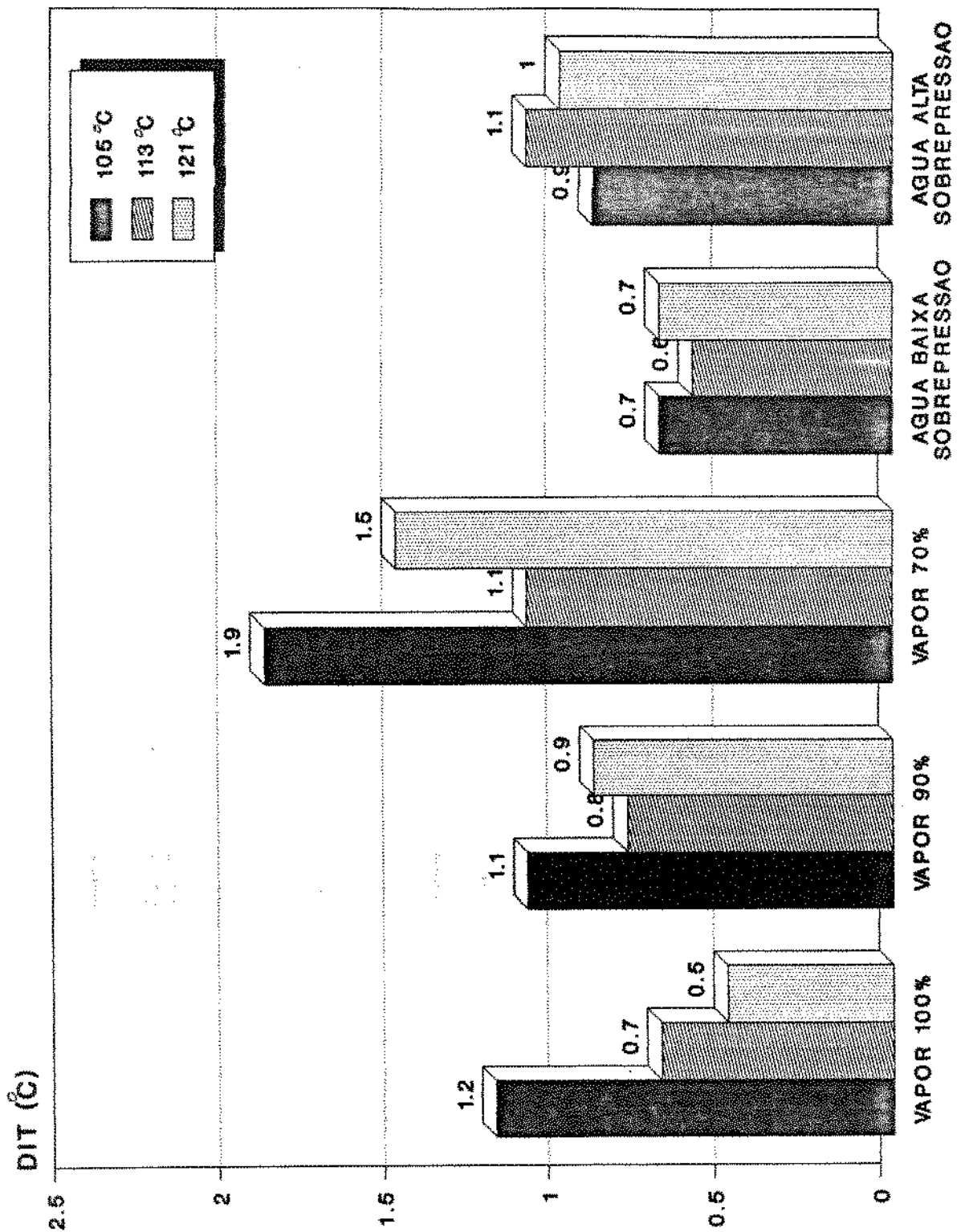


Figura 34: Diferença instantânea de temperaturas (DIT) para a etapa de manutenção da temperatura de processo nos ensaios de distribuição de calor.

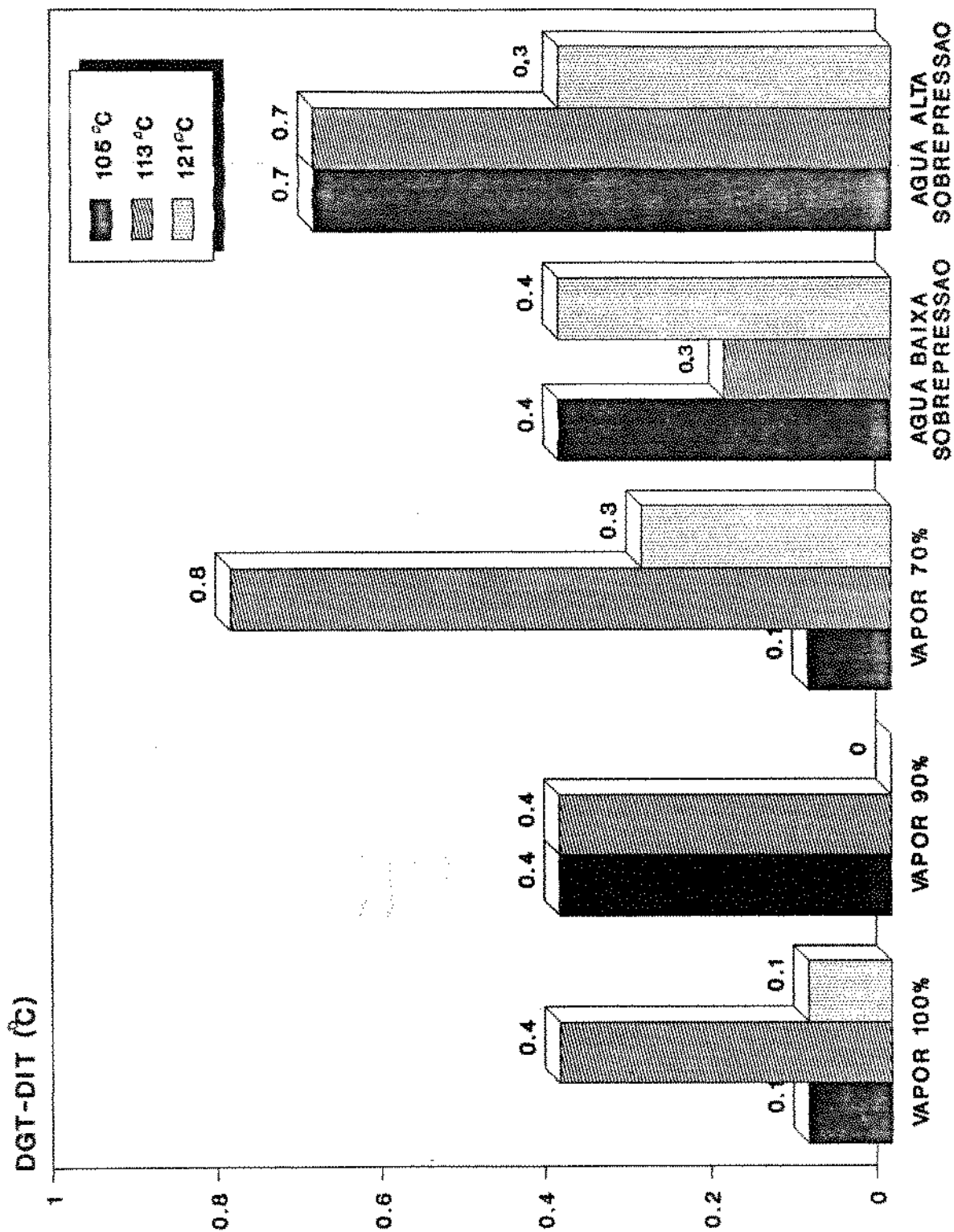


Figura 35: Diferença global de temperaturas menos a diferença instantânea de temperaturas (DGT - DIT) para a etapa de manutenção da temperatura de processo nos ensaios de distribuição de calor.

Dentre as temperaturas estudadas, 121 °C foi a que ofereceu melhor homogeneidade global (DGT= 0,6 a 1,8 °C) com ótima estabilidade (DGT-DIT= 0 a 0,4 °C) e uma baixa frequência de posições frias (35 a 62 %). Isto era esperado, pois o sistema de controle tinha sido previamente calibrado a 121 °C.

Para vapor puro a 121 °C a distribuição de calor foi excelente, atingindo o critério da FDA com diferenças globais de temperaturas não maiores de 1 °F ( $\cong$  0,6 °C). Para o mesmo meio a 105 e 113 °C estas diferenças foram maiores de 1 °F ( $\cong$  0,6 °C), com DGT= 1,1 e 1,3 °C, respectivamente.

Para vapor saturado, cada temperatura corresponde a uma única pressão de equilíbrio e as diferenças de temperatura devem ser obrigatoriamente acompanhadas de diferenças de pressão. Uma vez atingida T1 e finalizada a desaeração, somente os pequenos sangradores foram mantidos abertos de forma que a pressão de vapor em qualquer ponto dentro da autoclave permanecesse constante até o fim do aquecimento. Conseqüentemente, os valores de DGT podem ter sido originados pelas oscilações do controle ou por uma desaeração deficiente.

Para 113 °C a homogeneidade de temperatura entre as 10 posições foi bastante boa (DIT= 0,7 °C), mas o sistema de controle contribuiu para o aumento da diferença global (DGT-DIT= 0,4 °C).

Para 105 °C, o que mais contribuiu para a DGT foi a heterogeneidade instantânea entre as 10 posições (DIT= 1,2 °C). Isto indica uma desaeração incompleta, provavelmente provocada pela baixa pressão do vapor a 105 °C.

Os resultados acima mencionados são consistentes com a ocorrência de pontos frios, que foi baixa (40 %) na posição 1 e 4 para 113 e 121 °C, respectivamente, e muito alta para 105 °C com 88 % para a posição sobre a prateleira 9.

Dentre todas as misturas de vapor/ar estudadas, aquela com 90 % de vapor a 121 °C foi a de melhor desempenho, com um comportamento muito próximo ao do vapor puro.

Em todas as experiências utilizando misturas de vapor/ar as diferenças globais de temperatura foram maiores de 1 °F ( $\cong$  0,6 °C).

Se comparadas com as do vapor puro, as DGT para vapor 90 % foram somente de 0,2 a 0,3 °C maiores e para vapor 70 % de 0,7 até 1,2 °C maiores. Estes resultados são consistentes com o relatado por PFLUG (1975), com respeito ao efeito prejudicial do aumento da concentração de ar nas misturas com vapor.

A maior heterogeneidade foi provocada em parte por maiores diferenças instantâneas de temperaturas entre as prateleiras, decorrente do decréscimo na concentração de vapor (DIT= 0,9 e 1,5 °C para 90 e 70 % de vapor respectivamente) e da diminuição de temperatura (DIT= 1,2 e 1,5 °C para T1= 121 e 105 °C, respectivamente). Isto pode ser consequência da diferença entre a pressão de entrada e de saída, necessária para permitir o escoamento da mistura através da autoclave.

Para uma determinada concentração de vapor na mistura com ar, uma queda de pressão sempre é acompanhada de uma queda de temperatura. Como as misturas foram injetadas no fundo da autoclave, escoando pelo topo, eram esperadas menores temperaturas (e pressões) nas prateleiras mais altas. Isto concorda com a maior

ocorrência de pontos frios nas posições 6; 9 e 10 para mistura com 70 % de vapor a 105; 113 e 121 °C, respectivamente; e para a mistura com 90 % de vapor a 105 °C (posição 9).

No caso da mistura com 90 % de vapor a 113 e 121 °C o padrão de distribuição dos pontos frios foi semelhante ao obtido com vapor puro.

A maior ocorrência de pontos "frios" na metade superior do conjunto de prateleiras indica a existência de uma região de estagnação nas prateleiras superiores. Isto concorda com o observado por PFLUG e BORRERO (1967) para misturas de vapor/ar numa autoclave vertical com um tubo distribuidor de vapor na forma de cruz, semelhante ao utilizado neste trabalho. Estes pesquisadores conseguiram melhorar a distribuição do calor, utilizando um distribuidor circular com os furos orientados para o fundo da autoclave provocando um fluxo envolvente ao redor da cesta.

As oscilações provocadas pelo controle de temperaturas para as misturas com 90 % de vapor foram da mesma ordem de magnitude que para vapor puro ( $DTG-DIT \leq 0,4$  °C). Já para as misturas com 70 % de vapor puro, estas diferenças foram observadas com valores de até 0,8 °C em todas as experiências, como consequência da operação conjunta do controle de temperatura e pressão.

Para melhorar o desempenho das misturas com 70 % de vapor, poderia ser instalada uma bomba de recirculação como realizado por PFLUG e BORRERO (1967) numa autoclave vertical de tamanho comercial.

Outra alternativa, utilizada em autoclaves horizontais de marca *Lagarde*, é a instalação de uma turbina na extremidade oposta

à tampa da autoclave para aumentar a circulação do meio de aquecimento (TUNG, 1990). Isto evitaria as diferenças de temperatura provocadas pela queda de pressão necessária para circular a mistura na autoclave modificada.

Os ensaios de distribuição de calor em água com sobrepressão mostraram que a baixa sobrepressão foi melhor que a alta nas três temperaturas testadas.

Em todas as experiências, as diferenças globais de temperatura foram maiores do que com vapor puro, ultrapassando sempre de  $1^{\circ}\text{F}$  ( $\cong 0,6^{\circ}\text{C}$ ). Para baixa sobrepressão as DGT foram apenas  $0,3^{\circ}\text{C}$  maiores que as de vapor puro, enquanto que para alta sobrepressão foram de  $0,5$  a  $0,8^{\circ}\text{C}$ .

A água com sobrepressão é água "sobreaquecida" na qual pequenas variações de pressão não devem mudar sua temperatura sempre que ocorram por cima da pressão de equilíbrio líquido-vapor.

Após o "tempo de subida" o sistema de controle injetou apenas pequenas quantidades de vapor no fundo da autoclave, provocando diferenças de temperatura entre as prateleiras inferiores (mais quentes) e as superiores (mais frias). (ver Fig. 24 a 29). Para minimizar estas diferenças foi injetado ar junto ao vapor.

Como explicado no item 4.1.1.1, a eficiência da agitação foi melhor para baixa sobrepressão provocando menores diferenças de temperatura instantânea (DIT =  $0,6$  a  $0,7^{\circ}\text{C}$ ) do que com alta sobrepressão (DIT=  $0,9$  a  $1,1^{\circ}\text{C}$ ).

A localização dos pontos frios foi notada sobre as prateleiras 8 ou 10 (40 a 94 %) para todos os experimentos, exceto para água a alta sobrepressão a 103 °C que apresentou um ponto frio na prateleira 4, com uma frequência de 53 %.

O controle de temperatura foi melhor quando se utilizou água a baixa sobrepressão (DGT-DIT= 0,3 a 0,4 °C) do que para a alta sobrepressão (DGT-DIT = 0,3 a 0,7 °C). Como em ambos casos a sensibilidade do controle foi a mesma, esta diferença pode também estar relacionada com a melhor agitação obtida a baixa sobrepressão.

Para o processamento em água com sobrepressão de ar na autoclave utilizada nesta pesquisa, PFLUG (1992) sugeriu trocar o distribuidor de vapor por um tubo em cruz com aberturas apenas nas suas extremidades. Isto permitiria auxiliar a convecção natural da autoclave favorecendo a ascensão do meio de aquecimento pelo espaço anular entre o cesto e a carcaca da autoclave e sua descida através das prateleiras.

Para a mesma autoclave TUNG (1991) sugeriu a injeção de uma vazão maior de 12 scfm (0,340 m<sup>3</sup>/min) de ar para agitação, o que não foi possível devido às limitações do compressor de ar instalado na FEA, UNICAMP.

Outra alternativa para melhorar a distribuição de calor seria a instalação de uma bomba de recirculação de água como utilizado nas autoclaves verticais para frascos de vidro (LOPEZ 1981).

A dificuldade para obter diferenças de temperaturas menores de 1 °F foi reconhecida pela própria FDA, que citou como frequente a prática industrial de utilizar uma T1 de até 2 °F (1,1 °C) maior



que o valor desejado, para assegurar efetivamente a aplicação da letalidade programada. Esta dificuldade já foi observada por vários autores utilizando diversos meios de aquecimento e autoclaves (PFLUG e BORRERO 1967, ADAMS e HARDGT-ENGLISH 1990, e PARK *et alii*, 1990).

Qualquer das modificações mencionadas acima ficou fora dos objetivos deste trabalho, pois se pretendia selecionar apenas os melhores meios de aquecimento utilizáveis na autoclave modificada.

Os resultados apresentados permitiram descartar as misturas com 70 % de vapor para os ensaios de penetração de calor em blocos simuladores e em bolsas esterilizáveis na autoclave modificada, por causa da longa duração do tempo necessário para atingir  $T_1 \pm 1$  °C (1.8 a 3.6 min dentro do tempo de processo), da heterogeneidade de temperatura entre as prateleiras (DIT= 1.1 a 1.9 °C) e da magnitude das diferenças globais de temperaturas (DGT= 1.8 a 2.0 °C).

Para a realização dos ensaios de penetração de calor em blocos simuladores foi preferida uma  $T_1$  de 121 °C, devido às melhores propriedades de estabilidade e homogeneidade de temperaturas.

Conseqüentemente, foram selecionados para os ensaios de penetração de calor em blocos simuladores, os seguintes meios de aquecimento:

1. Vapor puro a 121 °C.
2. Misturas de 90% de vapor e 10% de ar a 121 °C, com vazão total do meio de aquecimento de 40 scfm<sup>3</sup> (1,13 m<sup>3</sup>/min).
3. Água aquecida com vapor a 121 °C e 126 kPa (baixa sobre\_ pressão) e ar 6 scfm (0,16 m<sup>3</sup>/min) para agitação.
4. Água aquecida com vapor a 121 °C e 191 kPa (alta sobre\_ pressão) e ar 6 scfm (0,16 m<sup>3</sup>/min) para agitação.

#### 4.1.2. Etapa de resfriamento nos ensaios de distribuição de calor

De forma semelhante ao aquecimento, um meio de resfriamento ideal é aquele que permite atingir a temperatura de resfriamento ( $T_c$ ) de forma imediata e constante para todas as posições.

Em todas as experiências, o meio de resfriamento foi água a temperatura ambiente, como geralmente utilizado na indústria. O que diferenciou um resfriamento do outro foi a temperatura inicial, sobrepressão e o tipo de meio de aquecimento ocupado na autoclave no início desta etapa do processo.

As Fig. 36 a 50 apresentam as curvas de temperaturas máximas e mínimas para os 10 pontos estudados. A Tabela 8 reúne os resultados da análise destas curvas, entanto que as Figuras 51.a. e 51.b. permitem a comparação do "tempo necessário para que o primeiro ponto atinja 40 °C ou menos" ( $t_{10}$ ) e do "tempo de resfriamento" necessário para que todos os pontos atinjam a mesma condição ( $t_r$ ).

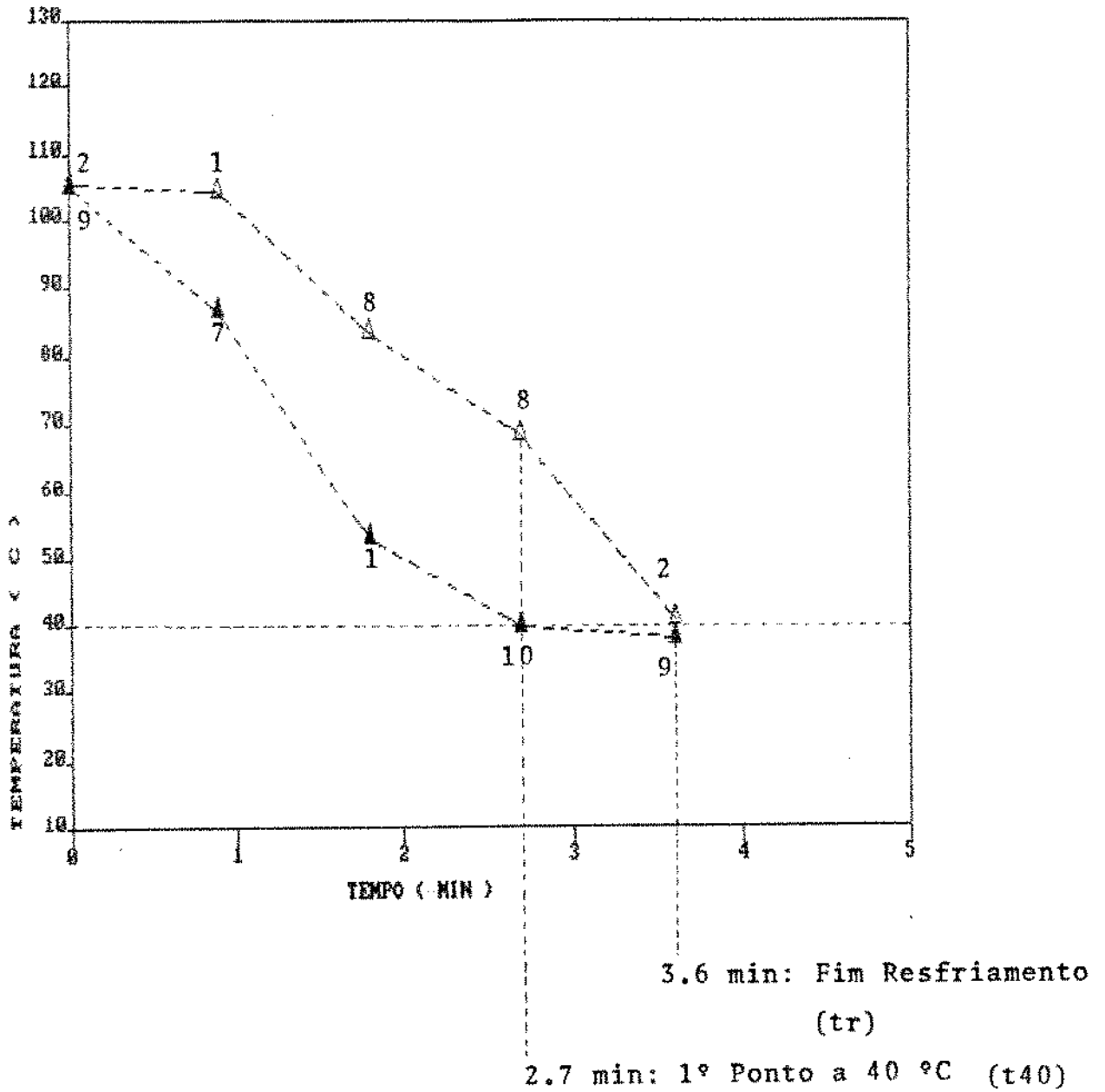
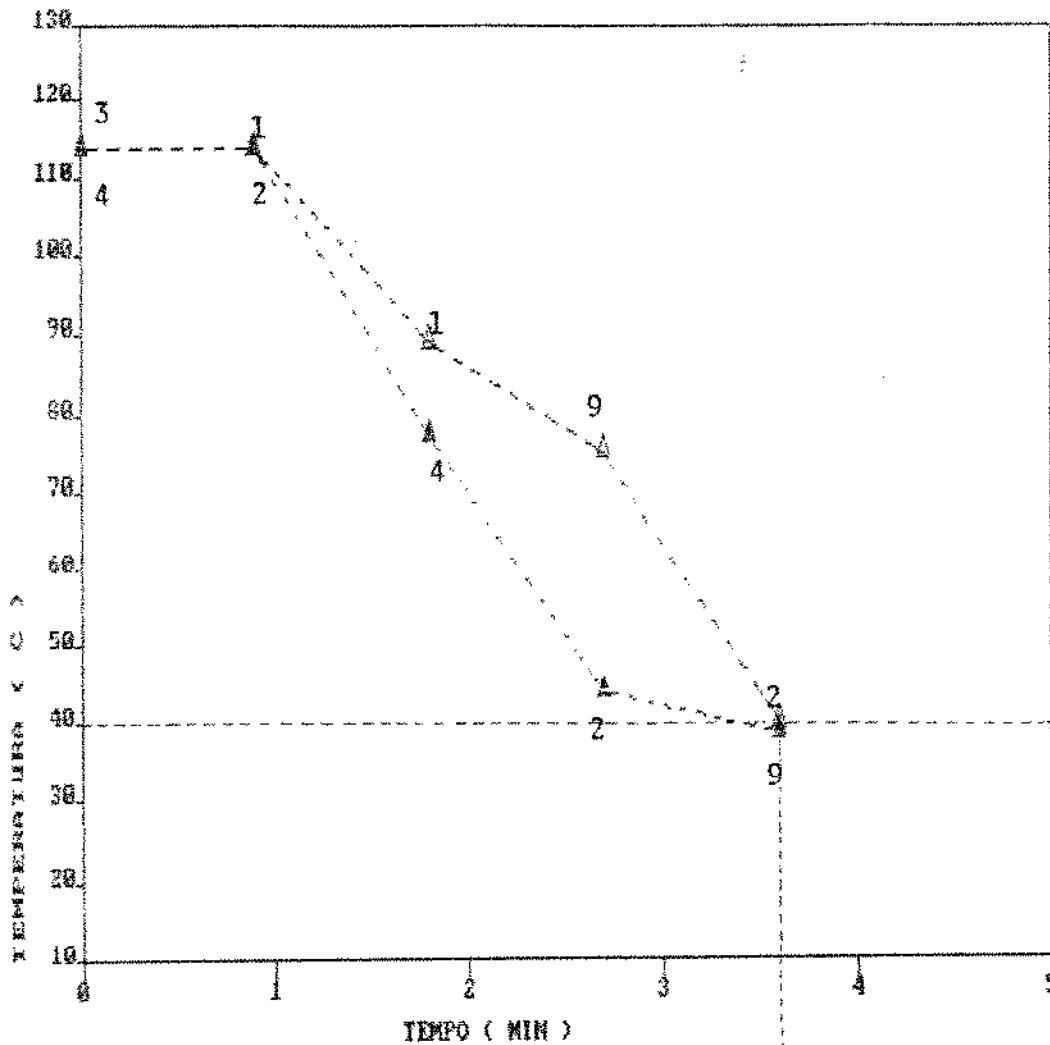
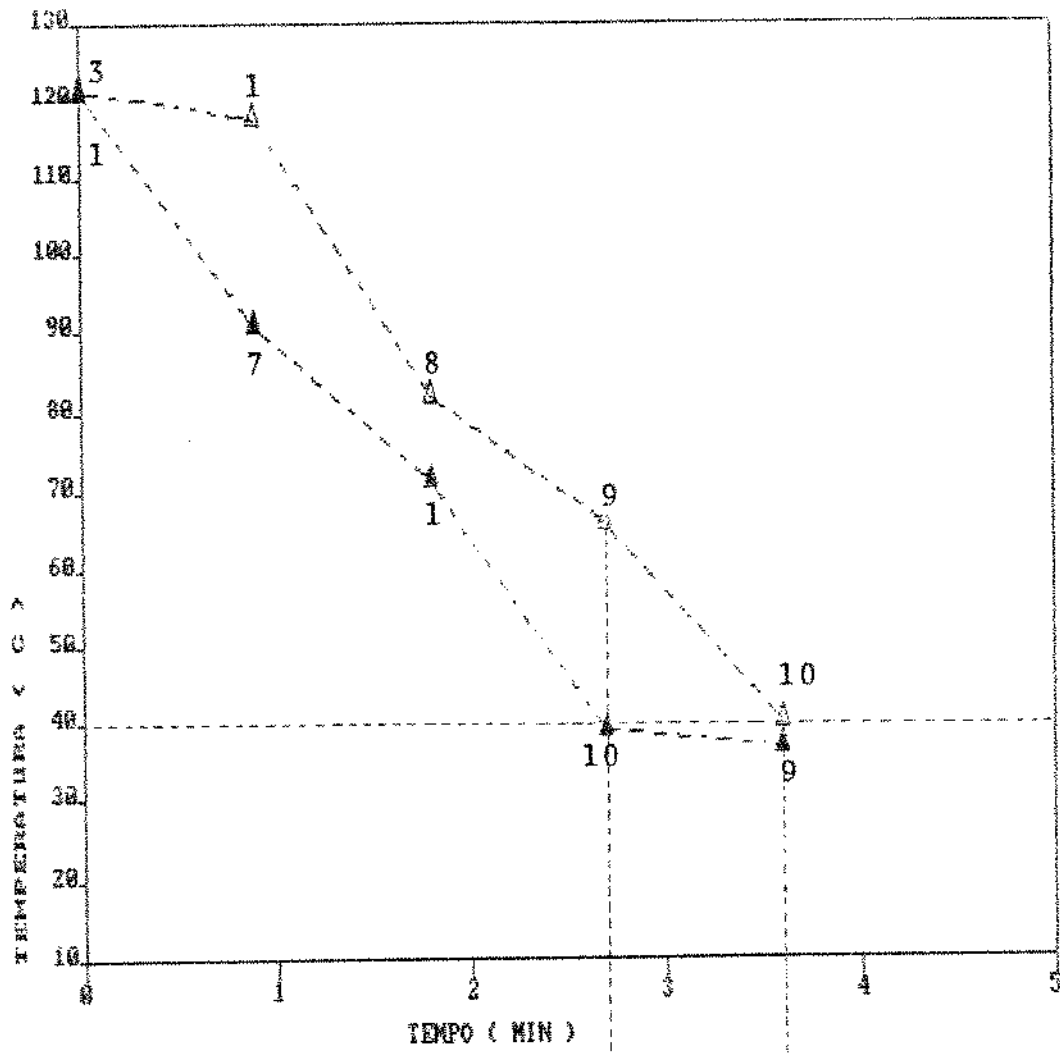


Figura 36: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a pressão atmosférica dos ensaios de distribuição de calor em vapor puro a 105 °C.



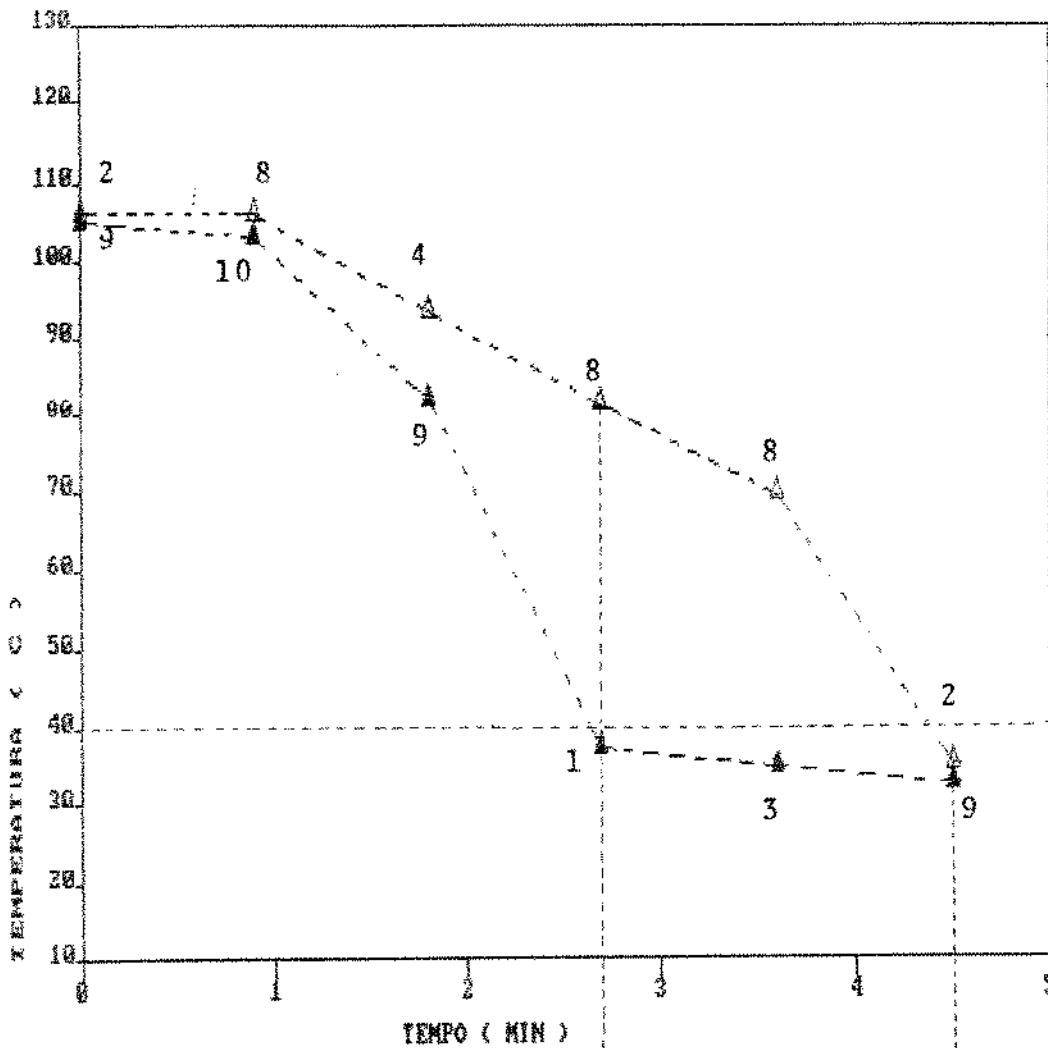
3.6 min: Fim Resfriamento  
 1º Ponto a 40 °C  
 (tr = t40)

Figura 37: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a pressão atmosférica dos ensaios de distribuição de calor em vapor puro a 113 °C.



3.6 min: Fim Resfriamento (tr)  
 2.7 min: 1º Ponto a 40 °C (t40).....

Figura 38: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a pressão atmosférica dos ensaios de distribuição de calor em vapor puro a 121 °C.



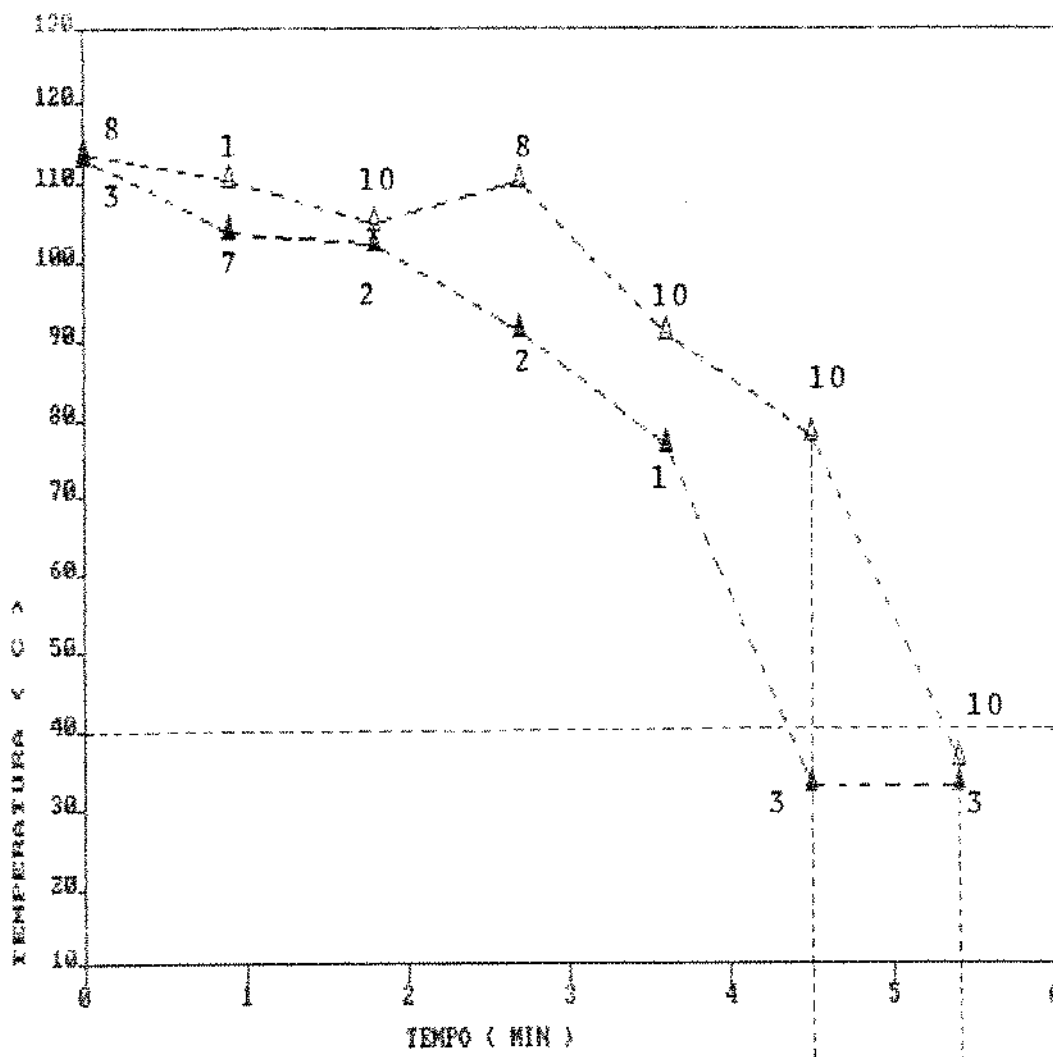
4.5 min: Fim

Resfriamento (tr)

2.7 min: 1º Ponto a

40 °C (t40)

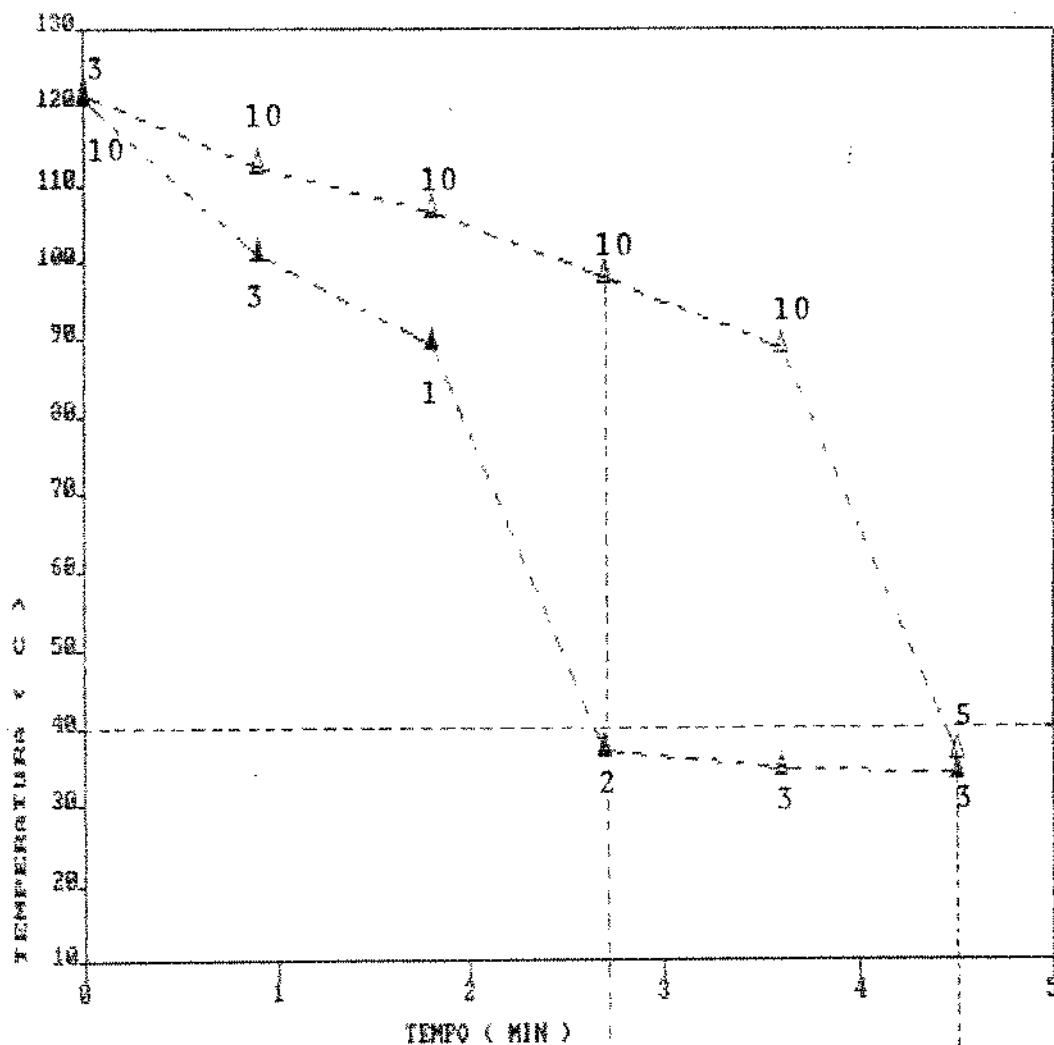
Figura 39: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 33 kPa dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 105°C



5.4 min: Fim  
Resfriamento(tr)

4.5 min: 1º Ponto  
a 40 °C (t40)

Figura 40: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 75 kPa dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 113 °C



4.5 min: Fim  
Resfriamento  
(tr)

2.7 min: 1º Ponto  
a 40 °C (t40)

Figura 4f: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 126 kPa dos ensaios de distribuição de calor em misturas com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C.



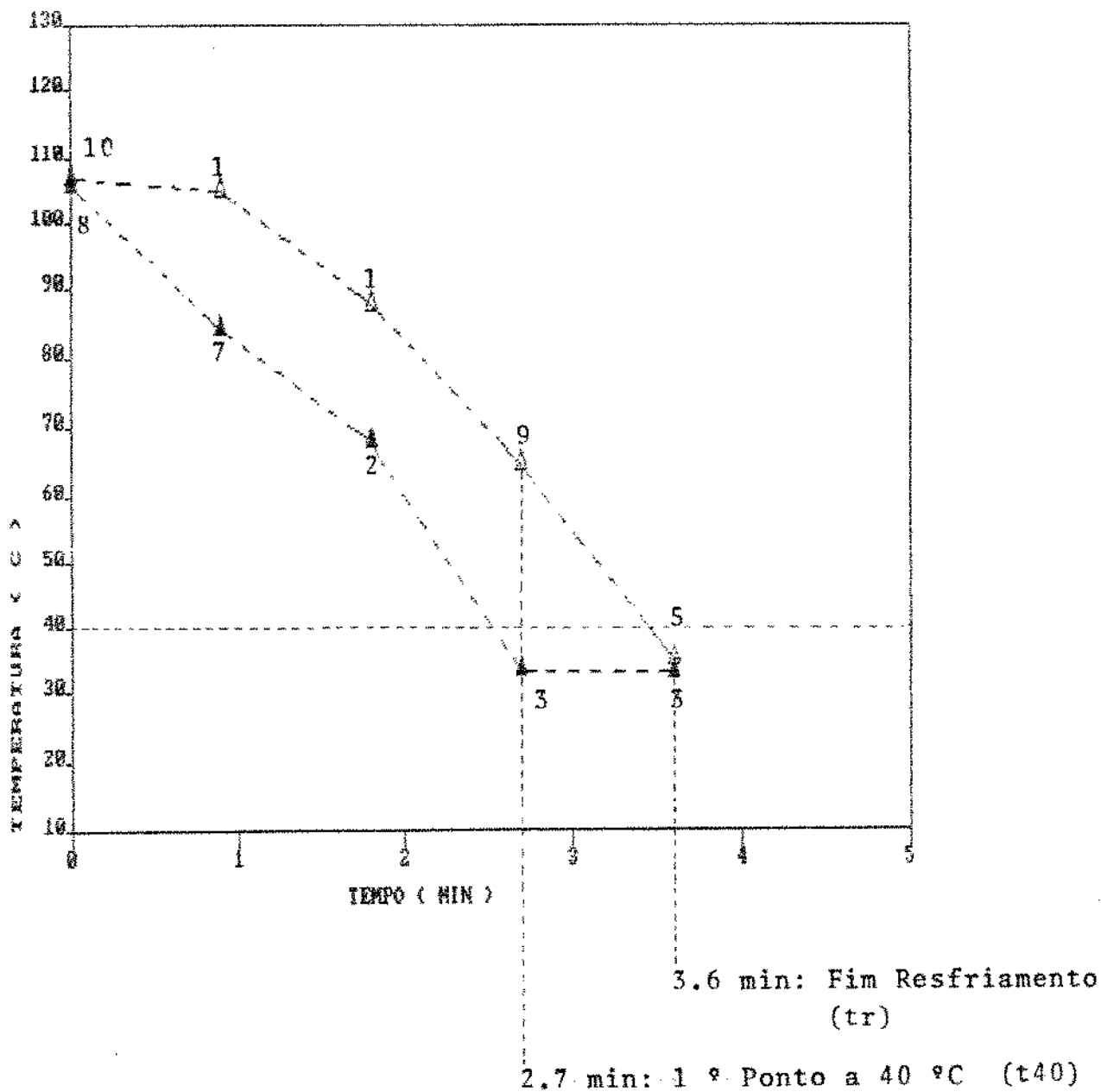
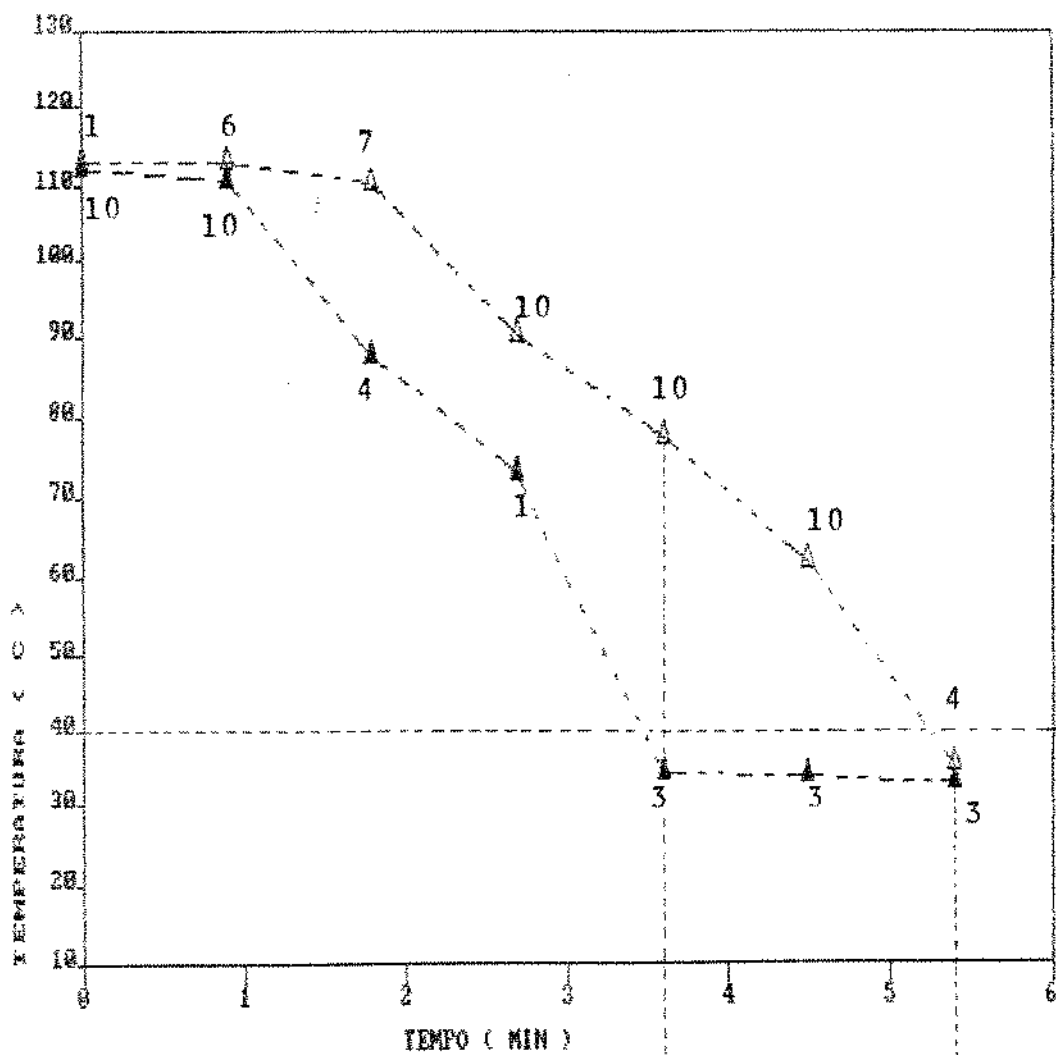


Figura 42: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 71 kPa dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 70 % de vapor e 30 % de ar a 105°C



5.4 min: Fim  
Resfriamento  
(tr)

3.6 min: 1º Ponto  
a 40 °C (t40)

Figura 43: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 125 kPa dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 70 % de vapor e 30 % de ar a 113°C.

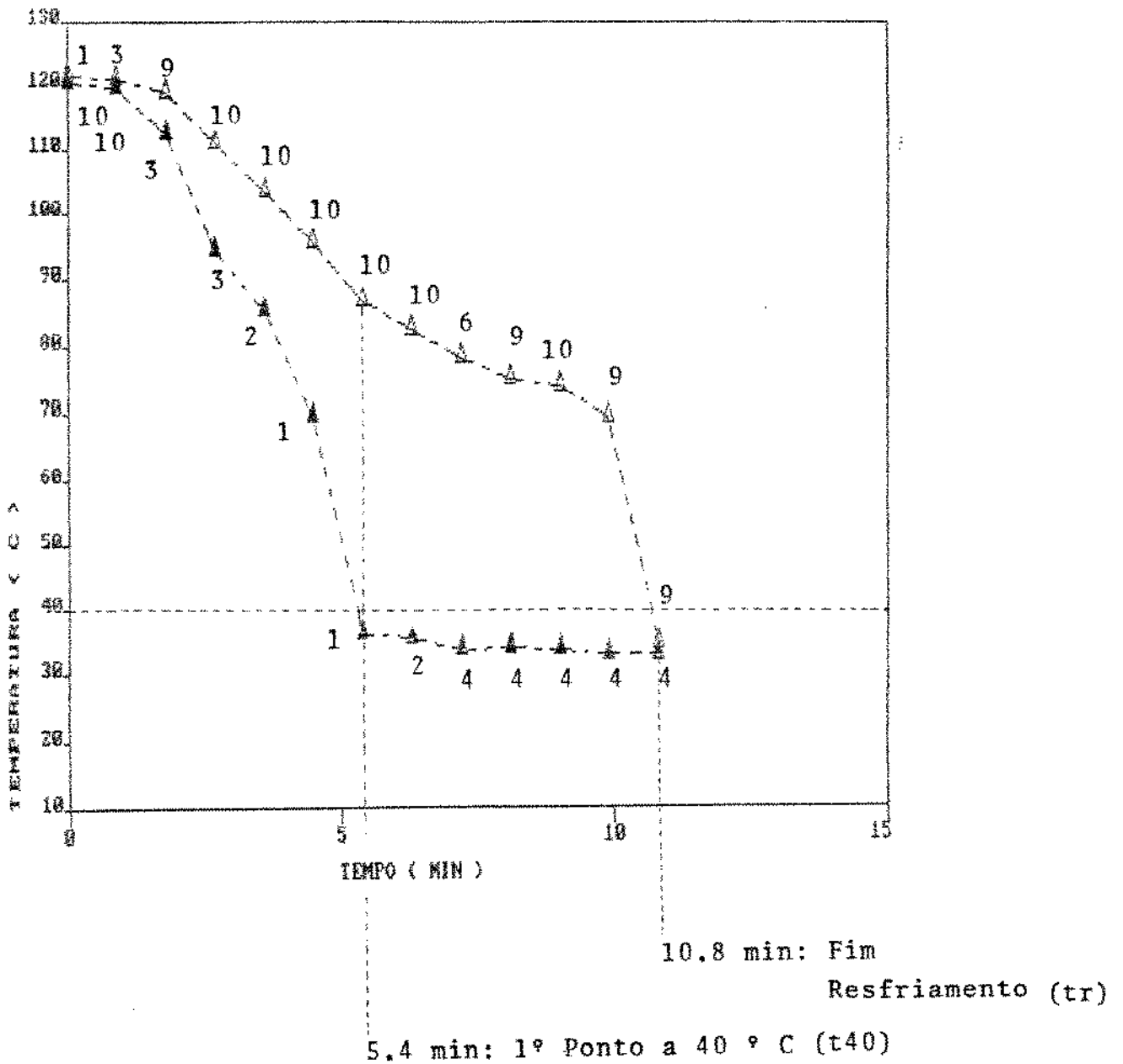
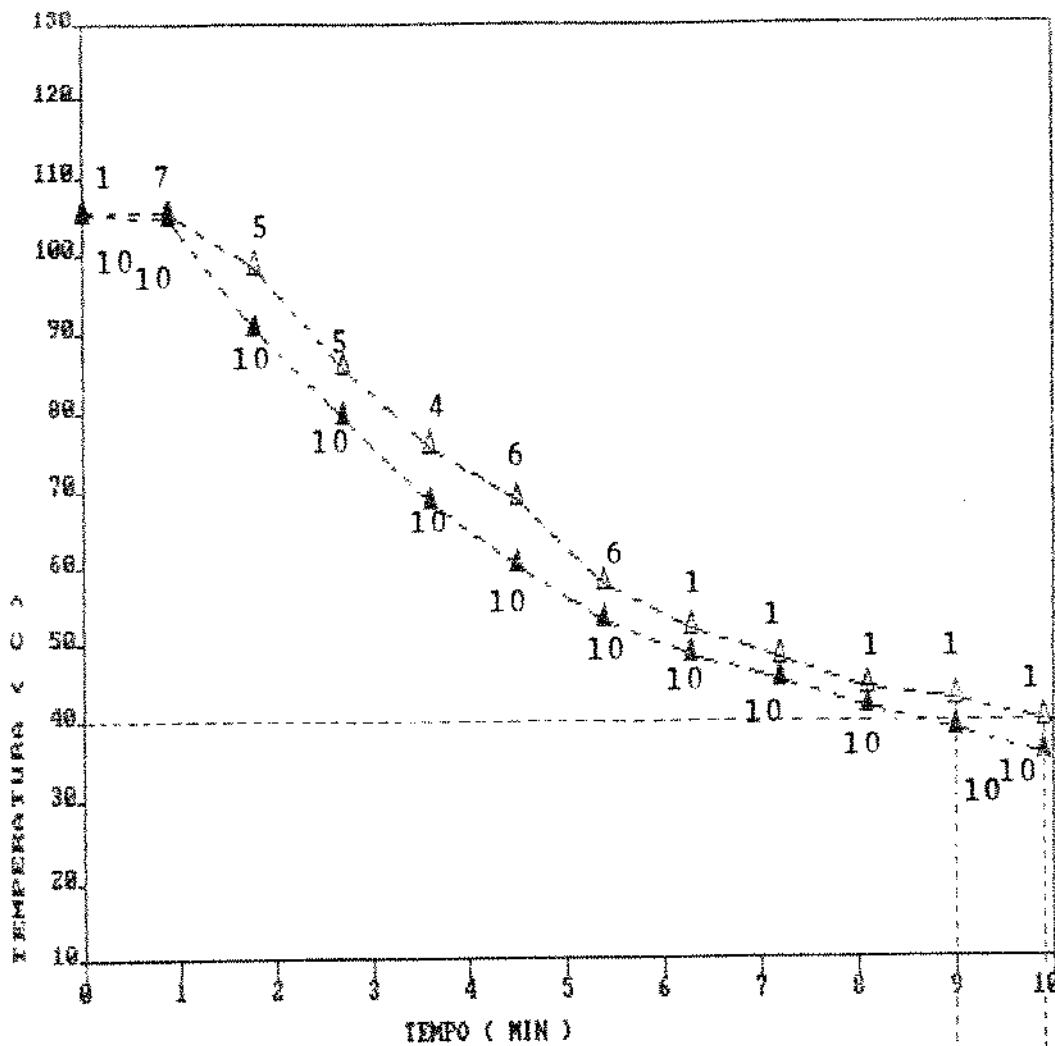


Figura 44: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 191 kPa dos ensaios de distribuição de calor em mistura com 70 % de vapor e 30 % de ar a 121°C



9.9 min: (tr)  
Fim Resfriamento

9.0 min:  
1º Ponto  
a 40 °C (t40)

Figura 45: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 33 kPa dos ensaios de distribuição de calor em água a 105 °C e baixa Sobrepressão.

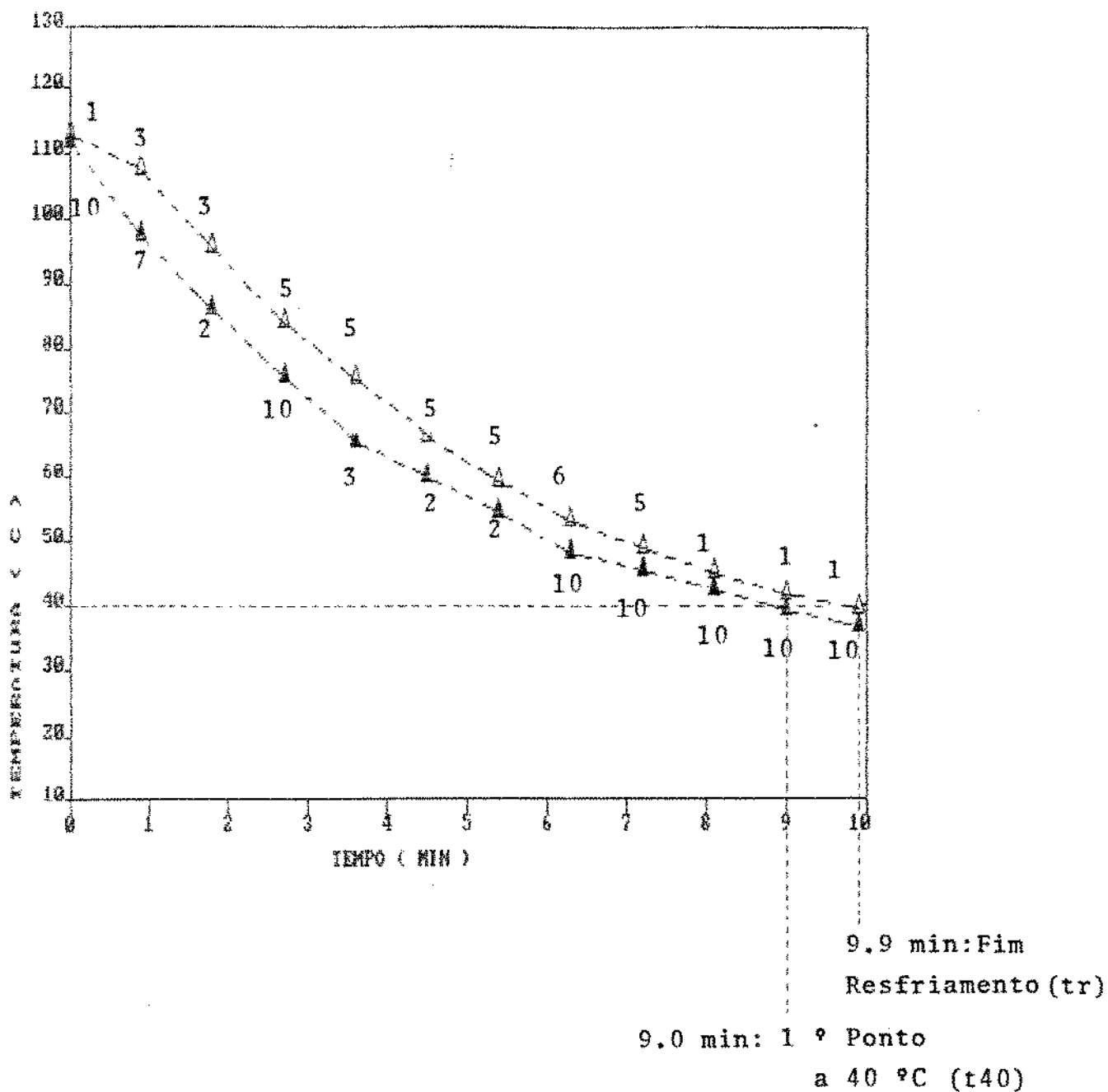
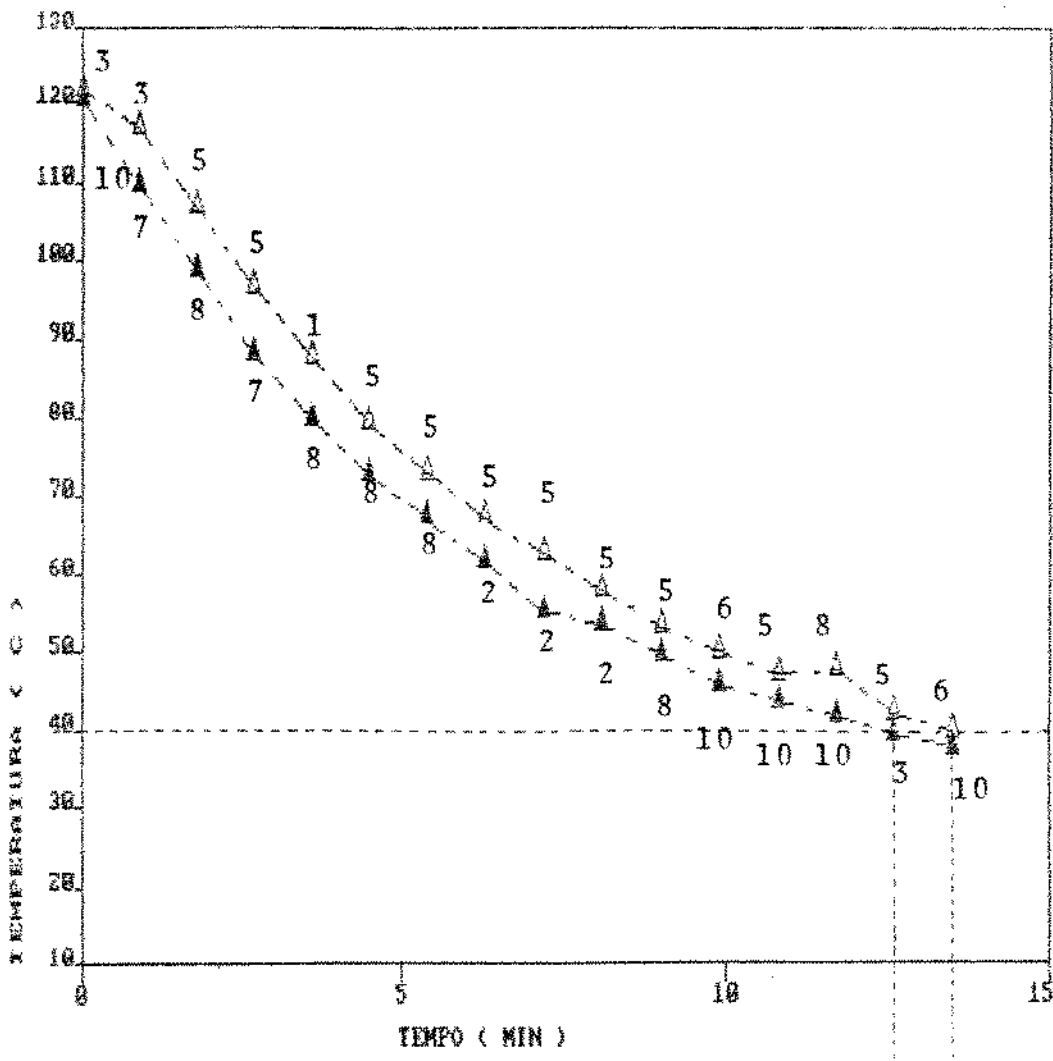


Figura 46: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 75 kPa dos ensaios de distribuição de calor em água a 113 °C e baixa sobrepressão.



13.5 min: Fim (tr)  
Resfriamento  
12.6 min: 1º Ponto  
a 40 °C (t40)

Figura 47: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 126 kPa dos ensaios de distribuição de calor em água a 121 °C e baixa Sobrepressão.

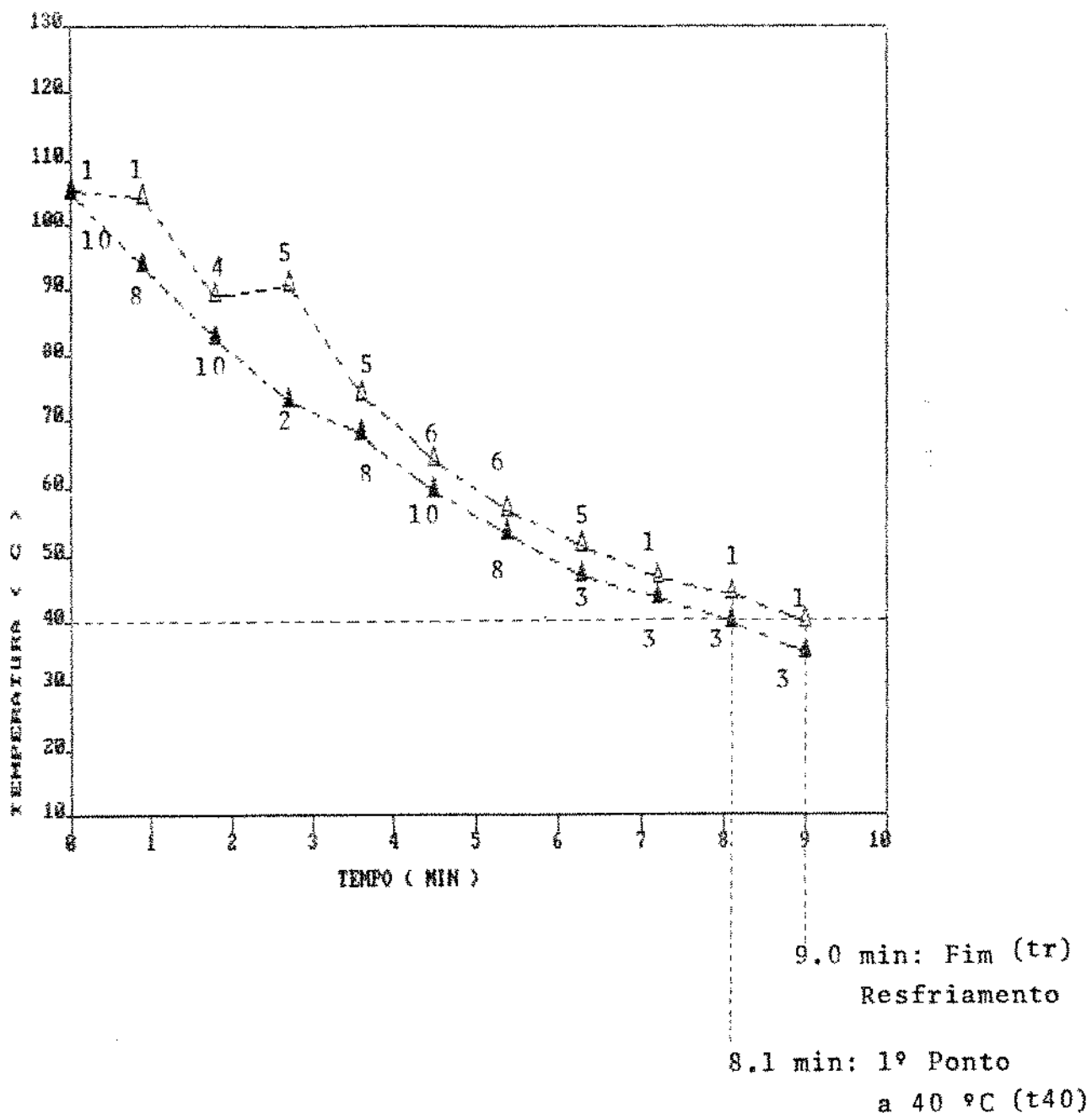
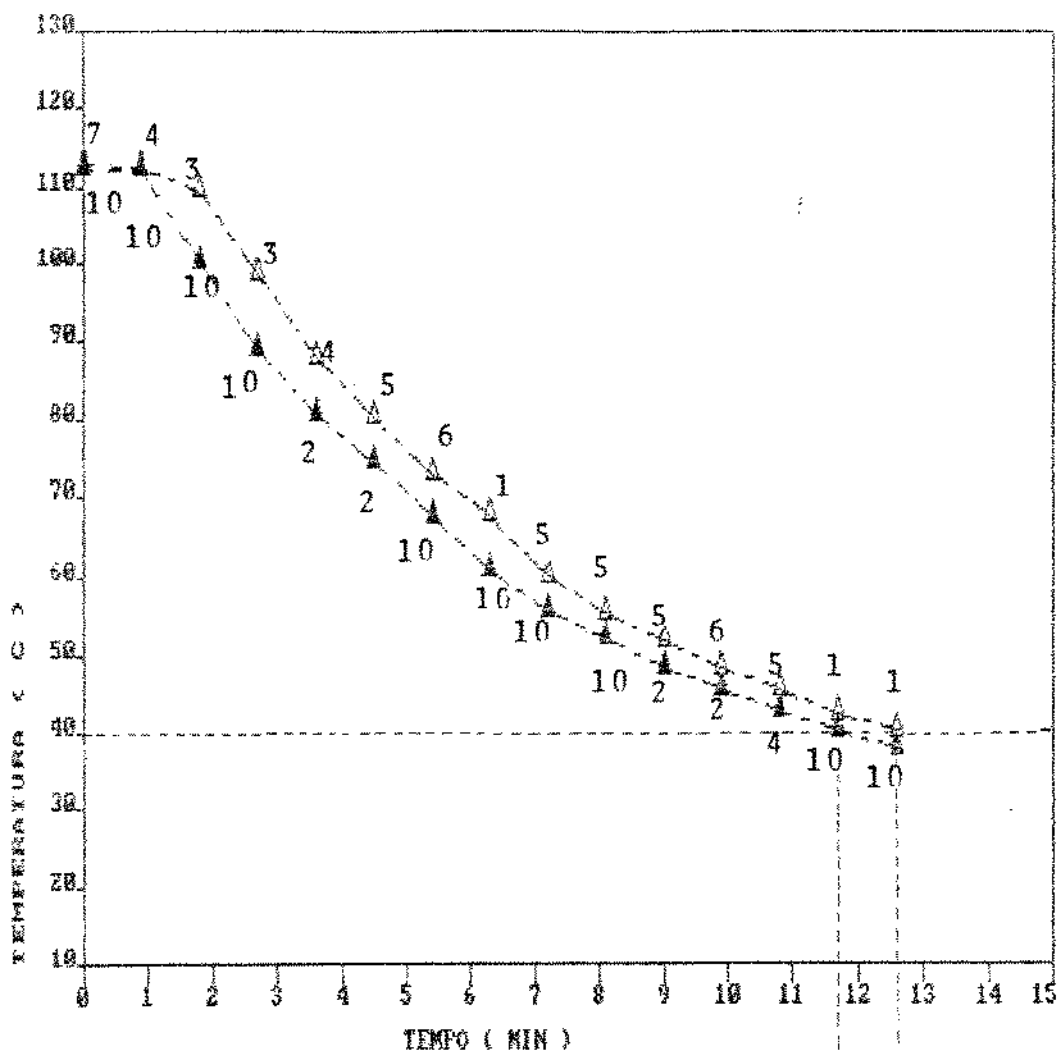


Figura 48: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 71 kPa dos ensaios de distribuição de calor em água a 105 °C e alta sobrepressão.



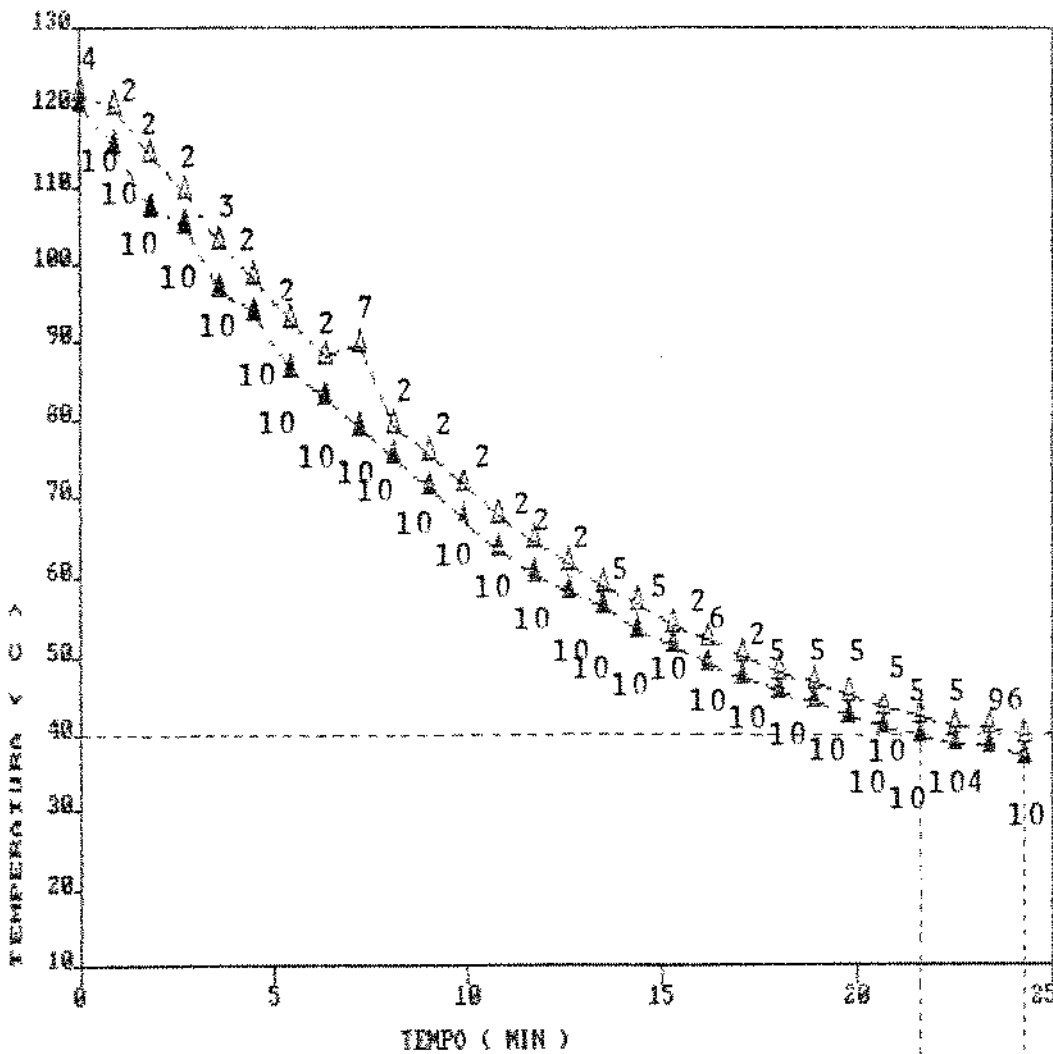
12.6 min Fim (tr)  
Resfriamento

11.7 min:

1 ° Ponto  
a 40 °C (t40)

Figura 49: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 125 kPa dos ensaios de distribuição de calor em água a 113 °C e alta sobrepressão.





24.3 min: Fim  
Resfriamento  
(tr)

21.6 min:  
1º Ponto  
a 40°C (t40)

Figura 50: Posições com temperatura máxima e mínima na etapa de resfriamento a 191 kPa dos ensaios de distribuição de calor em água a 121 °C e alta sobrepressão.

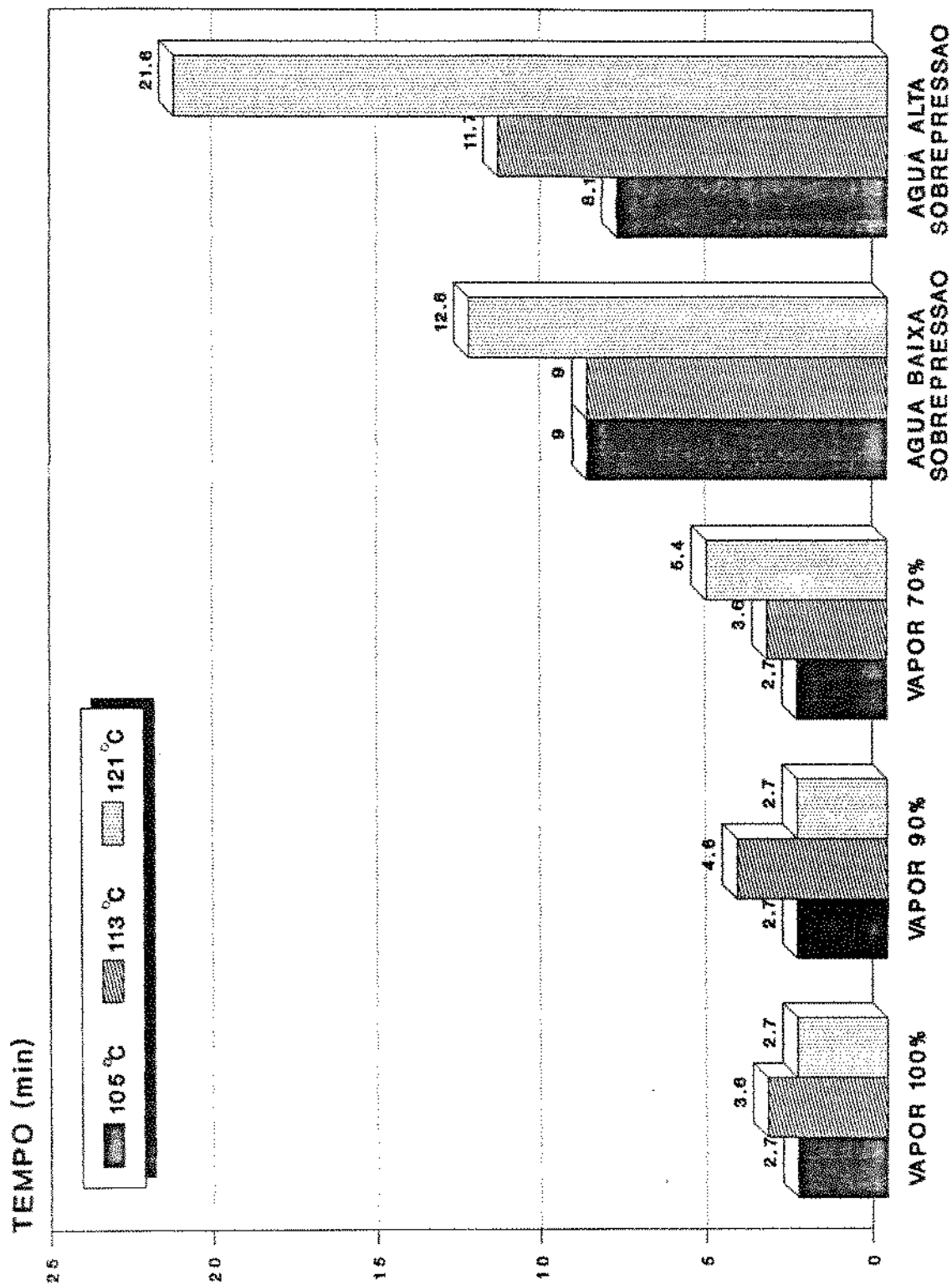


Figura 51.a.: Comparação do "tempo necessário para que o primeiro ponto atinja 40 °C ou menos" (t40) durante o resfriamento dos ensaios de distribuição de calor.

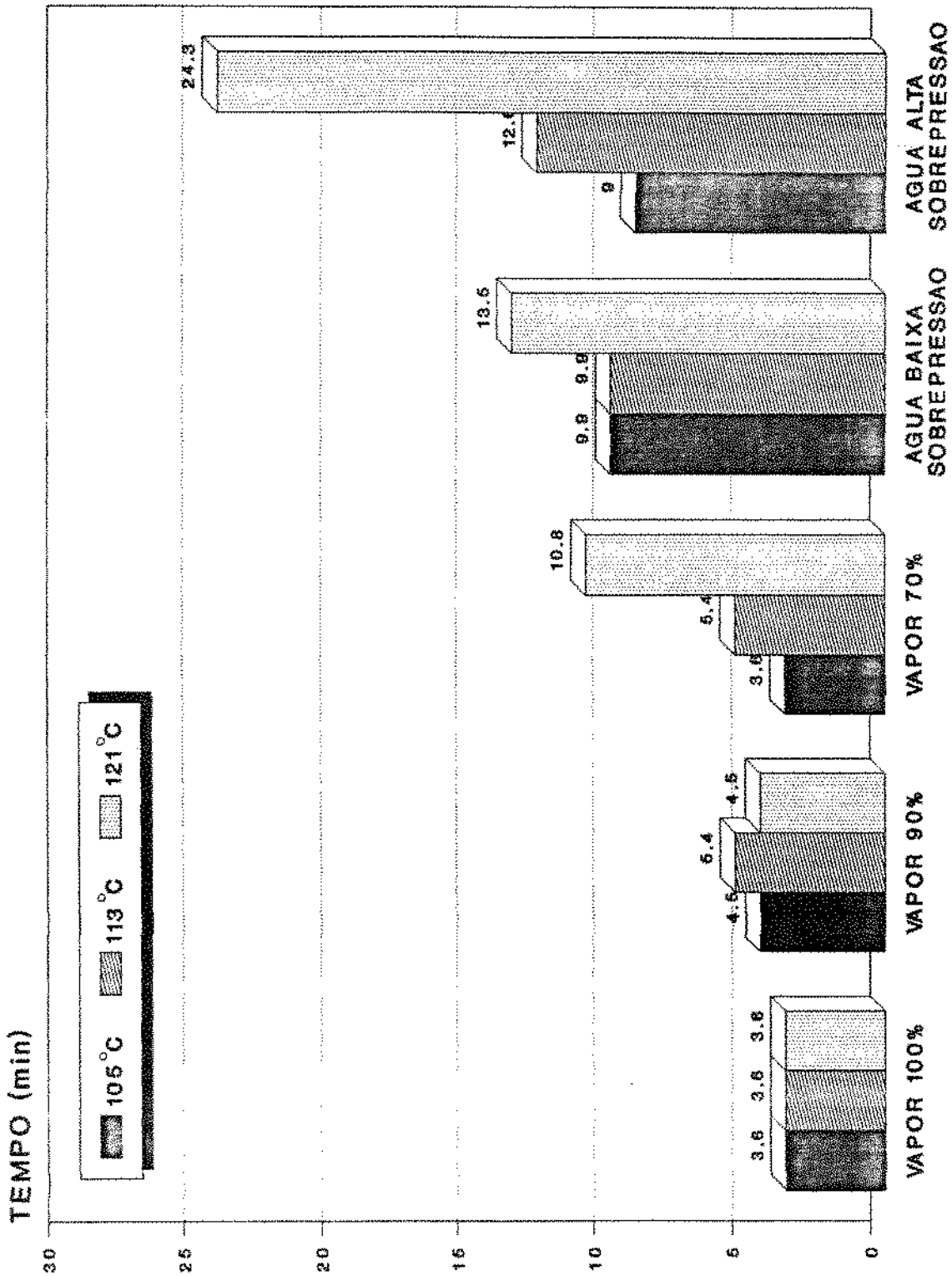


Figura 51.b: Comparação do "tempo necessário para que todos os pontos atinjam 40° C ou menos" (tr) durante o resfriamento dos ensaios de distribuição de calor.

**Tabela 8: Resultados para a etapa de resfriamento dos ensaios de distribuição de calor.**

MEIO AQUEC.	T <sub>g</sub> (°C)	SOBRE PRE SSÃO (kPa)	T <sub>c</sub> (°C)	t <sub>40</sub> (min)	t <sub>r</sub> (min)	OCORRÊNCIA DE PONTOS QUENTES	
						PO SI CÃO	MAX. FREQ. %
VAPOR 100 %	105.7	0	31	2.7	3.6	8	50
	113.8	0	31	3.6	3.6	1	50
	121.6	0	31	2.7	3.6	8.9.10	60
VAPOR 90 %	105.4	33	33	2.7	4.5	8	50
	113.5	75	33	4.5	5.4	10	57
	121.4	126	32	2.7	4.5	10	67
VAPOR 70 %	105.4	71	33	2.7	3.6	1	40
	112.9	125	32	3.6	5.4	10	43
	120.8	191	32	5.4	10.8	10	46
ÁGUA BAIXA S.FR.	105.2	33	28	9.0	9.9	1	50
	113.0	75	31	9.0	9.9	5	42
	121.5	126	30	12.6	13.5	5	62
ÁGUA ALTA S.PR.	104.9	71	28	8.1	9.0	1	45
	112.9	125	30	11.7	12.6	5	31
	121.2	191	30	21.6	24.3	2	50

T<sub>g</sub> : Temperatura inicial do resfriamento.

T<sub>c</sub> : Temperatura de entrada da água de resfriamento.

t<sub>40</sub> : Tempo para que o 1º ponto fique ≤ 40 °C.

t<sub>r</sub> : Tempo para que todos os pontos fiquem a ≤ 40 °C.

A temperatura inicial do resfriamento (105; 113; 121 °C), não mostrou influência no "t<sub>r</sub>" do processo com vapor puro, que demorou 3,6 min em todos os ensaios.

Nos outros resfriamentos (vapor/ar e água com sobrepressão) o aumento da temperatura inicial foi sempre acompanhado por um aumento de pressão, conduzindo a resfriamentos mais demorados (t<sub>r</sub>= 3,6 a 24,6 min).

Em geral para uma mesma temperatura inicial o "tempo de resfriamento" (t<sub>r</sub>) aumentou na ordem: vapor puro, vapor 90 %, vapor 70 %, água a baixa sobrepressão e água a alta sobrepressão.

O aumento da sobrepressão na autoclave provocou uma diminuição da vazão da entrada de água fria, retardando a queda da temperatura. Este efeito foi máximo para o resfriamento do processo utilizando água a 121 °C e 191 kPa (alta sobrepressão, t<sub>r</sub>= 24,3 min); e mínimo para resfriamento a pressão atmosférica (0 kPa) do ensaio que utilizou vapor puro a 121 °C (t<sub>r</sub>: 3,6 min).

Uma alternativa para acelerar o resfriamento durante o processamento de embalagens contendo alimentos, seria suspender a sobrepressão quando se atinge 90-95 °C no ponto mais frio do produto, como sugerido pelo trabalho de WHITAKER (1971).

Em relação ao meio de aquecimento enchendo a autoclave o exame visual das curvas de temperaturas máximas e mínimas permite distinguir 2 comportamentos bem diferenciados: por um lado, os resfriamentos dos processos que utilizaram vapor puro (Fig. 36 a 38) ou misturas vapor/ar (Fig. 39 a 44) e pelo outro, os ensaios em água quente com sobrepressão (Fig. 45 a 50).

Os processos utilizando vapor puro ou misturas vapor/ar tiveram em geral resfriamentos rápidos, pois o vapor condensou e o

ar foi deslocado facilmente ao entrar em contacto com água. Nestes ensaios o "t40" ficou entre 2.7 e 3.6 min, enquanto que o "tr" aumentou na seguinte ordem vapor puro (3.6 min), vapor 90 % (4.5 a 5.4 min), e vapor 70 % (3.6 a 10.8 min). Neste último meio de aquecimento o resfriamento foi mais lento por causa da alta sobrepressão utilizada.

De uma maneira geral, para os resfriamentos dos processos que utilizaram vapor puro ou misturas vapor/ar, os pontos "quentes" ocorreram com maior frequência na metade superior do conjunto de prateleiras (posições 8 a 10), deslocando-se de baixo para cima conforme o preenchimento com água na autoclave, como apresentado nas Fig. 36 a 44.

No caso da água com sobrepressão, a queda da temperatura foi mais demorada, pois a água quente ocupando a autoclave foi lentamente substituída pela água fria. A temperatura decresceu na mesma proporção para todas as posições, sem se observar grandes diferenças instantâneas.

Os pontos "quentes" apareceram com maior frequência na metade do conjunto de prateleiras (posição 5), que foi a posição mais distante das entradas da água do fundo e do topo da autoclave.

Em todas as experiências o primeiro e último ponto atingiram 40 °C quase ao mesmo tempo ( $t_{40} \cong t_r$ ), enquanto que o tempo de resfriamento aumentou com o acréscimo da temperatura inicial ( $T_0$ ) e da sobrepressão, passando de 9.0 min para água a 105 °C e baixa sobrepressão para 24.3 min para água a 121 °C e alta sobrepressão.

Uma primeira tentativa para diminuir o "tr", seria esvaziar a autoclave antes da entrada com água fria. Isto foi realizado em testes preliminares, onde o sistema de controle de pressão teve dificuldades em evitar grande queda da pressão.

Outra possibilidade seria instalar uma bomba para injetar água fria e drenar a água quente, como encontradas nas autoclaves com agitação.

Os resultados obtidos permitem concluir que o resfriamento do processo a 121 °C numa mistura com 90 % de vapor ( $t_r = 4.5$  min) foi o mais semelhante com o de vapor puro ( $t_r = 3.6$  min) na mesma temperatura.

Finalmente, foi decidido que para a acelerar o resfriamento nos ensaios de penetração do calor em misturas de vapor/ar ou água quente com sobrepressão, a sobrepressão de ar seria suspensa ao se atingir 90 a 95 °C no centro dos blocos simuladores ou bolsas esterilizáveis.

#### 4.2. Ensaios de penetração do calor em blocos simuladores

Os ensaios de penetração de calor em blocos simuladores permitiram completar a seleção dos meios de aquecimento úteis para o processamento térmico de bolsas esterilizáveis na autoclave modificada.

O objetivo destes ensaios foi estudar a influência do tipo de meio de aquecimento e da posição nas prateleiras sobre a velocidade de aquecimento e resfriamento de blocos simuladores processados a 121 °C em vapor puro, mistura com 90 % vapor e 10 % ar, e água a baixa sobrepressão (126 kPa) e alta sobrepressão (191 kPa). O aquecimento foi concluído quando todos os blocos apresentaram uma temperatura de 120 °C ou maior.

As Figuras 52 a 59 apresentam as curvas de "história térmica" para cada uma das experiências.



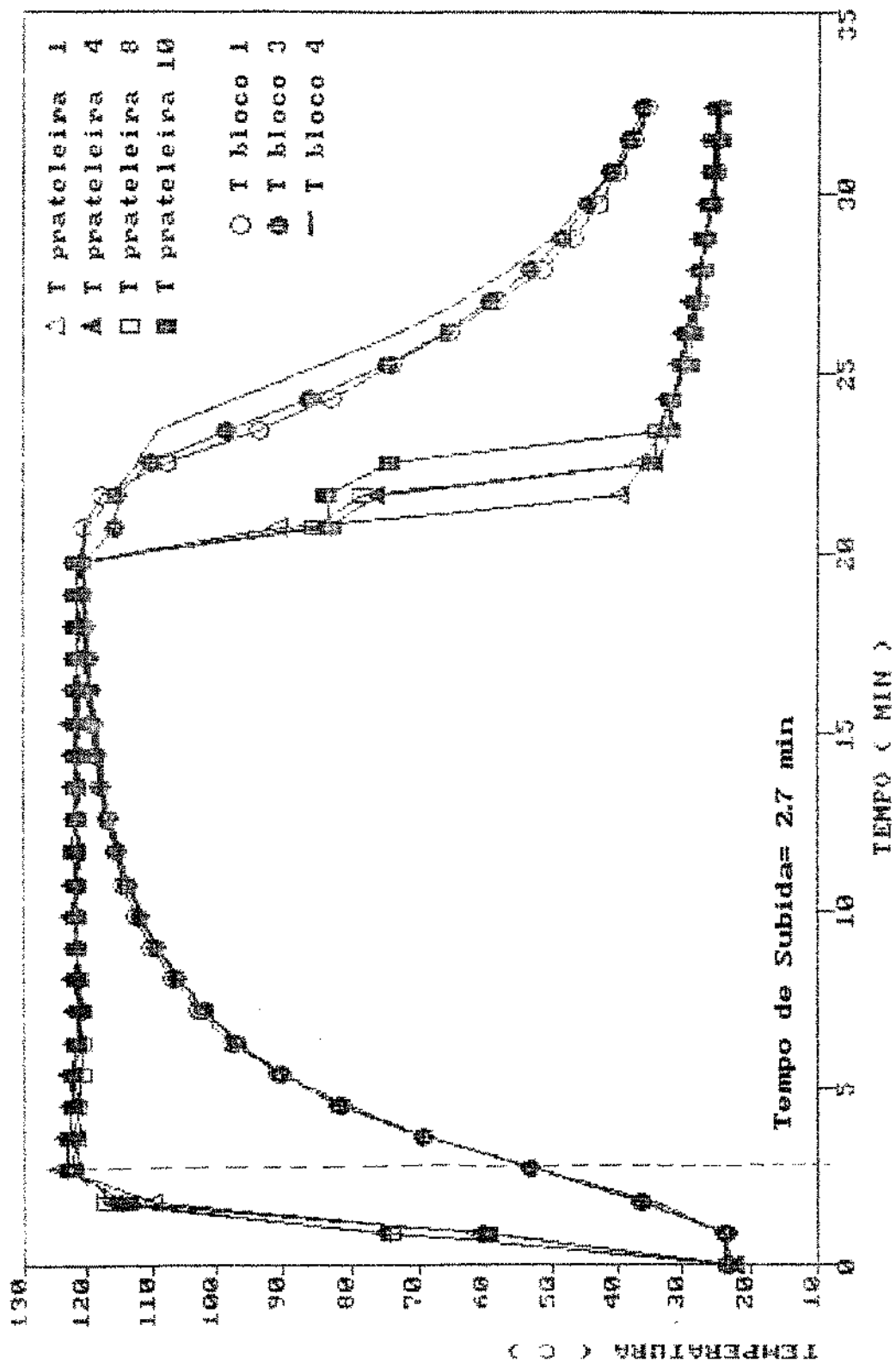


Figura 52: Curvas de história térmica para o processo de blocos simuladores em vapor puro a 121 °C. Repetição 1.

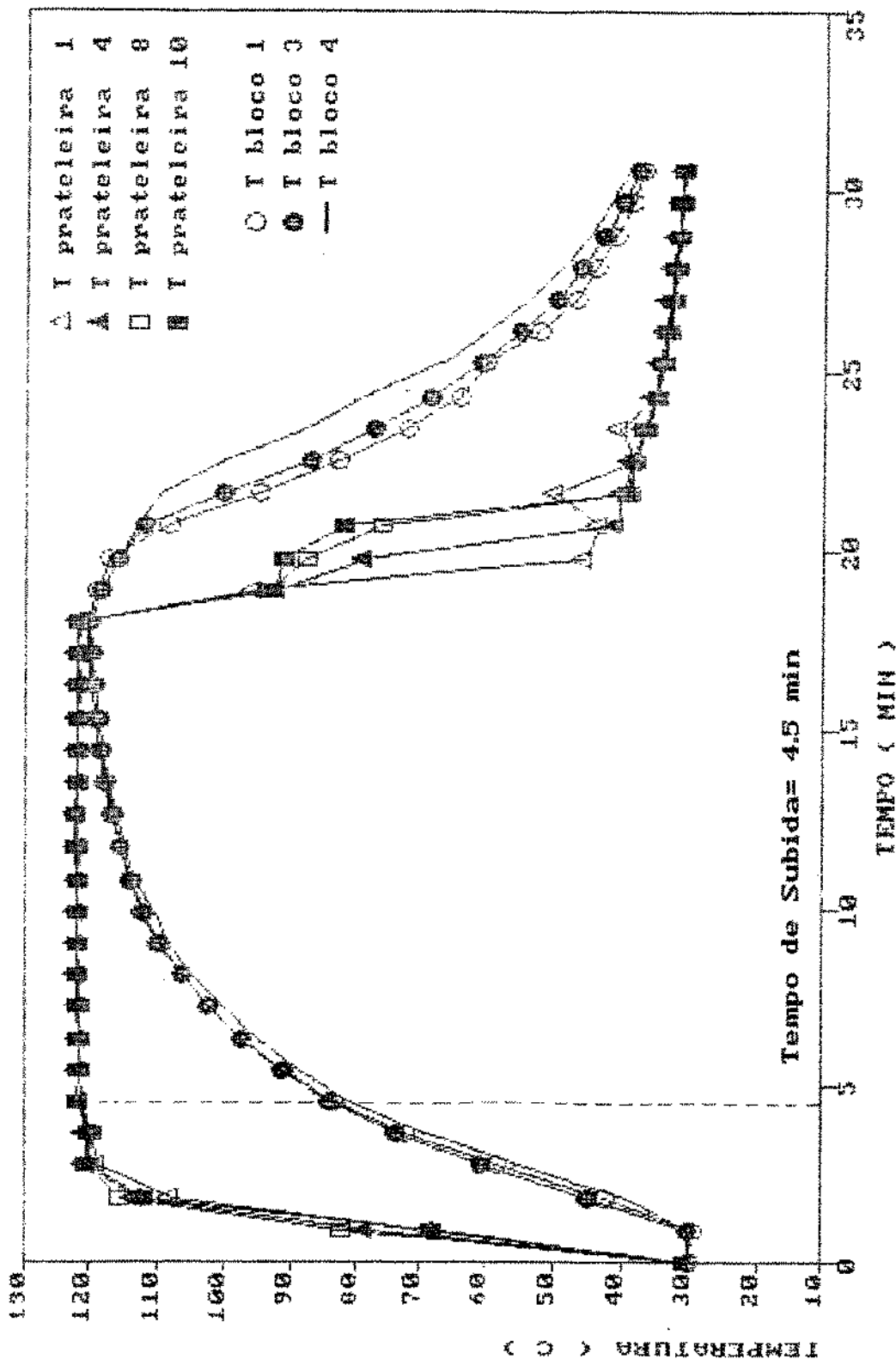


Figura 53: Curvas de história térmica para o processo de blocos simuladores em vapor puro a 121 °C. Repetição 2.

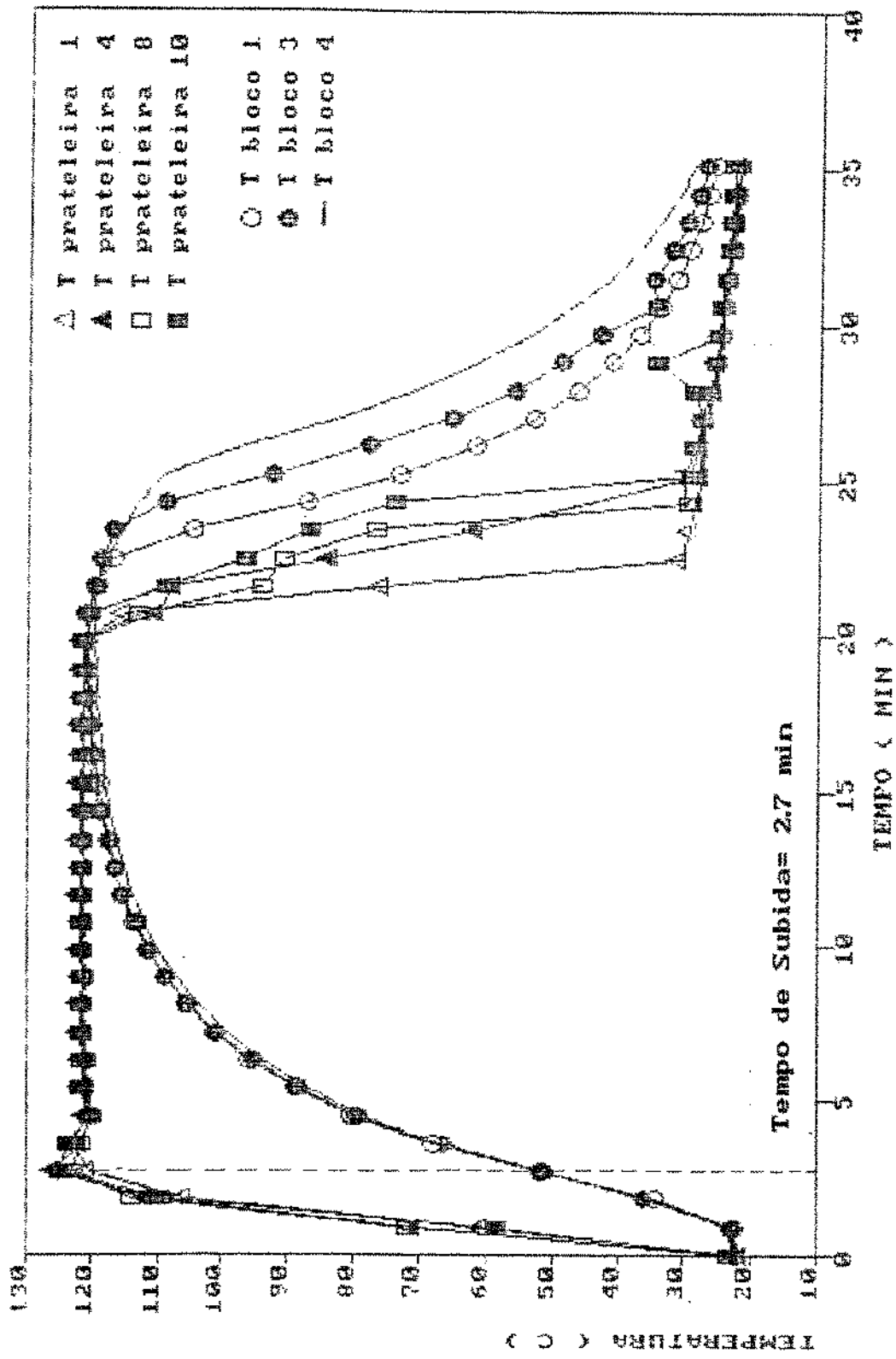


Figura 54: Curvas de história térmica para o processo de blocos simuladores em mistura de 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C. Repetição 1.

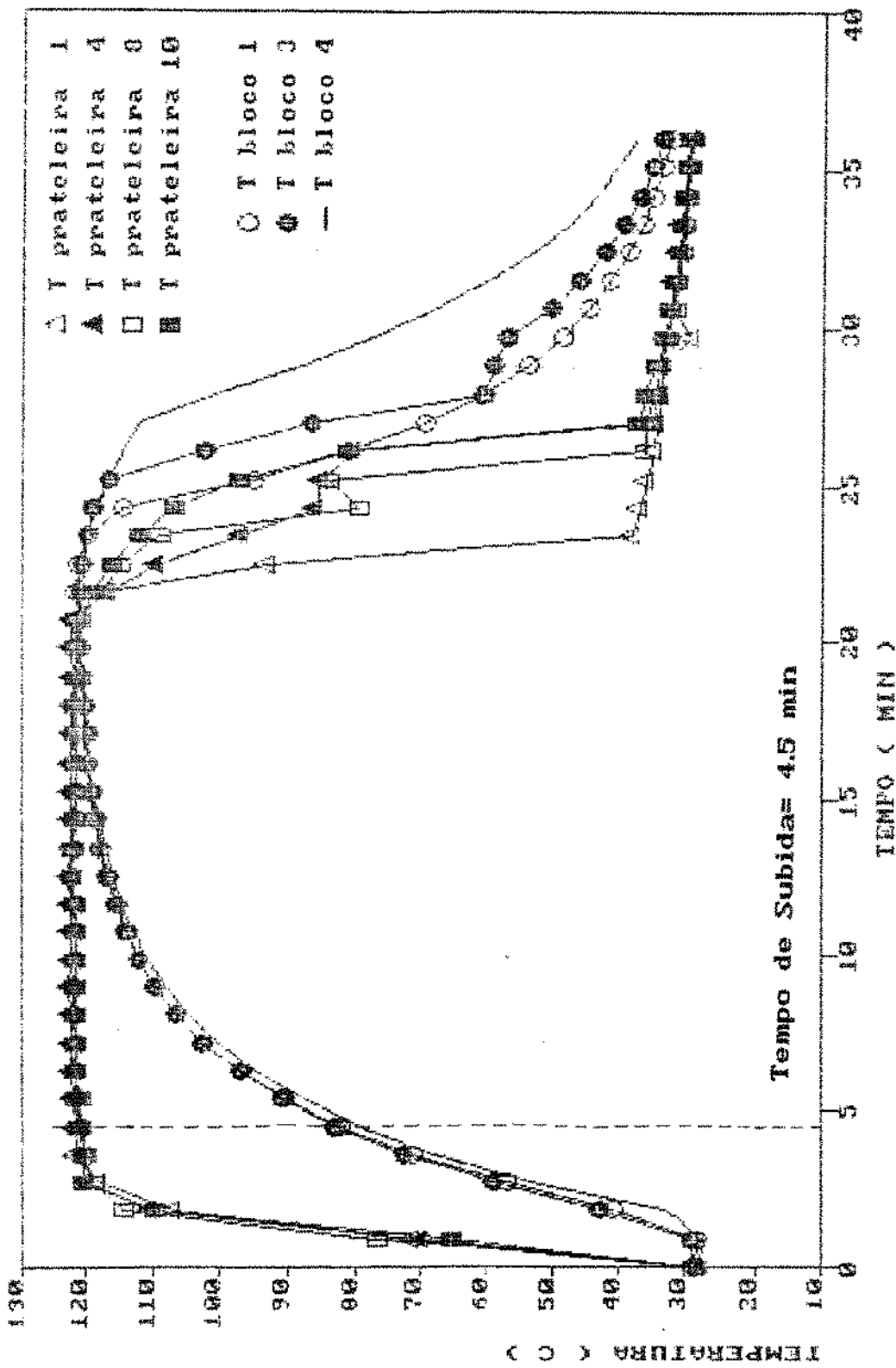


Figura 55: Curvas de história térmica para o processo de blocos simuladores em mistura de 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C. Repetição 2.

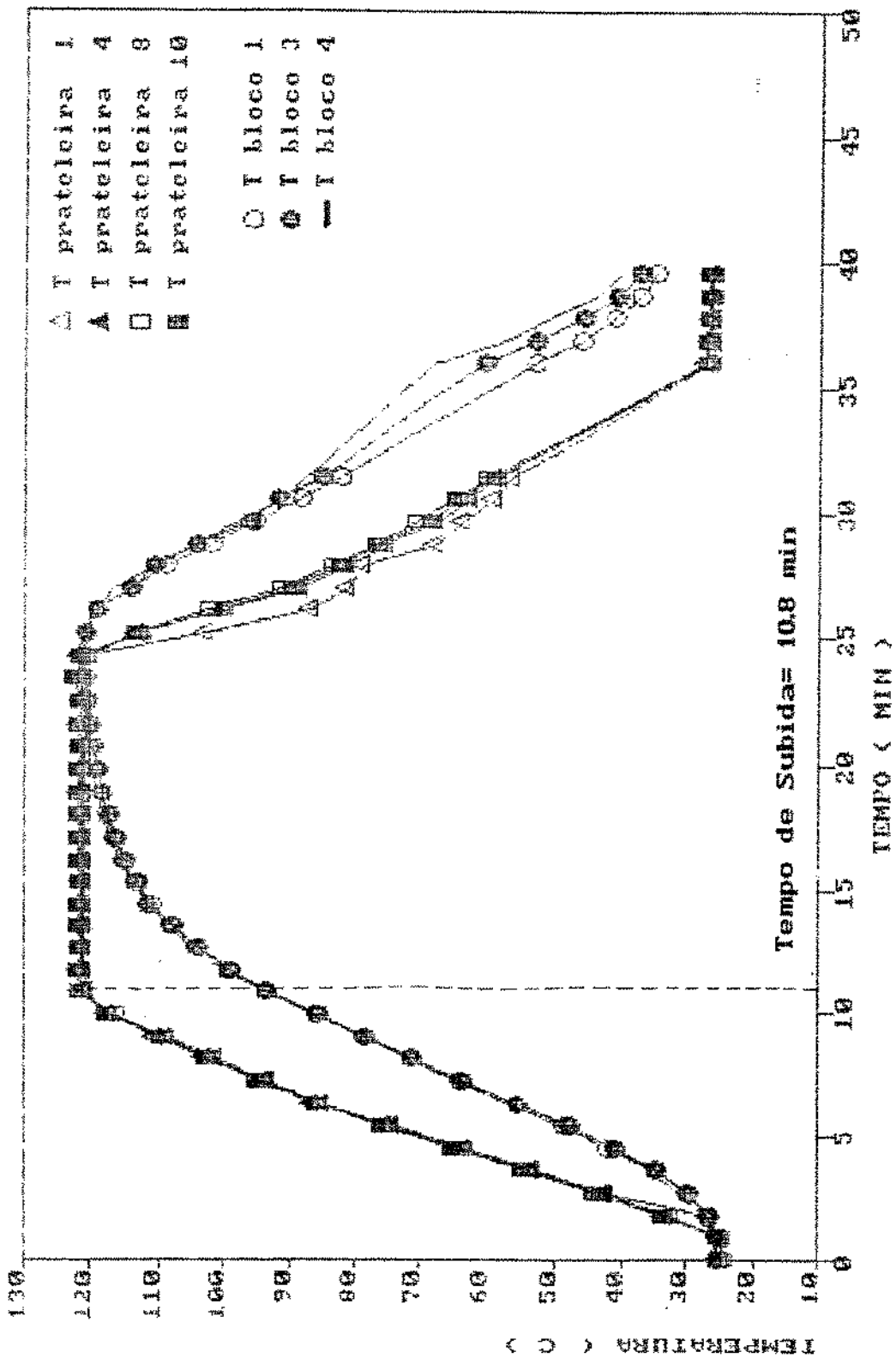


Figura 56: Curvas de história térmica para o processo de blocos simuladores em água a 121 °C e baixa sobrepressão (126 kPa). Repetição 1.

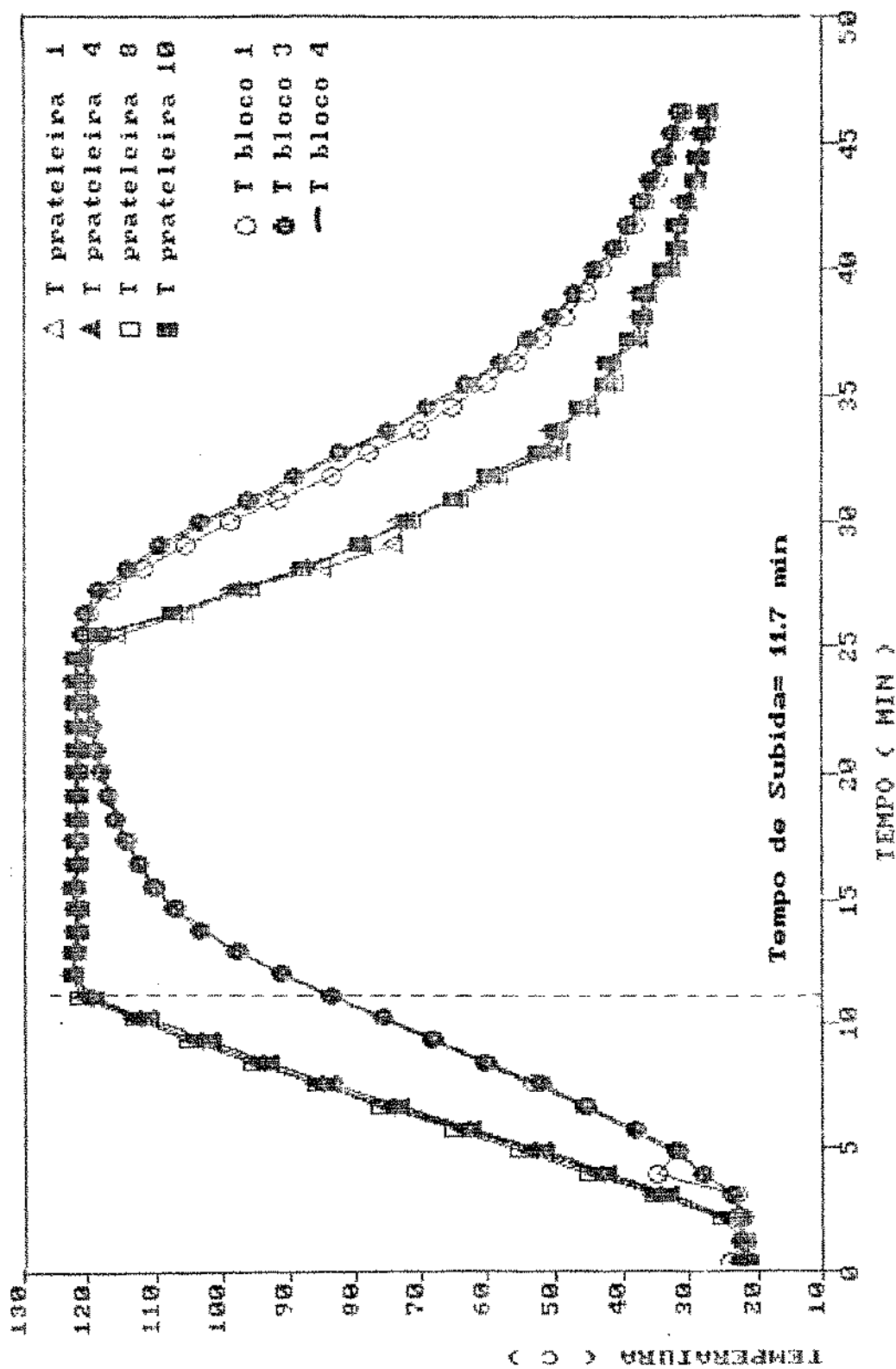


Figura 57: Curvas de história térmica para o processo de blocos simuladores em água a 121 °C e baixa sobrepressão (126 kPa). Repetição 2.

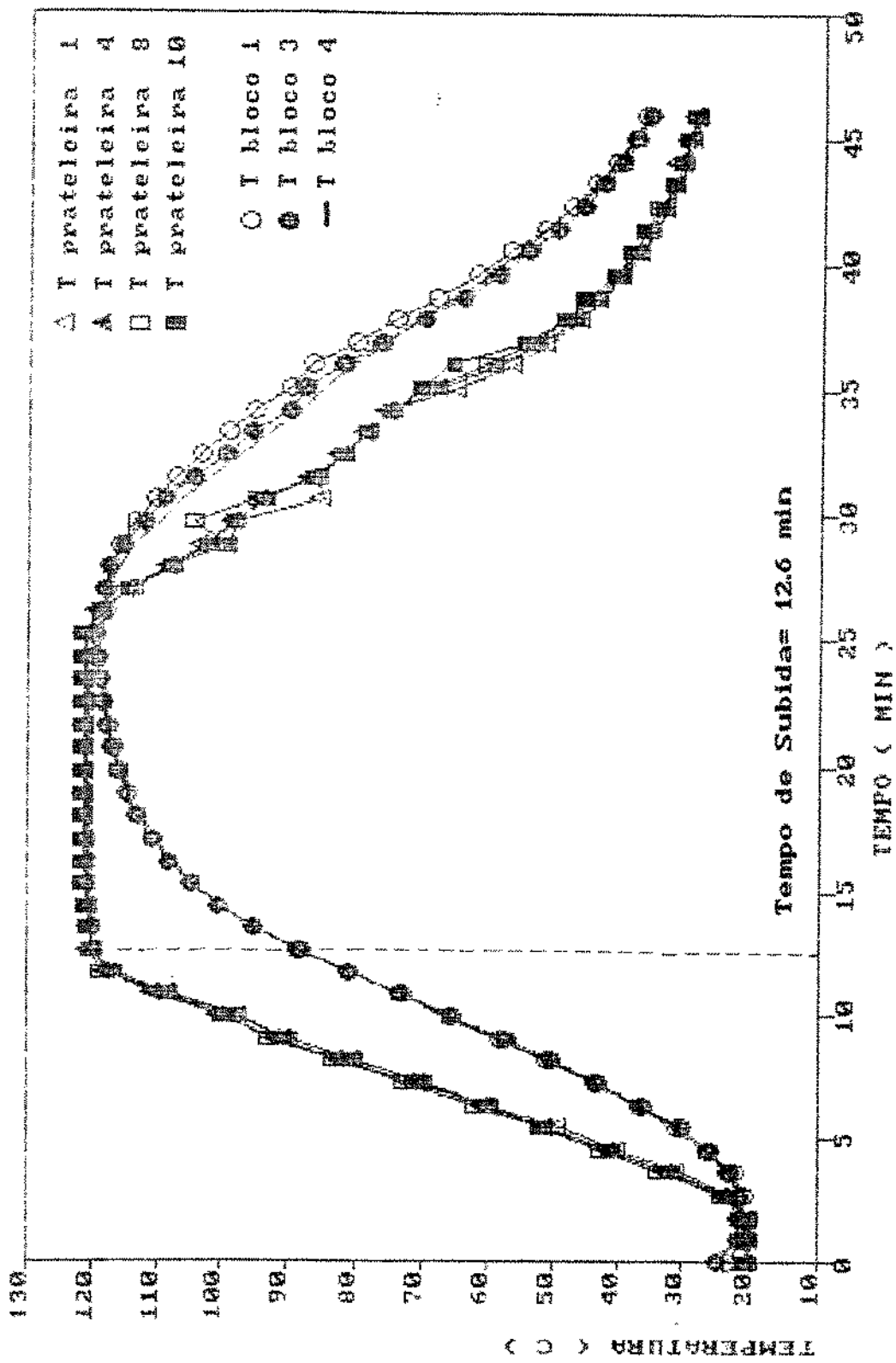


Figura 58: Curvas de história térmica para o processo de blocos simuladores em água a 121 °C e alta sobrepressão (191 kPa). Repetição 1.

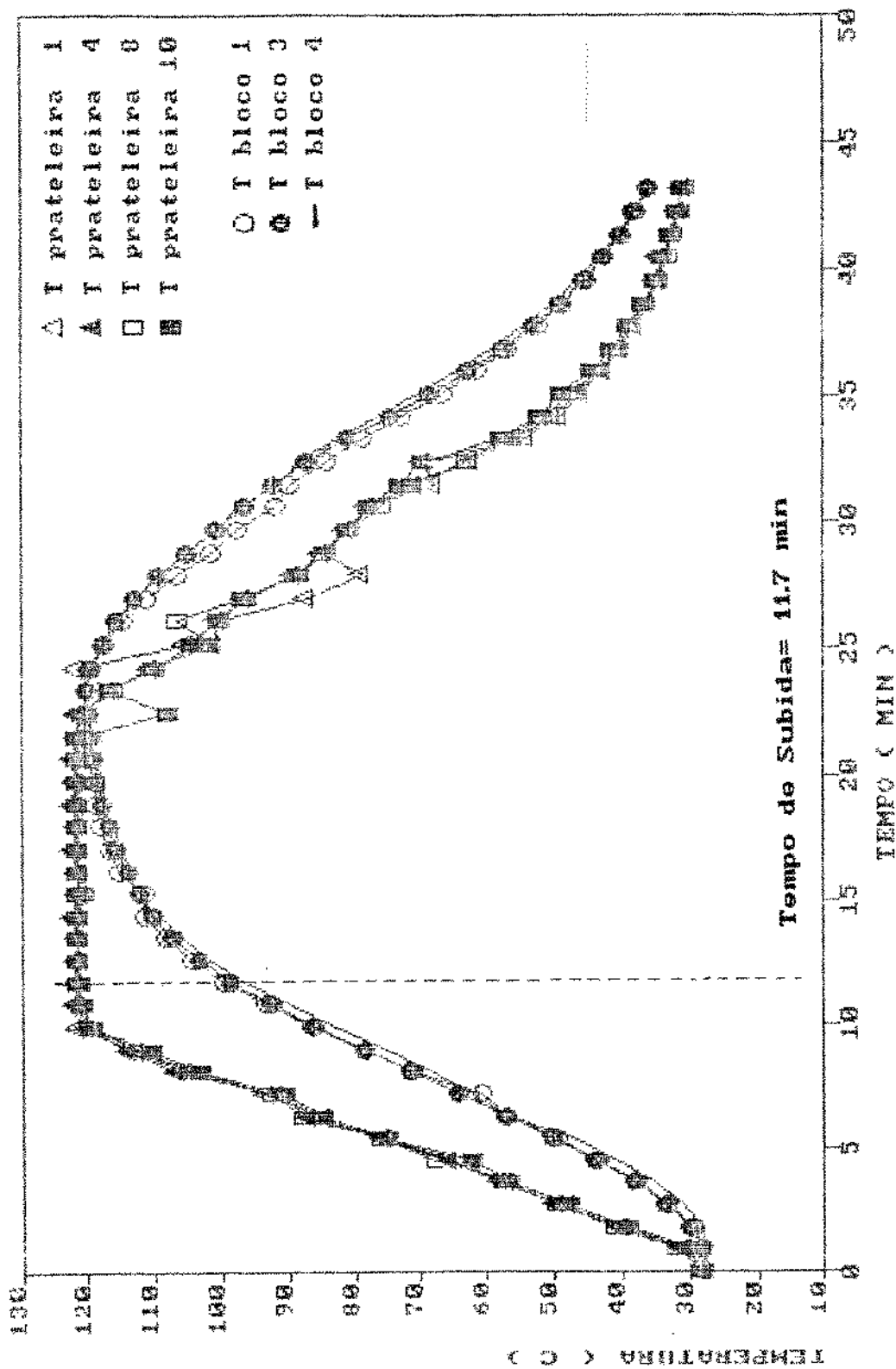


Figura 59: Curvas de história térmica para o processo de blocos simuladores em água a 121 °C e alta sobrepressão (191 kPa). Repetição 2.



#### 4.2.1. Etapa de aquecimento nos ensaios de penetração de calor em blocos simuladores

A Tabela 9 apresenta o "tempo de subida" (TS) e a média da temperatura de processo ( $\bar{T}_1$ ) para cada experimento. A média da temperatura inicial no centro dos blocos foi de 25,7 °C, para todas as experiências.

Tabela 9: Temperatura média do meio de aquecimento ( $\bar{T}_1$ ) e tempo de subida (TS) nos ensaios de penetração de calor em blocos simuladores a 121 °C.

	VAPOR 100%		VAPOR 90%		ÁGUA BAIXA SPR. (126 kPa)		ÁGUA ALTA SPR. (191 kPa)	
	R1	R2	R1	R2	R1	R2	R1	R2
$\bar{T}_1$ (°C)	121,5	121,8	121,7	121,9	120,2	121,5	120,2	121,1
TS (min)	2,7	4,5	2,7	4,5	10,8	11,7	12,6	11,7

R1, R2: repetições 1 e 2 respectivamente.

Os "tempos de subida" foram semelhantes aos medidos durante os ensaios de distribuição de calor com valores médios de 3,6 min para o vapor puro e a mistura com 90 % de vapor e de 11,7 min para água com sobrepressão.

A Tabela 10 apresenta o "tempo necessário para atingir uma temperatura maior ou igual a ( $\bar{T}_1 - 2$  °C)" no centro dos blocos simuladores. Em termos de valores médios, o aquecimento dos blocos na prateleira 10 foi um pouco mais lento (18,2 e 18,6 min) do que

para a prateleira 2 (17.9 min), mas estas diferenças não foram significativas ( $\alpha = 0.005$ , Tabela 11).

Os resultados do "tempo necessário para atingir  $\bar{T}_1 - 2 \text{ }^\circ\text{C}$ " apresentados na Tabela 10 sugerem dividir os meios de aquecimento em dois grupos bem diferenciados: por um lado o vapor puro e as misturas com 90 % de vapor (médias 17.1 e 17.4 min respectivamente) e pelo outro a água a baixa e alta sobrepressão (médias de 21.2 e 23.1 min). A existência destes dois grupos foi confirmada através da análise de variância (Tabela 11) e do "Teste da Mínima Diferença Significativa" (Tabela 12). Era de se esperar este resultado, decorrente ao maior "tempo de subida" observado nos processos em água com sobrepressão.

Tabela 10: Tempo necessário para atingir ( $\bar{T}_1 - 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ) no centro de blocos simuladores durante os ensaios de penetração de calor (min).

POSICÃO / PRATELEIRA	VAPOR 100%		VAPOR 90%		ÁGUA BAIXA SPR. (126 kPa)		ÁGUA ALTA SP (191 kPa)		MÉDIA / POSICÃO
	R1	R2	R1	R2	R1	R2	R1	R2	
1 / 2	16.2	17.1	17.1	16.2	20.7	21.6	24.3	2.5	19.4
2 / 2	17.1	17.1	17.1	17.1	20.7	21.6	24.3	1.6	19.6
3 / 6	17.1	17.1	16.2	18.9	20.7	20.7	23.4	0.7	19.4
4 / 10	17.1	17.1	18.9	17.1	20.7	22.5	25.2	1.6	20.0
5 / 10	18.0	17.1	18.0	17.1	20.7	22.5	25.2	2.5	20.1
MÉDIA MEIO AQUECIMENTO	17.1		17.4		21.2		23.0		19.7

R1, R2: repetições 1 e 2 respectivamente.

Tabela 11: Análise de variância do "tempo necessário para atingir  $(T_i - 2 \text{ } ^\circ\text{C})$ " no centro dos blocos durante os ensaios de penetração de calor.

FONTE DE VARIACÃO	GRAUS LIB.	SOMA QUADRADOS	MÉDIA DOS QUADRADOS	F
Repetições	1	0.994	0.994	
Posição	4	2.554	0.638	1.00 <sup>ns</sup>
Erro Posição	4	2.549	0.637	
Meio de Aquecimento	3	287.610	95.87	57.0 ***
Posição x Meio	12	8.141	0.678	0.40 <sup>ns</sup>
Erro Meio Aquecimento	15	25.210	1.681	
Total	39	327.058		

<sup>ns</sup>. Não significativo para  $\alpha = 0.005$ .

\*\*\*: Significativo para  $\alpha = 0.005$ .

Tabela 12: Comparação das médias do "tempo necessário para atingir  $(\bar{T}_1 - 2 \text{ }^\circ\text{C})$ " medido em minutos no centro dos blocos simuladores, através do "teste da mínima diferença significativa" ( $\alpha = 0.001$ )

MÉDIAS DO TEMPO NECESSÁRIO PARA ATINGIR $\bar{T}_1 - 2 \text{ }^\circ\text{C}$ (min) *			
VAPOR 100 %	VAPOR 90 %	ÁGUA 126 kPa	ÁGUA 191 kPa
17.1	17.4	21.2	23.1
<hr/>		<hr/>	

\* : As médias sobre uma mesma linha horizontal não apresentaram diferenças significativas ( $\alpha = 0.001$ ).

Para os blocos aquecidos a  $121 \text{ }^\circ\text{C}$  em vapor puro e mistura com 90 % de vapor foram representadas as "curvas semilogarítmicas de aquecimento" (Fig. 60 a 63). A partir da porção retilínea de cada gráfico foi calculado os parâmetros "fh" e "jh" como indicado no item 3.7.1.1.

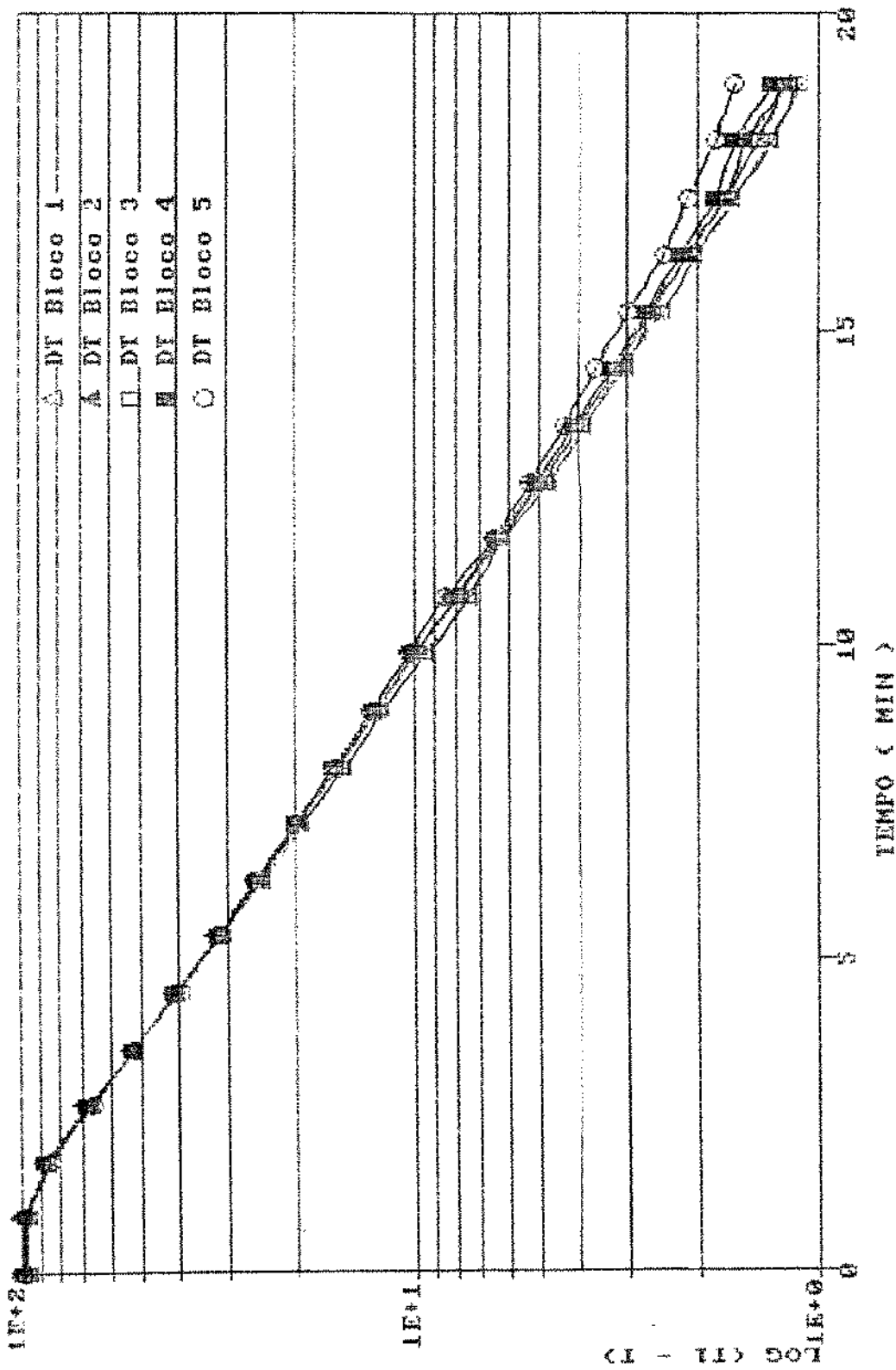


Figura 60: Curvas semi-logarítmicas para o aquecimento de blocos simuladores em vapor puro a 121 °C. Repetição 1.

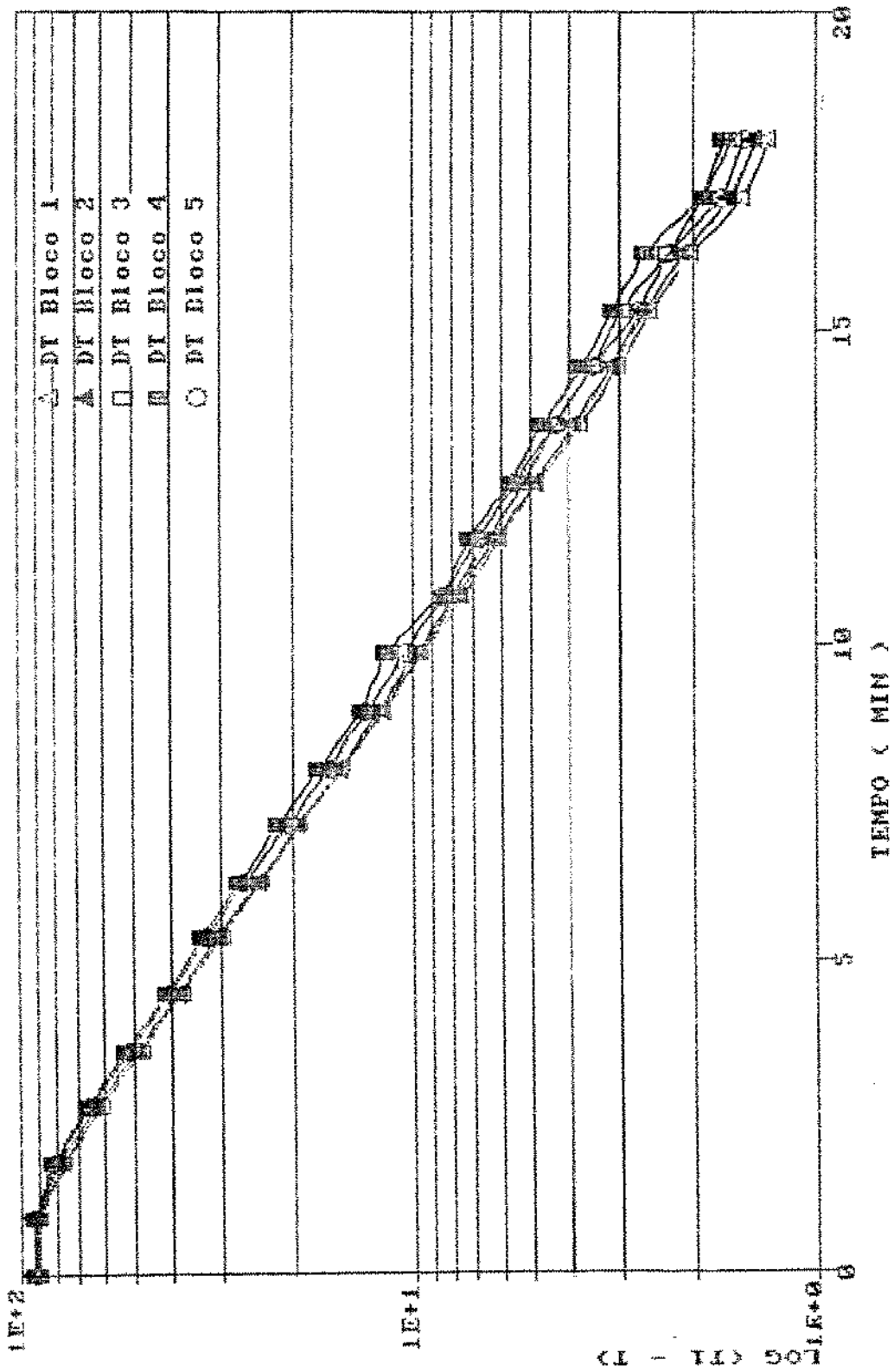


Figura 61: Curvas semi-logarítmicas para o aquecimento de blocos simuladores em vapor puro a 121 °C. Repetição 2.

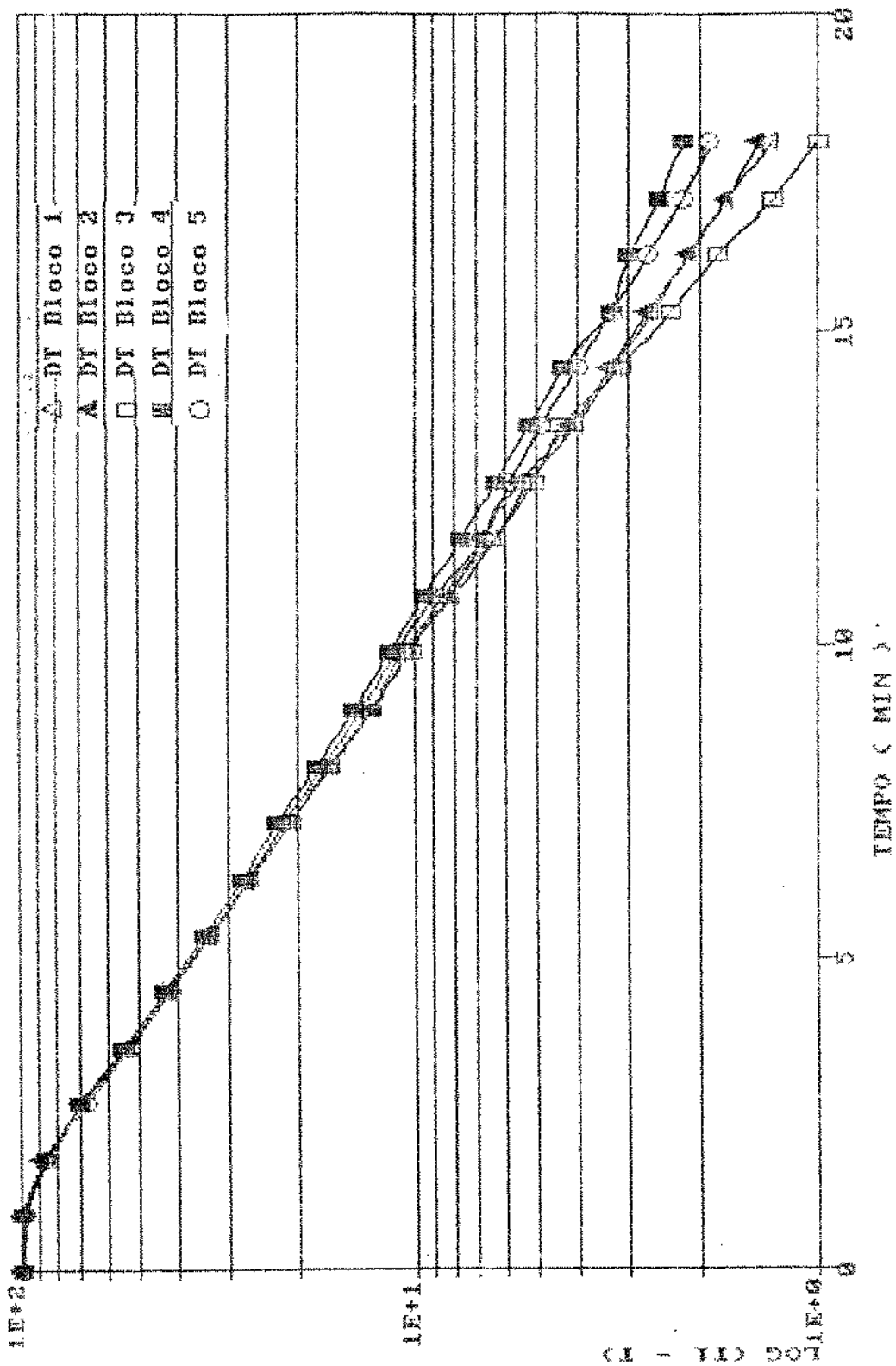


Figura 62: Curvas semi logarítmicas para o aquecimento de blocos simuladores em mistura de 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C. Repetição 1.

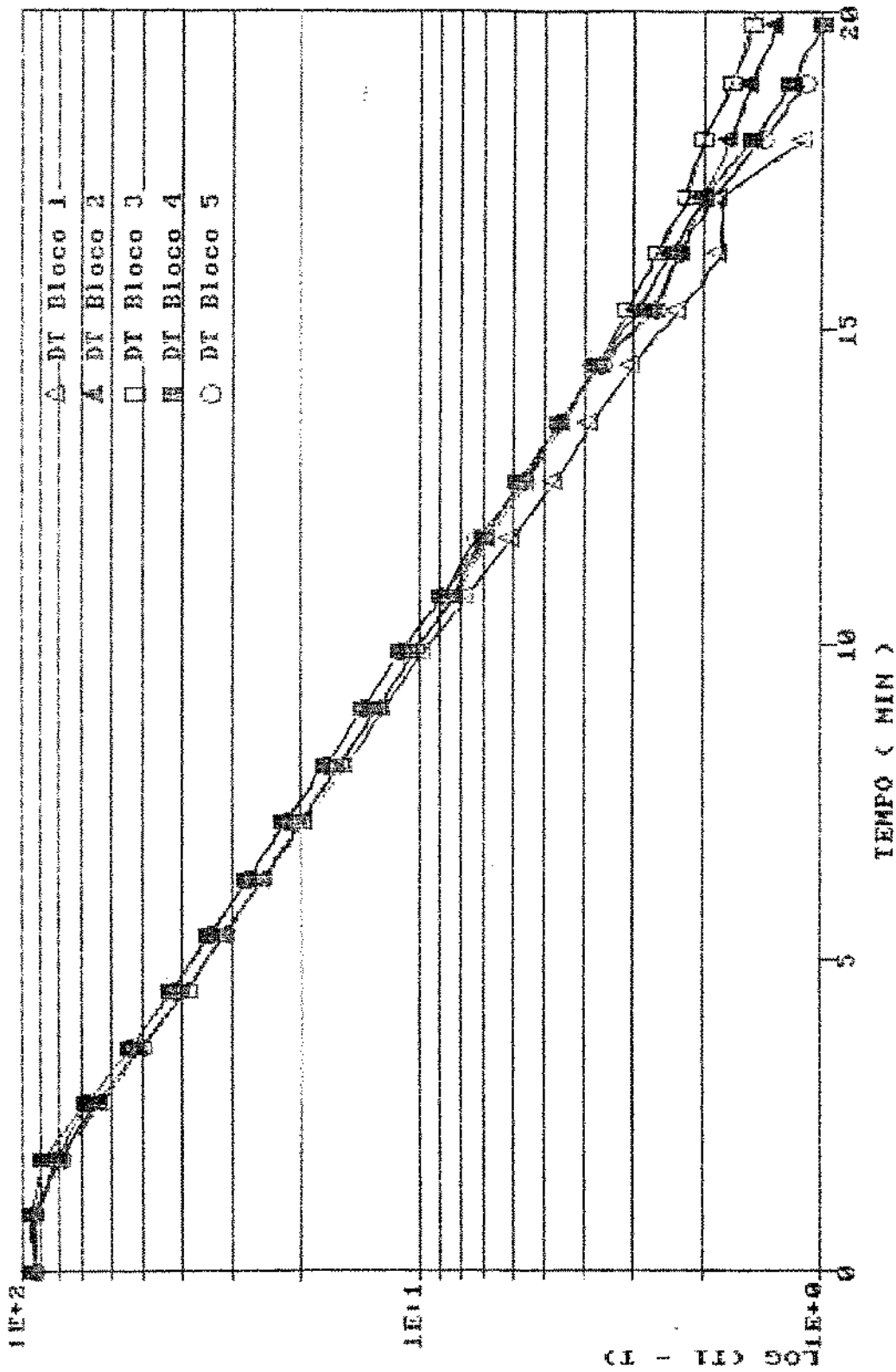


Figura 63: Curvas semi-logarítmicas para o aquecimento de blocos simuladores em mistura de 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C. Repetição 2.



A Tabela 13 apresenta os valores das "taxas de aquecimento" ( $f_h$ ) obtidos em cada experiência. O resultado do " $f_h$ " = 9,0 min para vapor puro permitiu calcular um "tempo de subida" máximo de 4,5 min ( $f_h/2$ ) sugerido por PFLUG (1990), para que o cálculo do " $f_h$ " e " $j_h$ " através do método de Ball seja representativo. Isto confirma a impossibilidade do cálculo destes parâmetros para os processos em água com sobreprensão que apresentaram "tempos de subida" de 10,8 a 12,6 min.

A análise de variância não mostrou diferenças significativas nos " $f_h$ " provocadas por mudanças da posição dos blocos dentro do conjunto de prateleiras ( $\alpha = 0,005$ , Tabela 14). As médias para cada posição apresentaram pequenas diferenças, indicando um aquecimento mais lento sobre a prateleira 10 ( $f_h = 9,2$  e  $9,4$ ) do que na prateleira 2 ( $f_h = 8,9$  e  $9,1$  min). Os pequenos aumentos no " $f_h$ " podem ser observados como uma diminuição na inclinação da porção retilínea das curvas semilogarítmicas, indicando pior transferência de calor nas prateleiras superiores (Fig. 60 a 63).

Também não foram detectadas diferenças significativas nos " $f_h$ " causadas pela mudança do meio de aquecimento de vapor puro para mistura com 90 % de vapor ( $\alpha = 0,005$ ; Tabela 14). O aquecimento nesta mistura foi mais lento do que com vapor puro ( $f_h = 9,2$  e  $9,0$  min respectivamente), decorrente da presença de ar no meio de aquecimento. Estes dados estão em concordância com os relatado por PFLUG (1978).

Para vapor puro e a mistura com 90 % de vapor, o " $f_h$ " apresentou-se dentro da faixa conservativa de  $\pm 5$  % relatada por TUNG *et alii* (1989). Os blocos simuladores utilizados por estes pesquisadores foram similares aos deste trabalho. O " $h_{lim}$ " calculado, como indicado no item 3.7.1.1., foi de  $1300 \text{ W}^2/\text{m}^2 \cdot \text{C}$ . Este valor concorda com o obtido pelos mesmos autores acima citados.

Tabela 13: Taxas de aquecimento (fh) a 121 °C de blocos simuladores processados em vapor puro e mistura com 90 % de vapor (min).

POSICÃO / PRATELEIRA	VAPOR 100%		VAPOR 90%		fh  POSI CÃO
	R1	R2	R1	R2	
1 / 2	8.9	8.9	8.9	8.8	8.9
2 / 2	8.9	9.0	8.9	9.5	9.1
3 / 6	9.0	9.4	8.6	9.6	9.1
4 / 10	9.1	9.5	9.7	9.3	9.4
5 / 10	8.7	9.3	9.5	9.3	9.2
$\overline{fh}$ MEIO AQ.	9.0		9.2		9.1

R1, R2: repetições 1 e 2 respectivamente.

Tabela 14: Análise de variância para as taxas de aquecimento (fh) a 121 °C de blocos simuladores processados em vapor puro e misturas com 90 % de vapor.

FONTE DE VARIACÃO	GRAUS LIB.	SOMA QUADRADOS	MÉDIA DOS QUADRADOS	F
Repetições	1	0.288	0.288	
Posição	4	0.583	0.146	1.59 <sup>ns</sup>
Erro Posição	4	0.367	0.092	
Meio de Aquecimento	1	0.098	0.098	1.03 <sup>ns</sup>
Posição X Meio	4	0.177	0.044	0.46 <sup>ns</sup>
Erro Meio Aquecimento	5	0.475	0.095	
Total	19	1.988		

ns: Não significativo para  $\alpha = 0.005$ .

A Tabela 15 apresenta os "fatores de atraso do aquecimento" (jh) para os blocos aquecidos em vapor puro e mistura com 90 % de vapor a 121 °C.

Não foram detectadas diferenças significativas nos "jh" geradas por mudanças da posição do bloco dentro do conjunto de prateleiras ( $\alpha = 0.005$ ; Tabela 16).

Os blocos sobre a prateleira mais alta (10) apresentaram "fatores de atraso" levemente maiores (0.75 a 0.76) do que os blocos colocados na prateleira 2 perto do fundo da autoclave (jh= 0.73). Isto indica uma melhor transferência de calor sobre os blocos instalados na prateleira 2 (Kopelman, 1966).

Também não foram detectadas diferenças significativas geradas pelo tipo de meio de aquecimento ( $\alpha = 0.005$ ).

Tabela 15: Fatores de atraso do aquecimento ( $\bar{j}h$ ) a 121 °C de blocos simuladores processados em vapor puro e mistura com 90 % de vapor.

POSICÃO / PRATELEIRA	VAPOR 100%		VAPOR 90%		$\bar{j}h$ POSI CÃO
	R1	R2	R1	R2	
1 / 2	0.81	0.68	0.89	0.53	0.73
2 / 2	0.85	0.66	0.90	0.51	0.73
3 / 6	0.85	0.65	0.95	0.51	0.74
4 / 10	0.85	0.71	0.87	0.56	0.75
5 / 10	0.92	0.70	0.85	0.57	0.76
$\bar{j}h$ MEIO AQ.	0.77		0.71		0.74

R1, R2: repetições 1 e 2 respectivamente.

Tabela 16: Análise de variância dos fatores de atraso do aquecimento ( $t_h$ ) a 121 °C de blocos simuladores processados em vapor puro e misturas com 90 % de vapor.

FONTE DE VARIACÃO	GRAUS LIB.	SOMA QUADRADOS	MÉDIA DOS QUADRADOS	F	
Repetições	1	0.35378	0.35378		
Posição	4	0.00283	0.00071	0.48	ns
Erro Posição	4	0.00587	0.00147		
Meio de Aquecimento	1	0.01458	0.01458	1.59	ns
Posição X Meio	4	0.00377	0.00094	0.10	ns
Erro Meio Aquecimento	5	0.04575	0.00915		
Total	19	0.42658			

ns. Não significativo  $\alpha = 0.005$ .

#### 4.2.2. Etapa de resfriamento nos ensaios de penetração de calor em blocos simuladores

A velocidade de resfriamento foi estudada medindo o tempo necessário para atingir ( $T_c + 20$  °C) no centro geométrico dos blocos simuladores após o processamento nos distintos meios de aquecimento.

Para a mistura com 90 % de vapor e a água a baixa e alta sobrepressão, a pressão de ar foi suspensa ao se atingir 90 °C no centro geométrico dos blocos. Isto favoreceu a entrada da água e acelerou o resfriamento.

A Tabela 17 apresenta para cada ensaio a temperatura inicial de resfriamento medida no centro dos blocos ( $T_c$ ) e a temperatura média da água para resfriamento ( $\bar{T}_c$ ). É importante salientar que a  $T_c$  foi medida na entrada da água fria como indicado por PFLUG (1992), não havendo a possibilidade de controlar a temperatura da água entre as prateleiras.

Tabela 17: Temperatura inicial dos blocos ( $T_c$ ) e temperatura da água fria entrando na autoclave ( $\bar{T}_c$ ) durante a etapa de resfriamento dos ensaios de penetração de calor a 121 °C.

POSICÃO BLOCO	VAPOR 100%		VAPOR 90%		ÁGUA BAIXA SPR (126 kPa)		ÁGUA ALTA SPR (191 kPa)	
	R1	R2	R1	R2	R1	R2	R1	R2
1	120.8	120.2	120.9	121.0	119.4	121.3	119.7	119.2
2	120.7	120.4	120.8	120.9	119.2	121.2	119.7	119.5
3	120.5	120.5	121.0	121.3	119.1	121.1	120.1	120.6
4	120.3	120.4	119.8	121.0	118.6	121.9	119.2	119.9
5	120.1	120.2	120.1	120.8	118.7	121.0	119.9	119.5
$\bar{T}_c$ °C	22.4	29.3	21.7	27.5	20.0	24.6	28.0	28.4

R1, R2: repetições 1 e 2 respectivamente.

A temperatura inicial do resfriamento foi bastante homogênea ficando entre 118.6 e 121.3 °C para todas as experiências.

A Tabela 18 apresenta o "tempo necessário para atingir ( $T_c + 20$  °C)" no centro dos blocos simuladores. Não foram detectadas diferenças significativas provocadas pela posição dos blocos sobre as prateleiras (Tabela 19,  $\alpha = 0.005$ ), onde os valores médios apresentados foram de 13.2 até 13.8 min.

A mudança de meio de aquecimento provocou diferenças significativas no "tempo necessário para atingir ( $T_c + 20$  °C)" no centro dos blocos simuladores (Tabela 19,  $\alpha = 0.005$ ). Estes tempos aumentaram na seguinte ordem: vapor puro, mistura com 90 % de vapor, água com baixa sobrepressão e água com alta sobrepressão de ar. A comparação das médias apresentada na Tabela 20 permitiu concluir que a duração do resfriamento dos processos em água a baixa e alta sobrepressão (14.8 e 17.7 min respectivamente) foi significativamente maior ( $\alpha = 0.001$ ) do que para vapor puro e mistura com 90 % de vapor (10.2 e 11.2 min respectivamente).

Tabela 18: Tempo necessário para atingir uma temperatura menor ou igual a  $(\bar{T}_c + 20 \text{ }^\circ\text{C})$  no centro de blocos simuladores durante o resfriamento dos ensaios de penetração de calor (min).

POSICÃO / PRATELEIRA	VAPOR 100%		VAPOR 90%		ÁGUA BAIXA SPR. (126 kPa)		ÁGUA ALTA SPR. (191 kPa)		MÉDIA  POSICÃO
	R1	R2	R1	R2	R1	R2	R1	R2	
1 / 2	10.8	9.9	9.0	12.6	14.4	13.5	17.1	18.0	13.2
2 / 2	9.9	10.8	9.9	12.6	14.4	13.5	18.0	18.9	13.5
3 / 6	10.8	9.0	11.7	9.9	15.3	14.4	18.1	17.1	13.3
4 / 10	10.8	9.0	12.6	9.9	16.2	15.3	17.1	17.4	13.5
5 / 10	10.8	9.9	12.6	10.8	16.2	15.3	17.1	18.0	13.8
MÉDIA MEIO AQUECIM.	10.2		11.2		14.8		17.7		13.5

R1, R2: repetições 1 e 2 respectivamente.



Tabela 19: Análise de variância do "tempo necessário para atingir uma temperatura menor ou igual a ( $T_c + 20\text{ }^\circ\text{C}$ )" no centro de blocos simuladores durante o resfriamento dos ensaios de penetração de calor.

FONTE DE VARIACÃO	GRAUS LIB.	SOMA QUADRADOS	MÉDIA DOS QUADRADOS	F
Repetições	1	0.092	0.092	
Posição	4	4.839	1.210	0.52 <sup>ns</sup>
Erro Posição	4	9.259	2.315	
Meio de Aquecimento	3	359.007	119.669	112.89 <sup>***</sup>
Posição X Meio	12	7.128	0.594	0.56 <sup>ns</sup>
Erro Meio Aquecimento	15	15.900	1.060	
Total	39	396.225		

ns. Não significativo para  $\alpha = 0.005$ .

\*\*\*: Significativo para  $\alpha = 0.005$ .

Tabela 20: Comparação das médias do "tempo necessário para atingir  $(T_c + 20 \text{ }^\circ\text{C})$ " no centro dos blocos simuladores na etapa de resfriamento através do "teste da mínima diferença significativa" ( $\alpha = 0.001$ ).

MÉDIAS DO TEMPO PARA $(T_c + 20 \text{ }^\circ\text{C})$ (min) *				
VAPOR 100 %	VAPOR 90 %	ÁGUA 126 kPa	ÁGUA 191 kPa	
10.2	11.1	14.9	17.7	
_____		_____	_____	

\* : As médias sobre uma mesma linha horizontal não apresentaram diferenças significativas ( $\alpha = 0.001$ ).

A longa duração do resfriamento dos processos em água com sobrepressão fez com que o cálculo de "fc" e "jc" não fosse representativo. Porém, estes parâmetros foram calculados apenas para os blocos processados em vapor puro e mistura com 90 % de vapor a partir das curvas semilogarítmicas de resfriamento (Fig. 64 a 67).

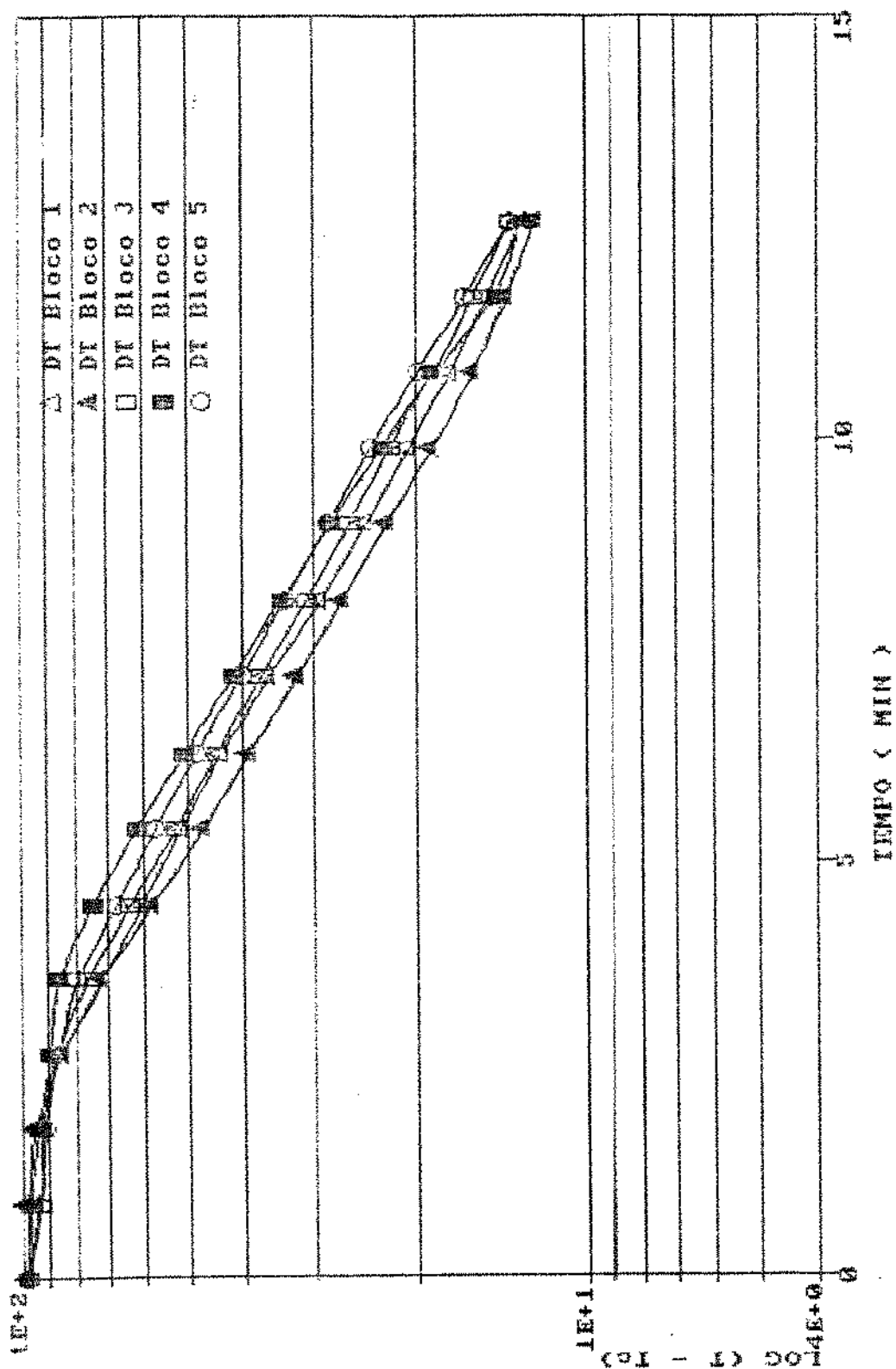


Figura 64: Curvas semi logarítmicas para o resfriamento de blocos simuladores processados em vapor puro a 121 °C.

Replicação 1

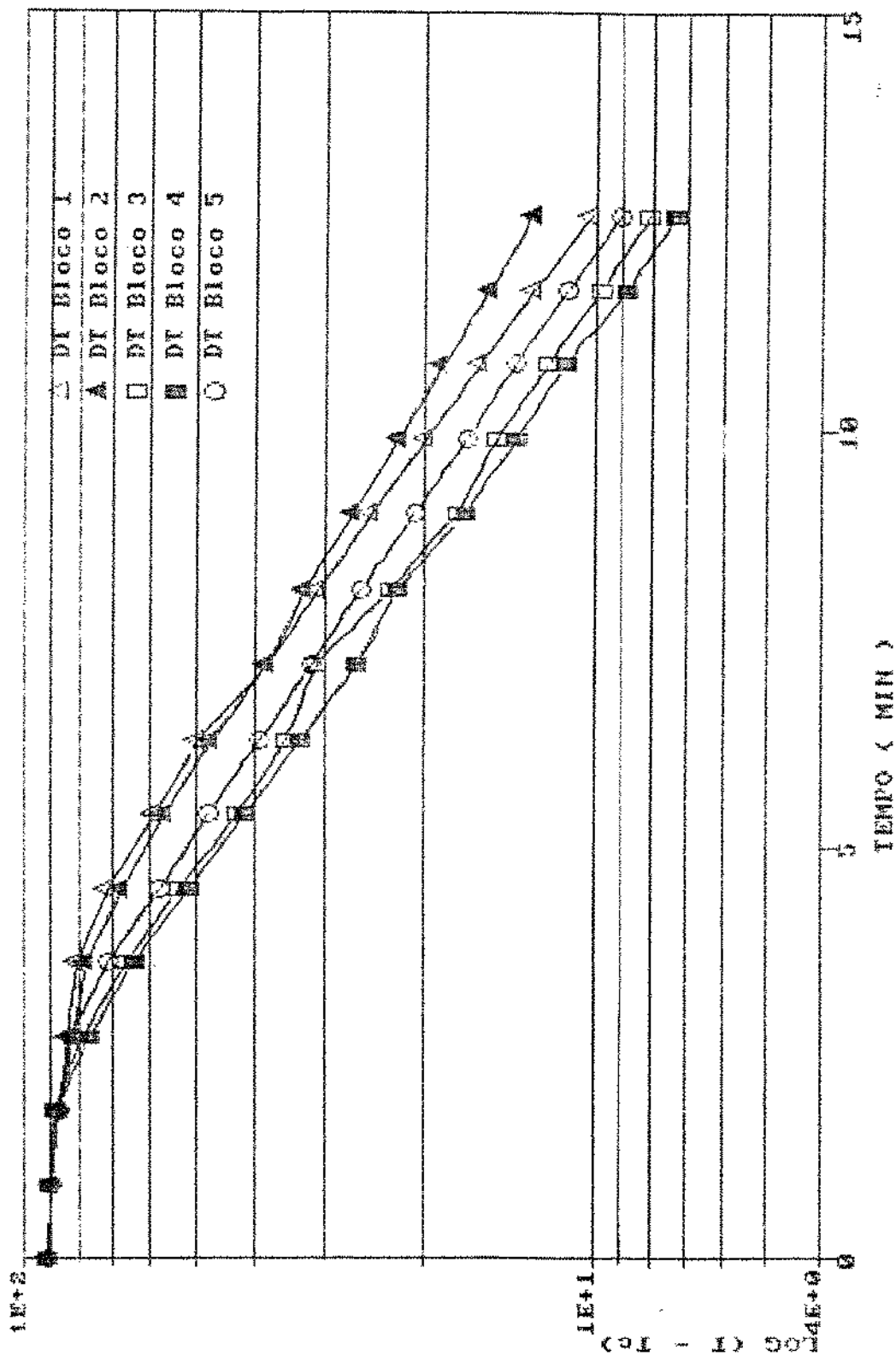


Figura 65: Curvas semi-logarítmicas para o resfriamento de blocos simuladores processados em vapor puro a 121 °C.  
 Repetição 2

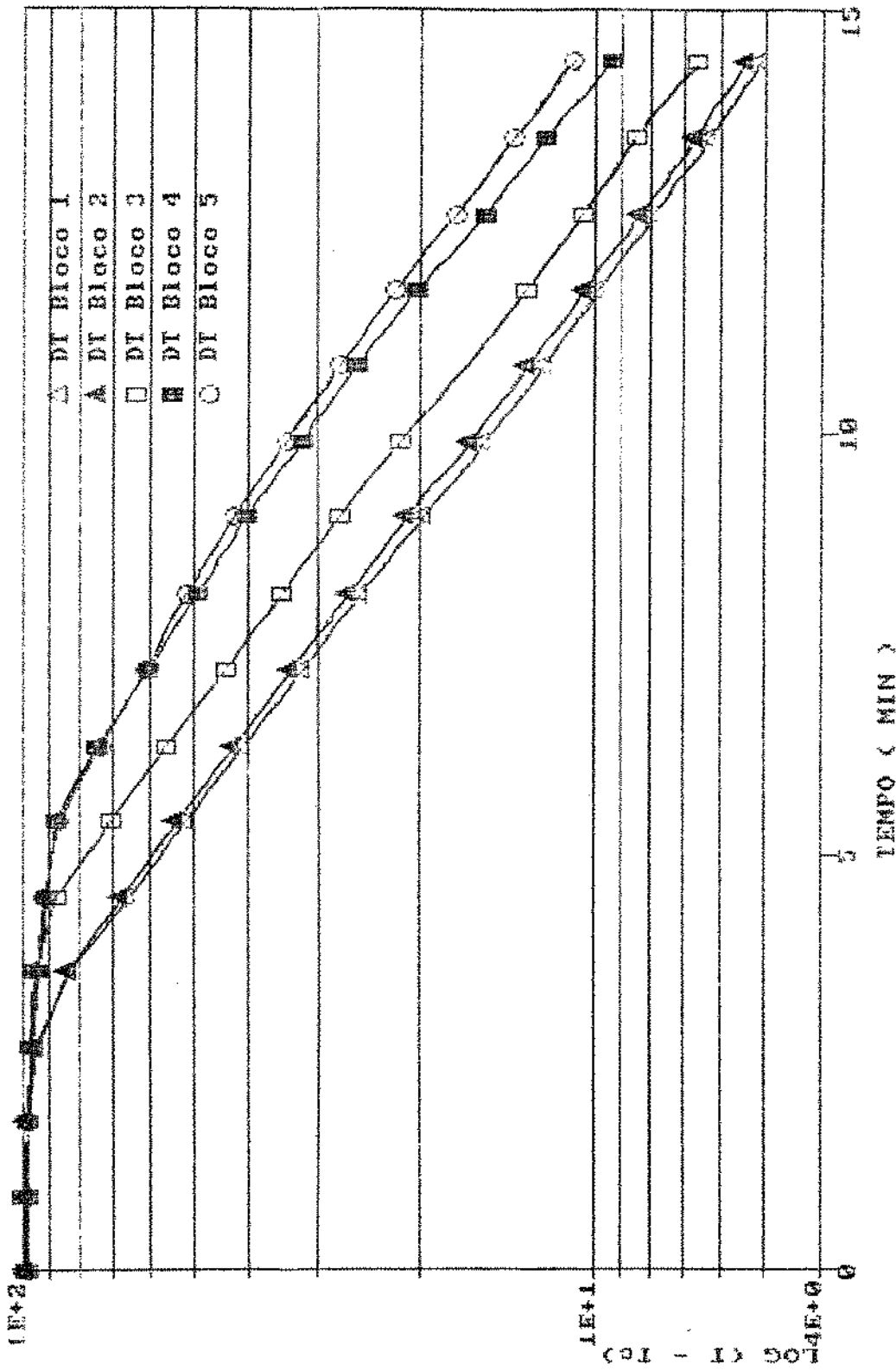


Figura 66: Curvas semi logarítmicas para o resfriamento de blocos simuladores processados em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C.

Repetição 1

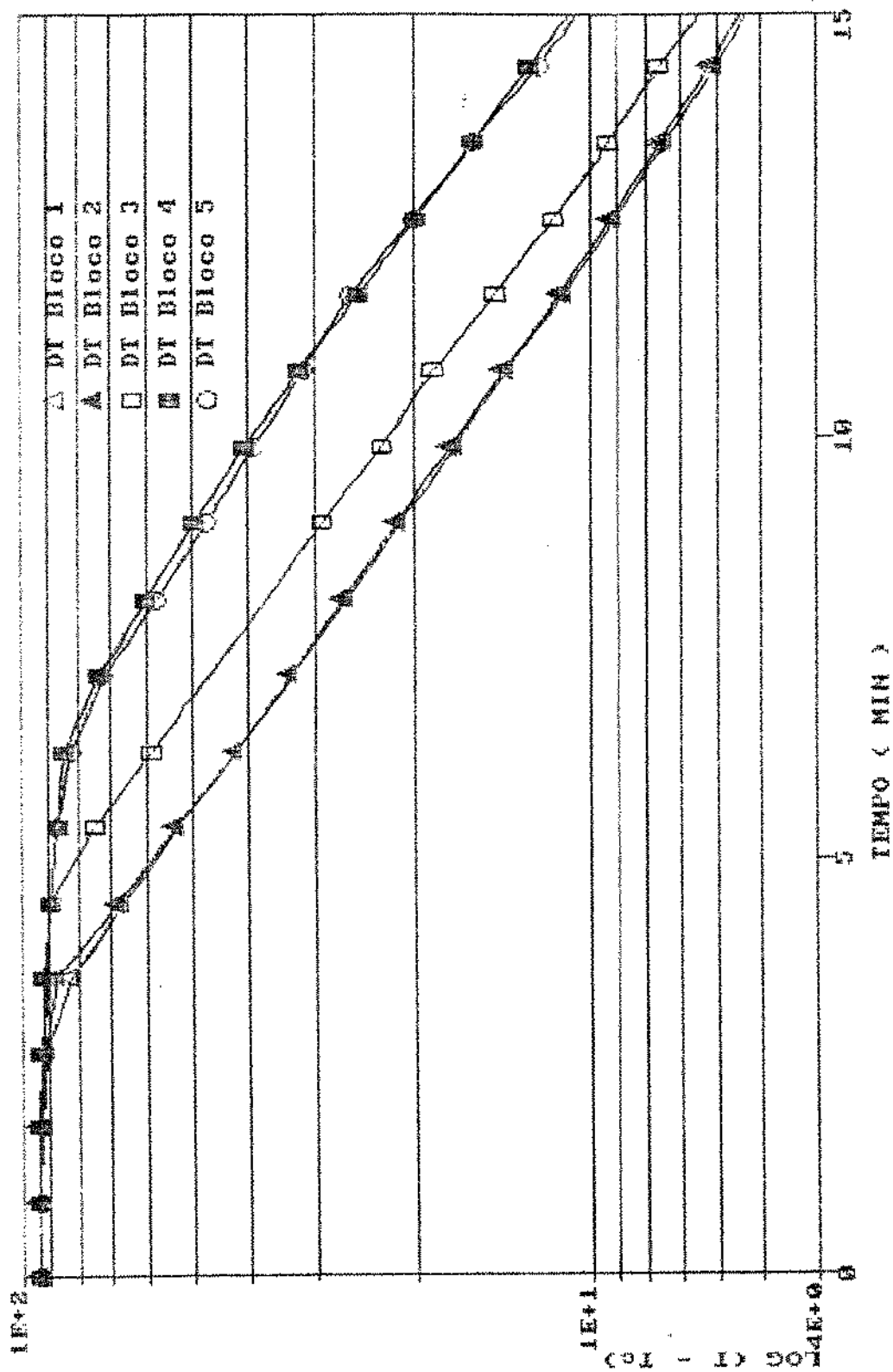


Figura 67: Curvas semi logarítmicas para o resfriamento de blocos simuladores processados em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C.

Repetição 2

A Tabela 21 apresenta as "taxas de resfriamento" ( $f_c$ ) dos blocos processados a 121 °C em vapor puro e mistura com 90 % de vapor. Comparando os " $f_c$ " contra as "taxas de aquecimento" ( $f_h$ ) pode se observar que os valores médios dos " $f_c$ " foram 1,0 min maiores que os " $f_h$ ". Isto é consistente com o relatado por PFLUG (1975) em relação à pior transferência de calor (menor  $h$ ) desde água do que desde vapor puro ou mistura com 90 % de vapor.

As "taxas de resfriamento" dos blocos processados em mistura com 90 % de vapor foram em média 1,6 min menores do que para vapor puro. Isto pode ser consequência da melhor transferência de calor provocada pela injeção de ar para agitação durante o resfriamento do processo em mistura com 90 % de vapor enquanto que para o vapor puro não foi injetado ar. A análise de variância (Tabela 22) revelou que estas diferenças foram significativas ( $\alpha = 0.05$ ).

Foram detectadas diferenças significativas ( $\alpha = 0,05$ ) entre os " $f_c$ " dos blocos colocados em distintas posições do conjunto de prateleiras (ver Tabela 22 e Fig. 64 a 67). A comparação dos " $f_c$ " permitiu concluir que os blocos 1, 2, 3 e 5 (prateleiras 2, 6 e 10) apresentaram " $f_c$ " semelhantes. Já o bloco 4 (prateleira 10) apresentou um resfriamento mais rápido, provavelmente por causa da sua posição, perto de uma das entradas de água fria no topo da autoclave (Tabela 23).

Tabela 21: Taxas de resfriamento ( $f_c$ ) de blocos simuladores após o processamento a 121 °C em vapor puro e misturas com 90 % de vapor (min).

Posição	VAPOR 100%		VAPOR 90%		$f_c$
	R1	R2	R1	R2	POSICÃO
1	13.3	10.6	9.4	10.3	10.9
2	10.9	9.5	9.0	10.5	10.0
3	12.1	10.1	9.2	9.4	10.2
4	10.5	9.4	8.4	9.0	9.3
5	11.4	11.3	9.2	8.4	10.1
$f_c$ MEIO AO.	10.9		9.3		10.1

R1, R2: repetições 1 e 2 respectivamente.



Tabela 22: Análise de variância para as taxas de resfriamento (fc) de blocos simuladores após o processamento a 121 °C em vapor puro e mistura com 90 % de vapor (min).

FONTE DE VARIACÃO	GRAUS LIB.	SOMA QUADRADOS	MÉDIA DOS QUADRADOS	F
Repetições	1	1.200	1.200	
Posição	4	5.067	1.267	7.38 *
Erro Posição	4	0.687	0.172	
Meio de Aquecimento	1	13.284	13.284	9.99 *
Posição X Meio	4	2.633	0.658	0.45 <sup>ns</sup>
Erro Meio Aquecimento	5	7.398	1.480	
Total	19	30.269		

ns. Não significativo para  $\alpha = 0.005$ .

\*: Significativo para  $\alpha = 0.05$ .

Tabela 23: Comparação das médias das taxas de resfriamento de blocos simuladores processados a 121 °C em vapor puro e mistura com 90 % de vapor através do "teste da mínima diferença significativa" ( $\alpha= 0,05$ ).

MÉDIA DAS TAXAS DE RESFRIAMENTO - $f_c$ (min) *					
PRAT :	10	2	10	6	2
POSICAO:	4	2	5	3	1
$f_c$	9.3	10.0	10.1	10.2	10.9

\*: As médias sobre uma mesma linha horizontal não apresentaram diferenças significativas ( $\alpha= 0,001$ ).

A Tabela 24 apresenta os "fatores de atraso do resfriamento" ( $f_c$ ) de blocos simuladores após o aquecimento a 121 °C em vapor puro ou mistura com 90 % de vapor.

Foram detectadas diferenças significativas entre os " $f_c$ " provocadas pelo tipo de meio de aquecimento e pela posição do bloco ( $\alpha= 0,005$ , Tabela 25). Para a mistura com 90 % de vapor os " $f_c$ " foram aproximadamente o dobro (3.38) dos determinados para vapor puro (1.72). Isto pode ser atribuído ao atraso no enchimento da autoclave provocado pela aplicação de sobrepressão durante o resfriamento desde 121 °C até 90 °C, dos blocos processados na mistura com 90 % de vapor.

As diferenças no "jc" provocadas pela posição do bloco nas prateleiras foi consequência do atraso no início do resfriamento dos blocos nas prateleiras superiores, provocado pela demora no enchimento da autoclave. Este atraso pode ser facilmente observado nas Fig. 64 a 67 com "jc" de 1.48 a 1.69 para blocos na prateleira 2 e "jc" de 3.68 a 3.78 para blocos na prateleira 10. A comparação de médias permitiu concluir que não existiram diferenças significativas entre os "jc" para os blocos estudados sobre prateleiras 2 e 6 ( $\alpha = 0.005$ ; Tabela 26).

Foram detectadas diferenças significativas nos "jc" provocadas pela interação entre a posição do bloco e o tipo de meio de aquecimento ( $\alpha = 0.005$ ). O "fator de atraso do resfriamento" dos blocos diminuiu conforme o decréscimo na sobrepressão e a diminuição na altura dos blocos no conjunto das prateleiras.

Assim por exemplo o bloco na posição 1 (prateleira 2) processado em vapor puro (0 kPa de sobrepressão no resfriamento) apresentou um "jc" de 1.17 (mínimo), enquanto que o bloco na posição 5 (prateleira 10) processado em mistura com 90 % de vapor (126 kPa de sobrepressão de ar no resfriamento) apresentou um "jc" de 6.80 (máximo).

Isto poderia ser minimizado, acelerando o enchimento da autoclave por meio de uma bomba (PFLUG & BORRERO, 1967) e instalando tubulações de entrada da água fria a várias alturas do conjunto de prateleiras (YAMANO & KOMATSU, 1969).

Os resultados da Tabela 24 indicam que os "jc" dos blocos na prateleira 2 (os primeiros a entrarem em contato com a água fria) foram praticamente os mesmos para com vapor puro ou mistura com 90 % de vapor.

Tabela 24: Fatores de atraso do resfriamento ( $j_c$ ) de blocos simuladores processados em vapor puro e mistura com 90 % de vapor a 121 °C .

POSICÃO / PRATELEIRA	VAPOR 100%		VAPOR 90%		$\bar{j}_c$ Posi cão
	R1	R2	R1	R2	
1 / 2	1.17	1.36	1.76	1.64	1.48
2 / 2	1.53	1.67	2.01	1.56	1.69
3 / 6	1.49	1.77	2.51	2.74	2.13
4 / 10	2.05	2.46	5.15	5.46	3.78
5 / 10	1.81	1.93	4.16	6.80	3.68
$\bar{j}_c$ Meio Aq	1.72		3.38		2.55

R1, R2: repetições 1 e 2 respectivamente.

Tabela 25: Análise de variância dos fatores de atraso do resfriamento (jc) a 121 °C de blocos simuladores processados em vapor puro e mistura com 90 % de vapor.

FONTE DE VARIACÃO	GRAUS LIB.	SOMA QUADRADOS	MÉDIA DOS QUADRADOS	F
Repetições	1	0.302	0.302	
Posição	4	22.588	5.647	50.1**
Erro Posição	4	0.451	0.113	
Meio de Aquecimento	1	15.933	15.933	163.4**
Posição X Meio	4	12.730	3.182	32.6**
Erro Meio Aquecimento	5	0.488	0.098	
Total	19	52.492		

ns. Não significativo para  $\alpha = 0.005$ .

\*\*\*: Significativo para  $\alpha = 0.005$ .

Tabela 26. Comparação das médias dos fatores de atraso do resfriamento de blocos processados a 121 °C em vapor puro e mistura com 90 % de vapor através do "teste da mínima diferença significativa" ( $\alpha = 0,05$ ).

MÉDIA DOS FATORES DE ATRASO DO RESFRIAMENTO - $j_c$ *					
PRAT :	2	2	6	10	10
POSIÇÃO:	1	2	3	5	4
$\bar{j}_c$ :	1.48	1.69	2.13	3.68	3.78

\*:As médias sobre uma mesma linha horizontal não apresentaram diferenças significativas ( $\alpha = 0.001$ ).

Os resultados dos ensaios de penetração de calor em blocos simuladores permitem concluir o seguinte:

O cálculo dos parâmetros "fh" e "jh" foi representativo para os processos em vapor puro e mistura com 90 % de vapor, uma vez que os valores dos "tempos de subida" (TS) foram menores de 4.5 min.

Os blocos simuladores processados a 121 °C em vapor puro sobre as prateleiras 2, 6 e 10 apresentaram aquecimento similar que com a mistura com 90 % de vapor, não apresentando diferenças significativas ( $\alpha = 0.005$ ) no "tempo necessário para atingir ( $T_1 - 2$  °C)", nas "taxas de aquecimento (fh) ou nos "fatores de atraso do aquecimento" (jh).

Todos os "f<sub>h</sub>" ficaram dentro da faixa conservativa de  $\pm 5\%$  permitindo calcular um "coeficiente de transferência de calor limitante" (h<sub>lim</sub>) de 1300 W/m<sup>2</sup>.°C sobre a superfície dos blocos.

Para o resfriamento destas experiências não foram detectadas diferenças significativas no "tempo necessário para atingir (T<sub>c</sub> + 20 °C)", nas "taxas de resfriamento" (f<sub>c</sub>) ou nos "fatores de atraso do resfriamento" (j<sub>c</sub>) dos blocos instalados sobre as prateleiras 2 e 6 ou 6 e 10 (α= 0.001).

As "taxas de aquecimento" (f<sub>h</sub>) dos blocos simuladores processados a 121 °C em vapor puro ou mistura com 90 % de vapor foram em média 1 min menores que as "taxas de resfriamento" (f<sub>c</sub>) indicando uma melhor transferência de calor na superfície dos blocos durante o aquecimento.

Para água a baixa e alta sobrepressão, o aquecimento a 121 °C dos blocos simuladores foi igualmente rápido, com uma média de 22.2 min para o "tempo necessário para atingir T<sub>1</sub> - 2 °C" (α= 0.001). Este tempo foi significativamente maior do que para vapor puro e mistura com 90 % de vapor (média de 17.2 min, α= 0.001). O resfriamento destes ensaios também foi significativamente mais lento em relação ao vapor puro ou mistura com 90 % de vapor, não permitindo que o cálculo dos parâmetros "f<sub>c</sub>" e "j<sub>c</sub>" seja representativo (α= 0.001).

Os resultados acima apresentados permitem concluir que a mistura de 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C teve um comportamento similar ao do vapor puro, e foi o melhor meio de aquecimento útil para o processamento de bolsas esterilizáveis, dentre todos os ensaiados na autoclave modificada.

### 4.3. Ensaaios de desempenho do material de embalagem

#### 4.3.1. Ensaaios preliminares do material de embalagem

##### 4.3.1.1. Caracterização do material de embalagem

Durante a caracterização do material de embalagem foram determinadas as dimensões das bolsas e as seguintes propriedades do laminado: gramatura, espessura, resistência à tração e resistência à pressão.

A Fig. 68 apresenta as dimensões médias das bolsas indicando a largura das soldas. As soldas de fundo e laterais foram realizadas pelo fabricante (barra aquecida) e a solda de topo foi realizada numa seladora Selovac CV-60 (impulso). O tamanho da embalagem, sem considerar o espaço da solda, foi de 110 x 150 mm.

A Tabela 27 apresenta os resultados de gramatura e espessura do laminado das embalagens utilizadas. Estes valores concordaram com as descrições declaradas pelo fabricante, e indicam ser compatíveis com as estruturas mais frequentes relatadas por ORTIZ (1986) para bolsas esterilizáveis.

A Tabela 28 apresenta os resultados dos ensaios físicos realizados sobre o material de embalagem.

A percentagem de alongação observada é compatível com as dos laminados de mesma estrutura fabricado pelas firmas *American Can* e *AP Verpackungen Ronsberg GHH* (CARDELLI & MASSAGUER, 1992).

A força de ruptura para as duas direcções de tração foi maior que o mínimo especificado por outros fabricantes de bolsas de estrutura similar: 9000 gf/25 mm para as bolsas esterilizáveis *Flex-Can* fabricadas pela *Reynolds Metals Company* (REYNOLDS METALS



COMPANY, 1984) e 10000 gf/ 25 mm para as bolsas "RP-F" fabricadas pela Toyo Seikan Kaisha (YAMAGUCHI, 1979).

A resistência do laminado à pressão, determinada pelo método Müllen, ultrapassou o mínimo de 62 e 65 psi (427 e 428 kPa) especificado para as bolsas "Flex-Can" e "RP-F", respectivamente.

Tabela 27: Características estruturais do laminado das bolsas esterilizáveis

ESTRUTURA DO LAMINADO			
CAMADA	MATERIAL	GRAMATURA * (g/m <sup>2</sup> )	ESPESSURA * (µm)
EXTERNA	PET	17	12
MÉDIA	AL	34	13
INTERNA	PP	68	76
TOTAL		120	101

\*: Valor Médio de 5 determinações.

PET: Poliéster.

Al : Alumínio.

PP : Polipropileno.

**Tabela 28: Ensaio físicos do laminado plástico das bolsas esterilizáveis.**

ENSAIOS FÍSICOS DO LAMINADO				
ELONGACÃO (%)	*1	TRANSVERSAL	*2	50.3
		LONGITUDINAL	*3	36.1
RUPTURA (gf/25mm)	*1	TRANSVERSAL	*2	12800
		LONGITUDINAL	*3	10700
RESISTÊNCIA À PRESSÃO (MULLEN)	*1		(psi)	78

\*1: Média de 5 determinações.

\*2: Transversal à direção de laminação.

\*3: Paralelo a direção de laminação.

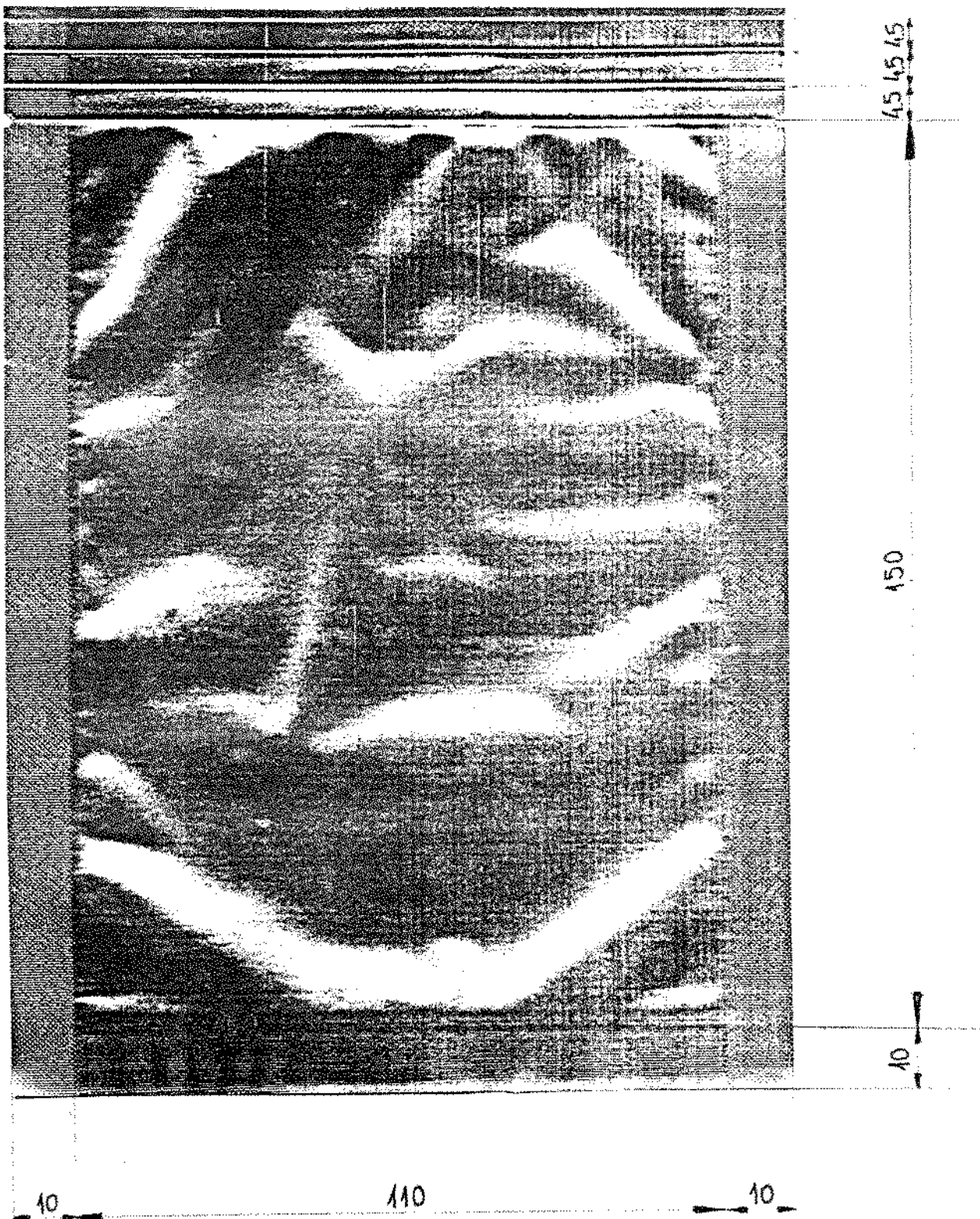


Figura 68: Dimensões médias das bolsas esterilizáveis (em mm).

#### 4.3.1.2. Seleção das condições de selagem de topo das bolsas

A Tabela 29 apresenta os resultados da seleção das condições da selagem do topo, realizada por "impulso" numa seladora SELOVAC CV-60 (Selovac Ltda., São Paulo) com vácuo de 20 pol de mercúrio (67 kPa abs).

A melhor selagem para bolsas vazias foi obtida regulando a intensidade de solda na metade do valor máximo (Divisão 10 na escala de 0 a 20). Estas soldas apresentaram excelente aparência (grau S1), presença de fusão e uma resistência à tração de 12642 gf/25 mm, ultrapassando o mínimo de 5400 gf/25 mm, sugerido por LAMPI (1977) e pela FDA (FDA, 1981) para as soldas de "Alto Desempenho" de bolsas esterilizáveis.

Tabela 29: Seleção das condições para a termossoldagem de topo.

INTENSIDADE DE SOLDA #1	RESISTÊNCIA À TRACÇÃO #2 (gf/25 mm)	PRESENCIA DE FUSÃO	GRAU DE ASPECTO VISUAL
8	2356	-	S1
9	11420	+	S1
10	12642	+	S1
11	10540	+	S1
12	8350	+	S2
13	8320	+	S2

#1. Medida na escala de 0 a 20, divisões da seladora Selovac CV-60 (Selovac Ltda Brasil) com vácuo de 20 pol de Mercúrio.

#2: Média de 4 determinações.

As soldas obtidas com intensidades 9 e 11 também apresentaram um excelente desempenho. Intensidades menores de 9 não apresentaram fusão na região de solda e as maiores de 11 começaram a ter defeitos na aparência na forma de pequenas rugas e escoamento do filme interior fundido para fora da embalagem.

#### 4.3.1.3. Determinação do volume máximo de enchimento das bolsas

O "volume máximo de enchimento" foi determinado por tentativa e erro, utilizando uma suspensão de bentonita a uma temperatura de 70-90 °C.

A quantidade máxima de bentonita que foi possível preencher a bolsa sem contaminar a solda de topo foi de 160 g. Este valor corresponde a um "volume máximo de enchimento" de 149,5 mL, considerando a densidade da suspensão de 1,070 g/mL como relatado por PETERSON & ADAMS, 1983.

#### 4.3.1.4. Determinação do volume crítico das bolsas e cálculo do volume máximo de ar permitido para conservar sua integridade

A Figura 69 apresenta as curvas obtidas durante a determinação do "volume crítico" das bolsas esterilizáveis.

O volume da bolsa foi plotado nas abcissas e a relação entre a variação de volume da bolsa e o volume de ar originalmente injetado, foi representada nas ordenadas. Esta relação é igual a relação entre a pressão interna e externa, se o ar é considerado como um gás ideal.

Nestes gráficos, notam-se um patamar, onde a relação entre pressão interna e externa se manteve constante, até se atingir o "volume crítico". A partir daí, a inclinação da curva foi ascendente como consequência da compressão da embalagem sobre o ar injetado.

O valor médio do "volume crítico" foi de 217 mL. Levando em consideração que para o tratamento térmico as bolsas foram enchidas com 149,5 mL de suspensão de bentonita, o "volume crítico" medido deixou 67,5 mL para a expansão da bentonita e gases residuais contidos na embalagem.

O volume máximo de ar permitido (VMAP) para manter a integridade das bolsas com 160 g de suspensão de bentonita 10 % (p/p) foi calculado através da Eq. (33) considerando o "volume crítico" de 217 mL. Para o fim do aquecimento este volume foi de 10,9 mL, enquanto que para o instante posterior à suspensão da sobrepressão no resfriamento foi de 25,6 mL. Volumes de ar residual maiores que o calculado podem produzir a solicitação mecânica da bolsa nas situações estudadas.

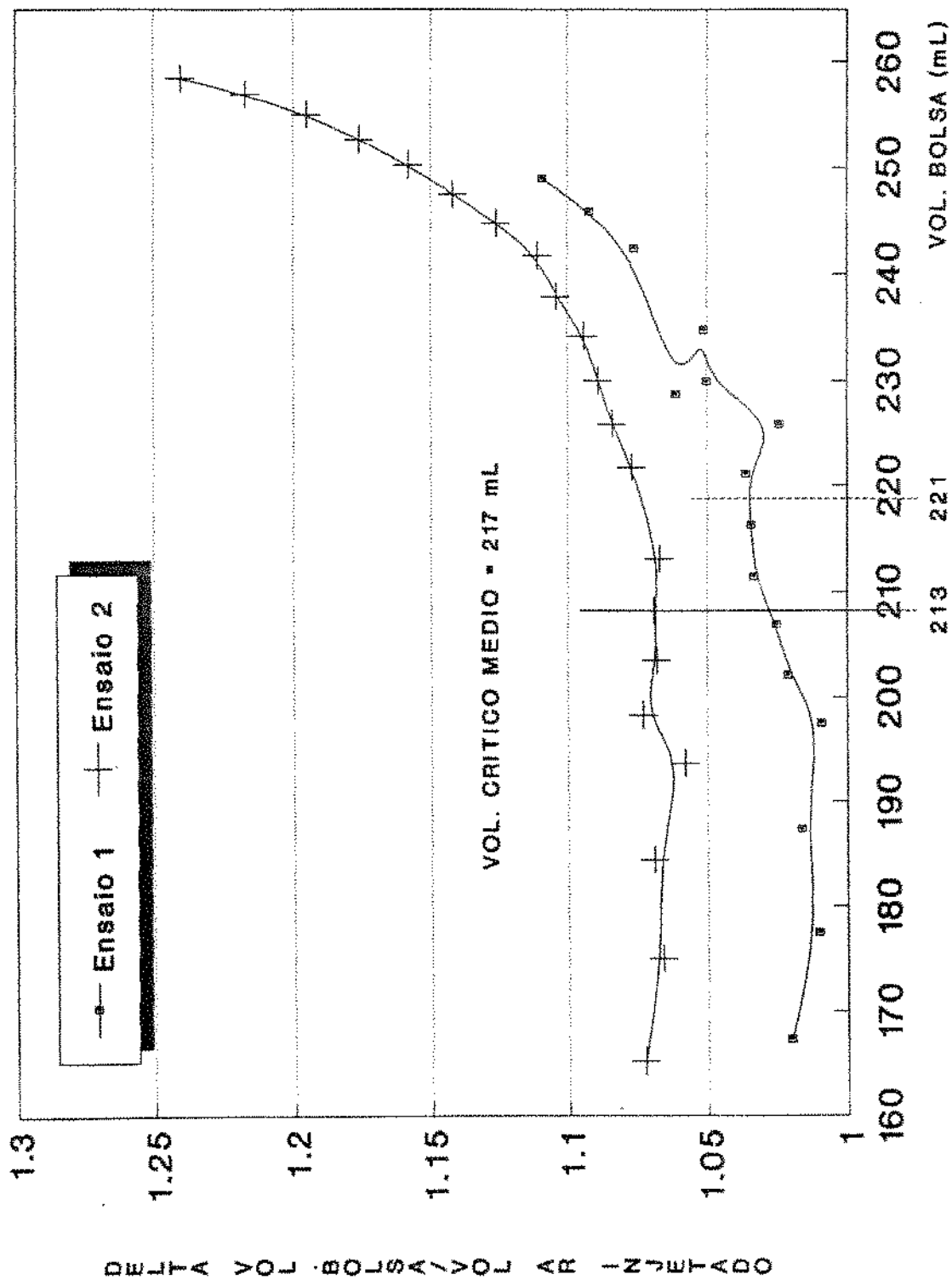


Figura 69: Determinação do volume crítico das bolsas esterilizáveis

#### 4.3.2. Ensaio de desempenho do material de embalagem antes e depois de um tratamento térmico

As Tabelas 30 e 31 apresentam o peso líquido de bentonita, a espessura da bolsa e volume de ar residual contido em cada embalagem antes e depois do tratamento térmico.

Não foi detectado nenhum estouro e nem mudanças no peso das embalagens. Isto indica que a selagem de topo foi hermeticamente fechada.

A espessura das bolsas de 1 a 6 foi sempre maior (19 a 22 mm) em comparação as bolsas de 7 a 12 (13 a 18 mm). Isto foi decorrente da instalação do suporte de fixação do termopar para o estudo da penetração de calor.

O tratamento térmico provocou uma diminuição da espessura média de 16 para 14 mm, das bolsas de 7 a 12, indicando uma melhor acomodação da bentonita no interior das embalagens. Já a espessura média das embalagens 1 a 6 se manteve inalterada com 20 mm de espessura, que corresponde ao valor máximo de expansão admitido pelas prateleiras de confinamento.

Em alguns casos, o volume de ar residual apresentou valores inferiores do originalmente injetado. Isto pode ser devido a vazamentos através do septo de borracha de silicone ou na região de inserção do termopar, produzidos provavelmente durante o resfriamento. Esta diminuição pode ter sido provocada também pela dissolução do ar na suspensão de bentonita que tinha sido enchida a vácuo a uma temperatura de 70 a 90 °C.



Tabela 30: Peso líquido de enchimento, espessura e volume de Ar residual da repetição 1 dos ensaios de desempenho do material de embalagem.

BOLSA No	PRÉ-PROCESSO			PÓS-PROCESSO		
	PESO LIQ. ENCHIDO (g)	ESPE SSURA (mm)	VOL AR INJETADO (mL)	PESO LIQ. ENCHIDO (g)	ESPE SSURA (mm)	VOL AR MEDIDO (mL)
1	160.04	20	30	160.28	22	28
2	159.23	21	0	159.41	20	1
3	158.87	21	15	159.12	20	15
4	158.51	20	0	158.76	19	2
5	159.76	22	30	159.87	20	25
6	159.28	20	15	159.51	20	10
7	160.39	18	30	160.32	14	30
8	160.08	16	15	160.06	14	15
9	159.20	14	0	159.20	13	1
10	160.53	18	30	160.49	15	30
11	160.16	14	0	160.15	14	<1
12	159.56	16	15	159.50	13	15

**Tabela 31: Peso Líquido de Enchimento, Espessura e Volume de Ar Residual da Repetição 2 dos Ensaio de Desempenho do Material de Embalagem.**

BOLSA No	PRÉ-PROCESSO			PÓS-PROCESSO		
	PESO LIQ. ENCHIDO (g)	ESPE SSURA (mm)	VOL AR INJETADO (mL)	PESO LIQ. ENCHIDO (g)	ESPE SSURA (mm)	VOL AR MEDIDO (mL)
1	158.86	20	30	159.43	20	20
2	158.06	20	15	158.07	21	17
3	158.93	20	0	159.15	20	3
4	158.81	20	15	158.99	20	20
5	158.49	20	30	158.63	21	33
6	157.08	19	0	157.28	20	4
7	159.22	18	30	159.14	16	27
8	158.04	15	0	158.03	15	<1
9	158.07	16	15	158.00	14	16
10	160.61	15	0	160.54	13	<1
11	158.85	15	15	158.84	16	17
12	159.25	18	30	159.22	15	29

#### 4.3.2.1. Exame das soldas das bolsas segundo os critérios da "Food and Drug Administration"

A selagem de topo foi constituída por 3 soldas, uma em continuação da outra. Porém, apenas a primeira solda em contacto com o produto foi estudada, pois a maioria dos ensaios foram destrutivos, impedindo a reutilização do material testado. Foram realizadas as seguintes determinações:

##### 4.3.2.1.1. Aparência visual das soldas das bolsas

A Fig. 70 apresenta os resultados da avaliação visual das soldas antes e depois do tratamento térmico.

As soldas do fundo e laterais (originais de fábrica), apresentaram um excelente aspecto visual antes e depois do tratamento térmico, sem alterações visíveis (grau S1).

A primeira solda de topo apresentou defeitos admissíveis antes do tratamento térmico, com 46 % mostrando pequenas rugas e bolhas (grau S2) e 12 % apresentando irregularidades que comprometeram menos da metade da largura da solda (grau S3).

Estes resultados concordam com o relatado por SARANTOPOULOS *et alii* (1986) para bolsas esterilizáveis fechadas por impulso com a área de selagem contaminada por vapor de água.

Após a esterilização, 12 % das bolsas apresentaram defeitos graves comprometendo mais da metade da largura da primeira solda de topo (grau S4). Isto indica a necessidade de um estudo mais aprimorado da operação de enchimento e selagem da bolsa.

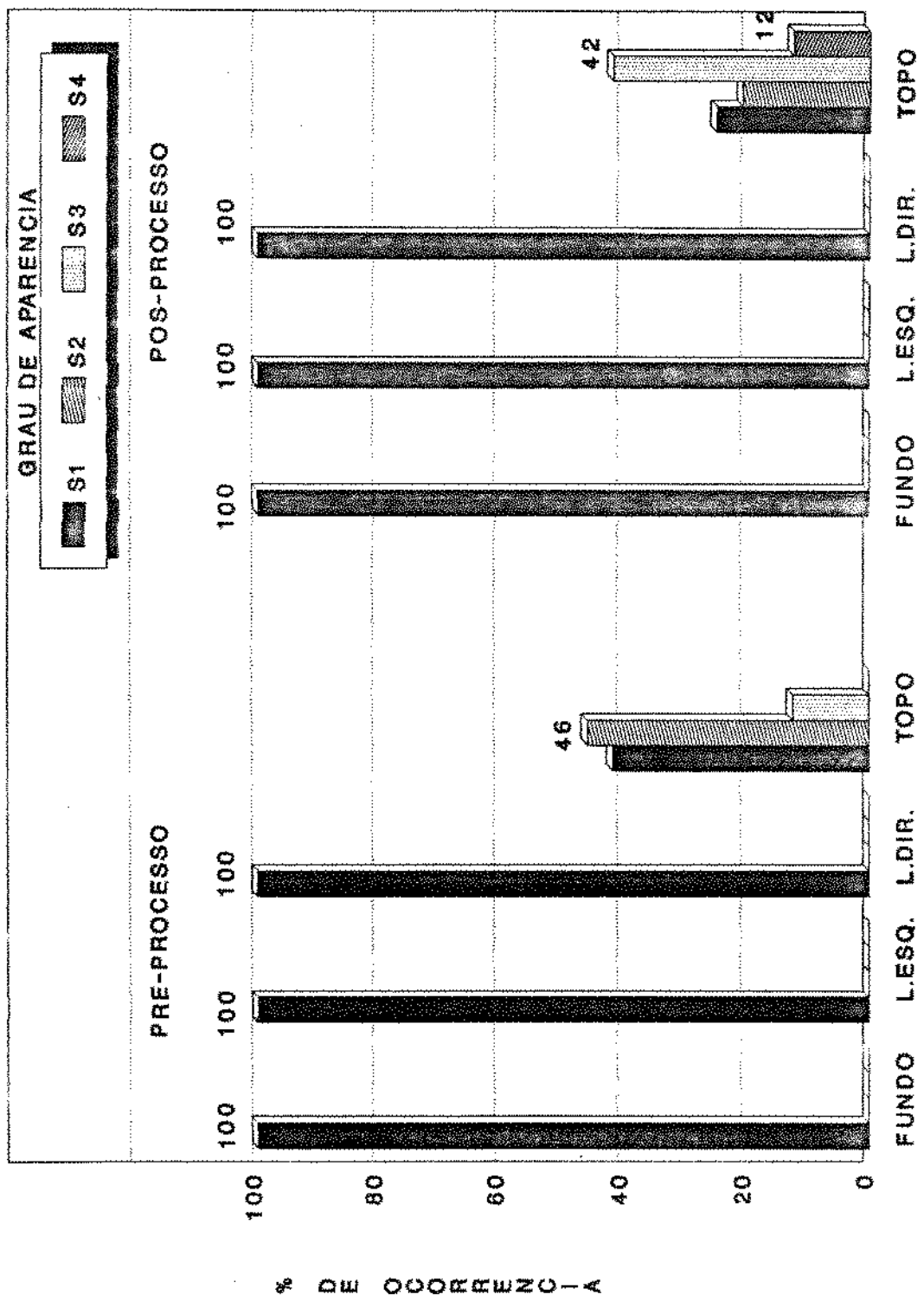


Figura 70: Aparência Visual das Soldas de Bolsas Esterilizáveis Antes e Depois do Tratamento Térmico.

#### 4.3.2.1.2. Determinação da resistência da embalagem à pressão interna

A Tabela 32 apresenta os resultados dos ensaios de resistência a pressão interna de embalagens antes e após o tratamento térmico.

Não foi observada influência do processamento térmico ou do volume de ar residual sobre a resistência a pressão interna das bolsas. Todas as embalagens apresentaram uma resistência pre e pos-processo maior que o sugerido pela FDA (FDA, 1981), resistindo à pressão de 20 psi (138 kPa) durante 30 seg e confinadas entre duas placas de aço a 13 mm de distância.

É importante salientar que a metodologia adotada só permitiu avaliar em conjunto as soldas de fundo e laterais, sem levar em conta a resistência da solda de topo.

**Tabela 32: Resistência das bolsas esterilizáveis à pressão interna antes e depois do tratamento térmico.**

RESISTÊNCIA A PRESSÃO INTERNA (20 psi, 30 seg)					
PRÉ PROCESSO	PÓS PROCESSO				
RESULTADO DO ENSAIO *1	REPE TICÃO	BOLSA N.º	VOL. AR MEDIDO (mL)*2	RESULTADO DO ENSAIO	
+	1	7	30	+	
		8	15	+	
		9	1	+	
		10	30	+	
		11	<1	+	
		12	15	+	
	+	2	7	27	+
			8	<1	+
			9	16	+
			10	<1	+
			11	17	+
			12	29	+

\*1: Correspondente a 5 determinações.

\*2: Volume de ar medido a 20 °C e 101 kPa abs.

#### 4.3.2.1.3. Determinação da presença de fusão na região de solda das bolsas

A existência de fusão na região de solda foi determinada nas bolsas 1 a 6 de cada processo por observação do tipo de ruptura apresentada durante o ensaio de tração (Tabela 5).

Os resultados da Tabela 33 mostram que todas as bolsas sem serem processadas apresentaram fusão na região de solda, enquanto que as bolsas esterilizadas apresentaram fusão somente nas soldas de fundo e laterais (originais de fábrica). A primeira solda de topo das bolsas processadas não apresentou fusão.

A fusão é produzida no momento da selagem. A ausência da fusão não pode ser atribuída ao tratamento térmico. Isto é consequência das condições de selagem e da contaminação da solda com o produto ou vapor de água proveniente do mesmo (SARANTOPOULOS *et alii*, 1986).

A seladora utilizada não permitiu realizar a selagem na posição vertical o que teria facilitado a operação de selagem, diminuindo a possibilidade de contaminação com o produto.

As bolsas dos ensaios pré-processo eram bolsas vazias nas quais não existia possibilidade de contaminação na região de solda. Já as bolsas processadas foram enchidas com o "volume máximo de enchimento" de bentonita. O enchimento a quente e a selagem a vácuo destas bolsas teriam provocado a liberação de vapor de água, contaminando a primeira solda e provocando a falta de fusão e os defeitos observados na aparência visual (Item 4.3.2.1.1).

A realização de mais outras duas soldas sobre uma superfície limpa após o primeiro fechamento, assegurou o hermetismo da embalagem, evitando vazamentos de bentonita (ver Tabelas 30 e 31).

**Tabela 33: Resultados da Determinação da Presença de Fusão na Região de Solda Antes e Depois do Tratamento Térmico.**

PRESENÇA DE FUSÃO NA REGIÃO DE SOLDA						
		FUNDO	L.ESQ.	L.DIR.	TOPO <sup>*1</sup>	
PRÉ-PROCESSO	#2					
		+	+	+	+	+
P6S  PROCESSO	REPE TIÇÃO	DOLSA N.º	VOL. AR RESID. (mL)*3			
		1	28	+	+	+
		2	1	+	+	+
	1	3	15	+	+	+
		4	2	+	+	+
		5	25	+	+	+
		6	10	+	+	+
		1	20	nd	+	+
		2	17	nd	+	+
	2	3	3	nd	+	+
		4	20	+	+	+
		5	33	+	+	+
	6	4	+	+	+	

+ : Soldas com presença de fusão.      nd : Não determinado.  
 - : Soldas com ausência de fusão.  
 \*1: Primeira solda de topo.  
 \*2: Correspondente a 5 determinações.  
 \*3: Volume de ar medido a 20 °C e 101 kPa abs.



#### 4.3.2.1.4. Determinação da resistência à tração das soldas

Os ensaios pré-processo foram realizados sobre bolsas vazias seladas no topo, enquanto que as determinações pós-processo foram realizadas nas bolsas 1 a 6 contendo de 1 a 33 mL de ar e 160 g de suspensão de bentonita 10 % (p/p) (Tabela 5).

Para facilitar a análise, os resultados da resistência a tração pós-processo foram agrupados em 3 classes segundo o volume de ar medido em cada bolsa: de 1 a 11 mL, de 12 a 22 mL e de 23 a 33 mL. A Tabela 34 apresenta estes resultados com as médias de cada classe e a Fig. 71 compara os dados entre si.

O efeito conjunto das operações de enchimento, selagem e esterilização sobre a primeira solda de topo foi estudado comparando a resistência a tração de bolsas vazias sem processar, com a resistência de bolsas esterilizadas contendo de 1 a 11 mL de ar. (Este volume de ar está dentro do "volume máximo de ar permissível para manter a integridade das bolsas" (VMAP = 10.9 mL), calculado no Item 4.3.1.4.).

A resistência da primeira solda de topo apresentou uma diminuição significativa ( $\alpha = 0.05$ ) de 12642 gf/25 mm até 2931 gf/25 mm após o tratamento térmico, não atingindo o mínimo de 5400 gf/25 mm exigido pela "Food and Drug Administration".

Esta diminuição concorda com a avaliação visual de defeitos e com a ausência de fusão, descrito anteriormente. Isto pode ter sido provocado pela contaminação da solda com vapor de água proveniente da suspensão quente de bentonita durante a selagem sob vácuo. O hermetismo desta solda ficou assegurada pelas outras duas soldas de topo.

A resistência à tração das soldas de fundo e lateral (originais de fábrica) não foi afetada de forma significativa ( $\alpha = 0.05$ ) pelo enchimento e tratamento térmico, concordando com o relatado por LAMPI *et alii* (1976), ORTIZ (1983) e ORTIZ & LEITZO (1988) para bolsas de estrutura e tamanho similar às utilizadas nesta pesquisa.

Estas soldas apresentaram valores pré-processo de 12019 e 11032 gf/25 mm e pós-processo de 11200 e 11140 gf/25 mm, respectivamente, cumprindo com a resistência mínima exigida pela FDA (Figura 71).

Tabela 34: Resistência das soldas à tração depois do tratamento térmico.

CLASSE	BOLSA / REPETIÇÃO	VOL. AR MEDIDO (mL) <sup>a</sup>	RESISTÊNCIA A TRACÇÃO (gf/ 25 mm)		
			FUNDO	LATERAL	TOPO
1  ATÉ  11	B2 / R1	1	10700	11500	1225
	B4 / R1	2	12800	10800	2400
	B3 / R2	3	nd	11100	3962
	B6 / R2	4	9800	10900	1900
	B6 / R1	10	11500	11400	5167
	Média Classe	4	11200	11140	2931
12  ATÉ  22	B3 / R1	15	7400	11200	2350
	B2 / R2	17	nd	11400	1425
	B1 / R2	20	nd	11200	4050
	B4 / R2	20	11000	11200	2500
	Média Classe	18	9200	11250	2581
23  ATÉ  33	B1 / R1	28	9500	11200	1000
	B5 / R1	25	9533	9500	4750
	B5 / R2	33	8600	9900	3775
	Média Classe	29	9211	10200	3175
"F" PARA A HIPÓTESE DA INFLUÊNCIA DO AR RESIDUAL			2.94 <sup>ns</sup>	3.10 <sup>ns</sup>	0.26 <sup>ns</sup>
PROBABILIDADE "F" MAIOR			0.13	0.11	0.62
Média Global			10093	10942	2875
Mínimo Global			7400	9500	1000
Máximo Global			12800	11400	5167

<sup>a</sup> . Volume de ar medido a 20° C e 101 kPa abs.  
ns. Não significativo para  $\alpha=0.05$ .

Tabela 35: Comparação das médias da resistência à tração das soldas de bolsas vazias sem esterilizar e de bolsas esterilizadas contendo de 1 a 11 mL de ar residual.

RESISTÊNCIA A TRACÇÃO DAS SOLDAS ANTES E DEPOIS DA ESTERILIZAÇÃO (gf/25 mm)						
ENSAIO	FUNDO		LATERAL		TOPO	
	Média	CV%*1	Média	CV%*1	Média	CV%*1
PRÉ PROCESSO	12019 <sup>a</sup>	7.1	11032 <sup>a</sup>	2.2	12642 <sup>a</sup>	4.0
PÓS PROCESSO	11200 <sup>a</sup>	11.4	11140 <sup>a</sup>	2.7	2931 <sup>b</sup>	54.8

\*1 . Coeficiente de variação em %.

a,b . As médias com a mesma letra não apresentaram diferença significativa para  $\alpha = 0.05$ .

# RESIST. TRACAO (1000 gf/ 25 mm)

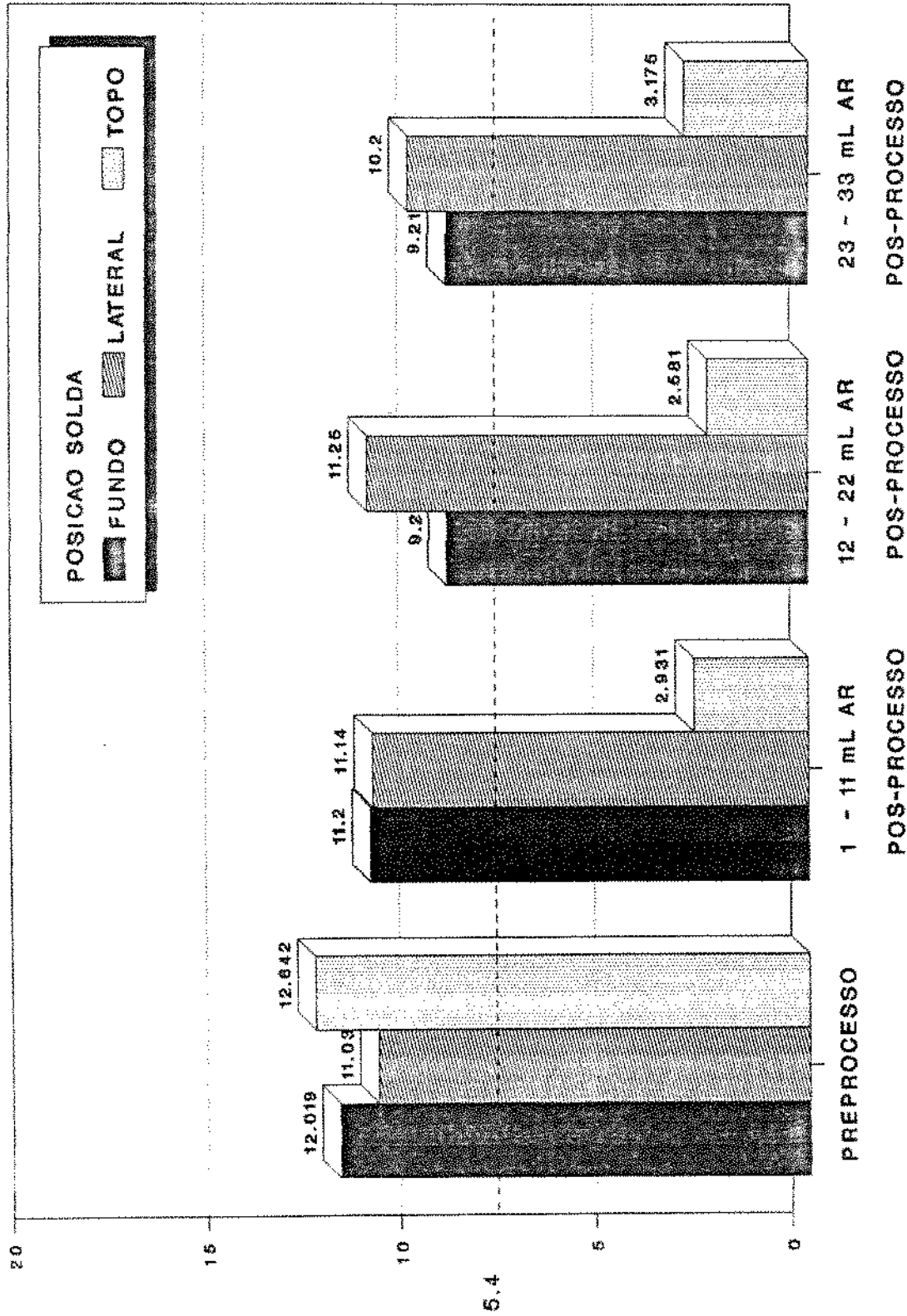


Figura 71: Comparação das médias da resistência a tração das soldas de bolsas esterilizáveis antes e depois do tratamento térmico.

O volume de ar residual não teve efeito significativo sobre a resistência a tração da primeira solda de topo de bolsas esterilizadas ( $\alpha = 0,005$ ), ficando sempre abaixo do mínimo de 5400 gf/25 mm, sugerido pela FDA.

As soldas de fundo apresentaram uma queda na resistência a tração de 11200 para 9200 ou 9211 gf/25 mm quando o volume de ar residual passou da faixa de 1-11 mL para 12-22 mL ou 23-33 mL respectivamente. Porém, estes resultados são maiores do que o mínimo sugerido pela FDA, e as diferenças provocadas pelo aumento de volume de ar residual não foram significativas ( $\alpha = 0,005$ ).

As soldas laterais das bolsas com 1-11 e 12-22 mL de ar apresentaram praticamente a mesma resistência a tração com valores de 11140 e 11250 gf/25 mm respectivamente. Para a faixa de 23-33 mL de ar, o valor de resistência a tração foi pouco menor (10200 gf/25). Em todos os casos a resistência a tração mínima sugerida pela FDA foi cumprida e as diferenças provocadas pelo aumento de volume de ar residual não foram significativas ( $\alpha = 0,005$ ).

As quedas na resistência a tração provocadas pelo aumento do volume de ar residual acima de 11 mL eram esperadas como consequência da solicitação exercida pela expansão do ar no final do aquecimento. Isto confirma a validade do "volume máximo de ar residual para conservar a integridade da embalagem" calculado em 10,9 mL (Item 4.3.1.4.). Estes resultados concordam com a recomendação dada por TSUTSUMI (citado por WIENTRAUB et alii, 1989) de um máximo de 10 mL de ar residual para evitar o estouro de bolsas de porções individuais de alimento.

#### 4.3.2.2. Aparência visual da superfície das bolsas

O aspecto visual das embalagens de 1 a 12 foi avaliado antes e depois de cada tratamento térmico, medindo a porcentagem amassada da área total das duas faces da bolsa.

Todas as bolsas sem processar apresentaram uma aparência excelente (grau B1) com as suas faces completamente livres de qualquer amassadura (Figura 72).

O efeito do processamento térmico sobre a aparência da superfície das embalagens nas quais não se injetou ar (1-11 mL ar residual) foi de aumentar o grau de aparência em uma unidade da escala. Assim, 100 % das bolsas com grau B1 (0 % de superfície amassada) antes do processo passariam para 94 % de bolsas com grau B2 (0 a 25 % de superfície amassada) após o tratamento térmico.

O acréscimo do volume de ar residual provocou um aumento do grau de amassado. Assim quando o ar residual aumentou da faixa de 1-11 mL para 12-22 mL, 81 % das bolsas apresentaram aparência grau B3 (25 a 50 % de amassado) e para 23-33 mL de ar, 94 % das embalagens mostraram aparência grau B4 (mais de 50 % de amassado).

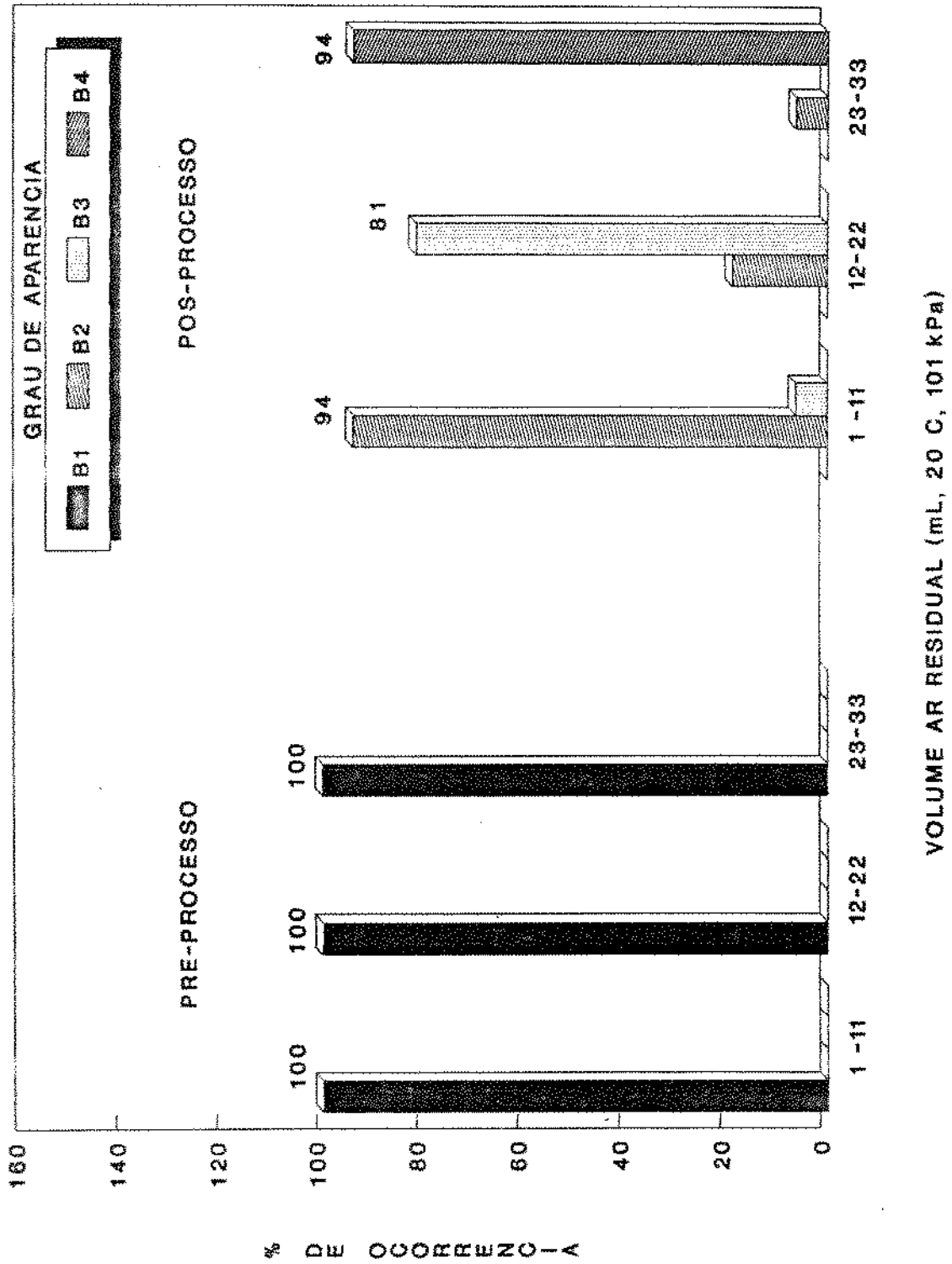


Figura 72: Aparência visual da superfície das bolsas antes e depois do tratamento térmico.



Os ensaios de desempenho do material de embalagem permitiram concluir que as operações de enchimento e selagem de topo devem ser aprimoradas. No entanto, o hermetismo da embalagem foi obtida pelo conjunto de 3 soldas de topo.

O efeito do processamento térmico foi o de diminuir o aspecto visual das faces das bolsas sem provocar mudanças significativas na resistência a tração das soldas de fundo e lateral ( $\alpha = 0.005$ ).

O efeito do aumento do volume de ar residual de 1 até 33 mL foi o de diminuir a resistência a tração pós-processo das soldas de fundo e lateral sem provocar diferenças significativas ( $\alpha = 0.05$ ), bem como, deteriorar a aparência visual das embalagens.

Apesar das mudanças da resistência a tração mencionadas acima, todas as soldas de fundo e lateral cumpriram com os mínimos estabelecidos pela FDA. Além do mais, estas apresentaram fusão, aspecto visual excelente, e resistência a uma pressão interna de 20 psi (140 kPa) por 30 seg. podendo ser consideradas como soldas de "Alto Desempenho".

#### 4.3.3. Ensaio de penetração de calor em bolsas esterilizáveis

A Tabela 36 apresenta as condições de processo aplicadas em cada uma das duas repetições do ensaio de penetração de calor em bolsas esterilizáveis. As Figuras 73 e 74 mostram as curvas de história térmica de cada processo.

Tabela 36: Condições de processo nos ensaios de penetração de calor em bolsas a 121 °C em misturas com 90 % de vapor e 10 % de ar.

REPETIÇÃO	1	2
TEMPERATURA INICIAL NAS BOLSAS (°C)	19,7	19,4
TEMPERATURA DE PROCESSO (°C)	121,8	121,4
TEMPERATURA DE RESFRIAMENTO (°C)	21,0	20,5
PRESSÃO TOTAL (kPa)	126	126
VAZÃO TOTAL DE MISTURA (m <sup>3</sup> /min)	1,13	1,13
TEMPO DE SUBIDA (min)	3,0	3,0
TEMPO DE PROCESSO (min)	15,0	15,0
TEMPO DE RESFRIAMENTO (min)	11,0	12,0

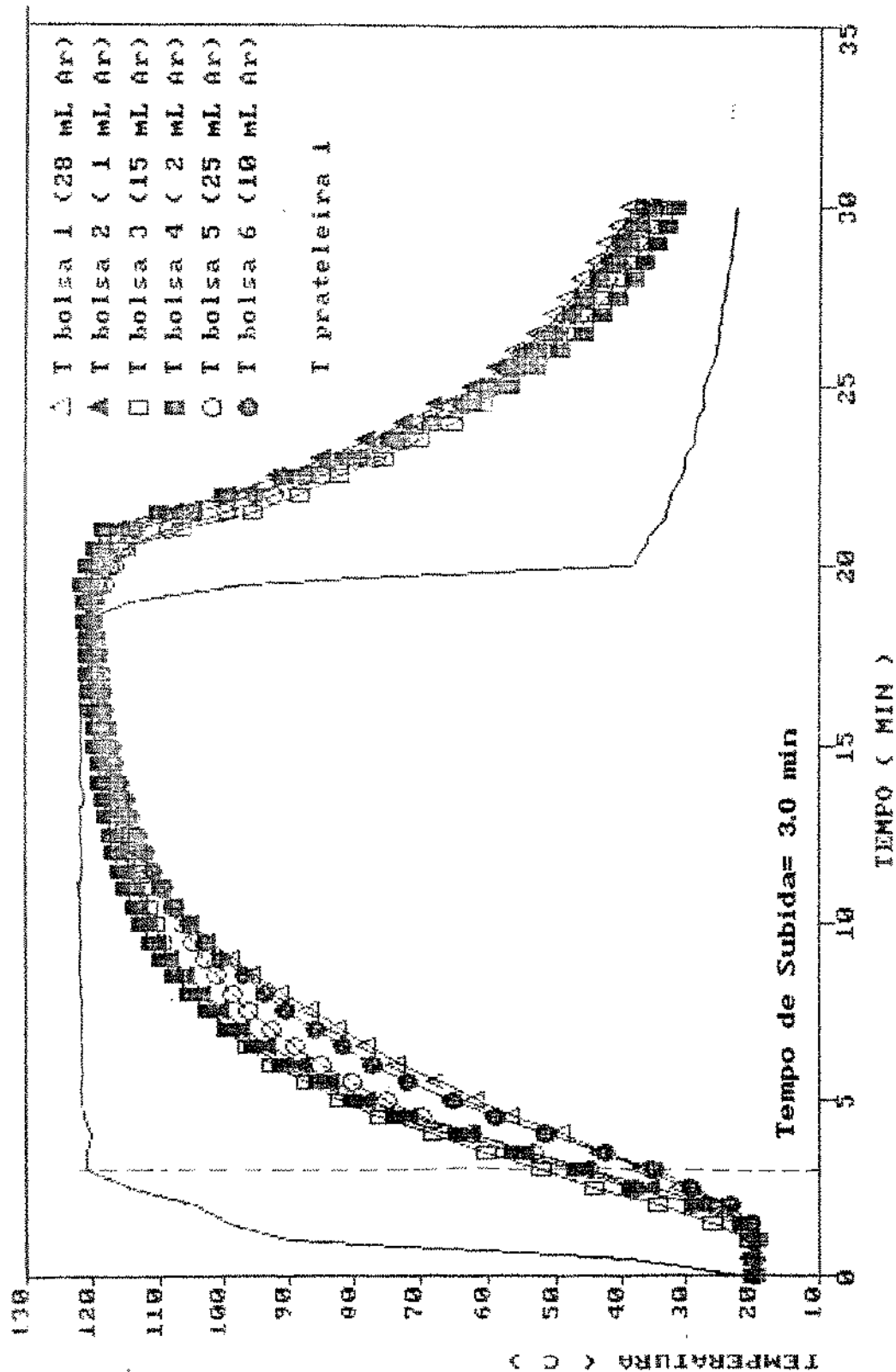


Figura 73: Curvas de história térmica para o processo de bolsas esterilizáveis em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C. Repetição 1.

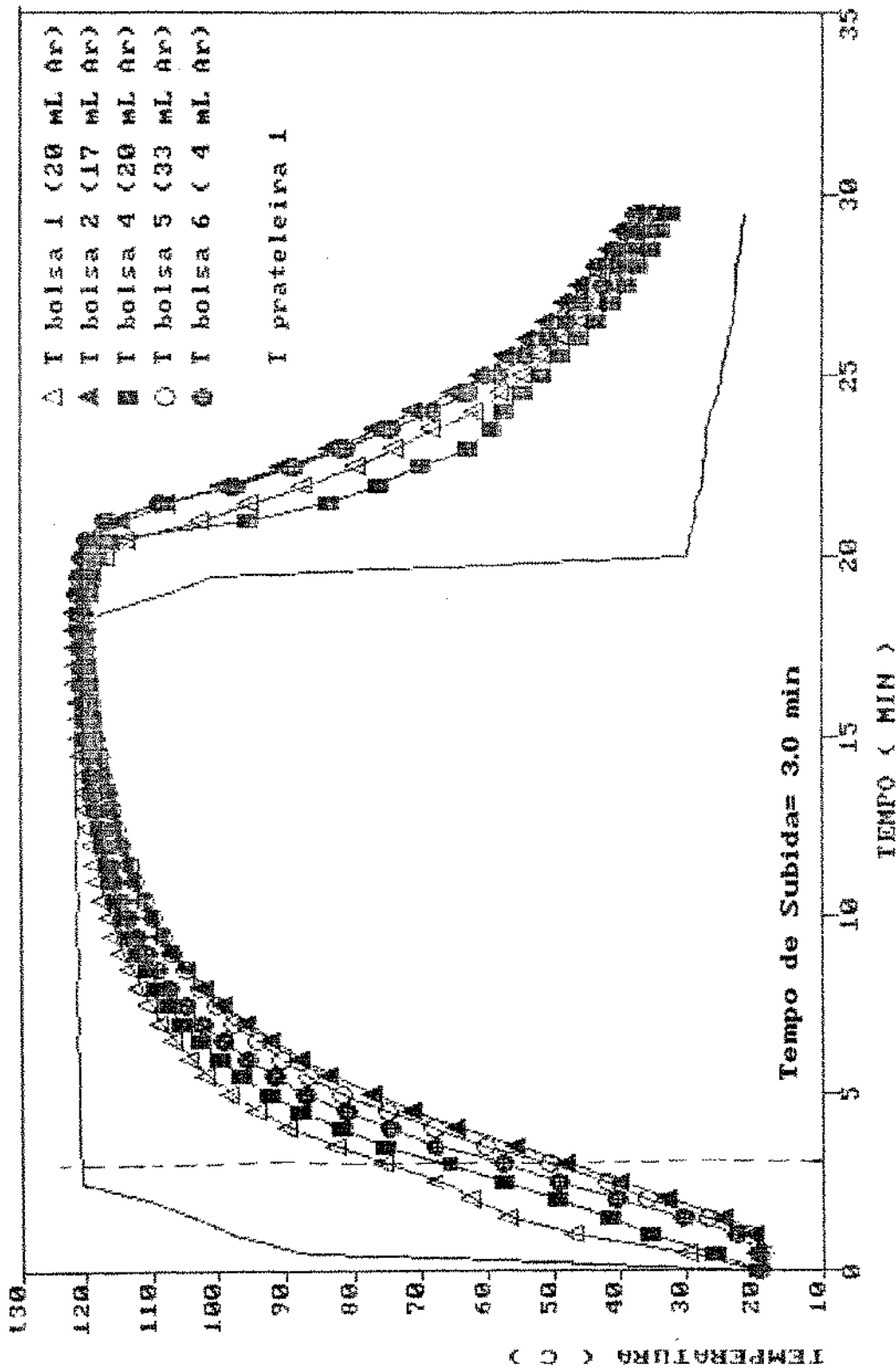


Figura 74: Curvas de história térmica para o processo de bolsas esterilizáveis em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C. Repetição 2.

#### 4.3.3.1. Etapa de aquecimento dos ensaios de penetração de calor em bolsas esterilizáveis

As Figuras 75 e 76 apresentam as curvas semilogarítmicas do aquecimento de bolsas esterilizáveis e a Tabela 37 mostra os resultados obtidos da análise de dados para esta etapa.

Para facilitar a análise os resultados foram classificados segundo o volume de ar residual medido após o tratamento térmico correspondente as faixas de 1 a 11 mL; 12 a 22 mL; e 23 a 33 mL e seus valores médios apresentados na Figuras 77 e 78.

O tempo necessário para atingir ( $T_1 - 2$  °C) foi praticamente o mesmo para bolsas com 1 a 11; e 12 a 22 mL de ar residual (16,5 e 16,1 min respectivamente), enquanto que para 23 a 33 mL este tempo foi da ordem de 1 min maior (17,5 min). Isto concorda com o efeito prejudicial do ar residual para a penetração de calor em bolsas na posição horizontal observado por BEVERLY *et alii*, (1980). Porém, a análise estatística revelou que as diferenças observadas não foram significativas (Tabela 37,  $\alpha = 0,05$ ).

As "taxas de aquecimento" ( $f_h$ ) aumentaram em média de 7,9 para 8,7 min quando o ar residual passou de 1 a 11 mL para 12 a 22 mL, indicando um aquecimento mais lento decorrente do efeito isolante do ar. A análise estatística não demonstrou que as diferenças observadas nos " $f_h$ " fossem significativas ( $\alpha = 0,05$ ).

Este resultado concorda com o relatado por WEINTRAUB *et alii* (1989), os que determinaram um volume máximo de 9,3 mL de ar para não provocar o aumento no " $f_h$ " de bolsas de igual tamanho às utilizadas nesta pesquisa. A bolsas utilizadas por estes autores, continham blocos de "Teflon" e foram processadas a 120 °C em mistura com 85 % de vapor.

Tabela 37: Resultados para o aquecimento de bolsas esterilizáveis

CLASSE	BOLSA / REPETIÇÃO	VOL. AR MEDIDO (mL) <sup>a</sup>	TEMPO PARA ATINGIR T <sub>1-2</sub> °C (min)	fh (min)	jh	Fo AQUEC. (min)
1 ATÉ 11	B2 / R1	1	18,0	8,3	1,1	4,2
	B4 / R1	2	15,5	7,6	1,1	5,4
	B6 / R2	4	15,0	7,8	0,89	5,1
	B6 / R1	10	17,5	8,0	1,8	3,4
	Média Classe	4	16,5	7,9	1,2	4,5
12 ATÉ 22	B3 / R1	15	18,5	10,4	0,7	3,6
	B2 / R2	17	18,0	8,8	1,0	3,1
	B1 / R2	20	13,5	7,2	0,75	6,2
	B4 / R2	20	14,5	8,3	0,69	5,2
	Média Classe	18	16,1	8,7	0,79	4,5
23 ATÉ 33	B1 / R1	28	17,0	7,5	2,1	3,6
	B5 / R1	25	18,5	8,8	1,4	3,1
	B5 / R2	33	17,0	9,3	0,86	3,4
	Média Classe	29	17,5	8,5	1,5	3,4
"F" PARA A HIPOTESE DA INFLUÊNCIA DO AR RESIDUAL			0,42 <sup>ns</sup>	0,54 <sup>ns</sup>	0,14 <sup>ns</sup>	1,36 <sup>ns</sup>
PROBABILIDADE DE "F" MAIOR			0,53	0,48	0,71	0,27
Média Global			16,6	8,4	1,13	4,2
Mínimo Global			13,5	7,2	0,69	3,1
Máximo Global			18,5	10,4	2,1	6,2

a : Volume de ar medido a 20 °C e 101 kPa abs.  
 ns: Não significativo para  $\alpha=0.05$ .

O "f<sub>h</sub>" médio de todas as bolsas (8,4 min, prateleiras 1 e 2) foi muito próximo do valor determinado para os blocos simuladores (9,2 min, prateleira 2). Entretanto a faixa de variação para as bolsas de 7,2 até 10,4 min ( $\Delta = 3,2$  min) foi maior do que a observada para os blocos de 8,9 até 9,5 min, ( $\Delta = 0,6$  min) .

Isto confirma que o dimensionamento (15 x 110 x 150 mm) e material (nylon) selecionados para a construção dos blocos foi adequado para simular a transferência de calor na superfície das bolsas esterilizáveis utilizadas no presente trabalho.

Os resultados obtidos para as bolsas são também compatíveis ao relatado por PFLUG *et alii* (1963) para embalagens de 19 mm de espessura processadas verticalmente em mistura com 90 % de vapor contendo "Frango à la king" (f<sub>h</sub> = 8,1; 6,4 - 10,5 min) ou purê de tomate (f<sub>h</sub> = 9,4; 8,9 - 10,4 min), dois alimentos que se aquecem por condução.

Isto confirma a aptidão da suspensão aquosa de bentonita 10 % para simular alimentos que se aquecem por condução. É importante salientar que a variabilidade provocada pelo ar residual em bolsas verticais é menor que nas horizontais devido ao acúmulo do ar no topo da embalagem (THORPE & ATHERTON, 1972).

O "fator de atraso do aquecimento" (j<sub>h</sub>) foi em média de 1,22; 0,79 e 1,5 para 1 a 11; 12 a 22; e 23 a 33 mL de ar residual respectivamente, não apresentando comportamento regular conforme o aumento o volume de ar (Figura 77). A análise estatística não demonstrou que estas diferenças fossem significativas ( $\alpha = 0,05$ ).

O "j<sub>h</sub>" médio de todas as bolsas (1,13 nas prateleiras 1 e 2) foi maior que o observado para os blocos simuladores (0,71 nas prateleira 2). A faixa de variação das bolsas também foi maior do que para os blocos sendo de 0,69 até 1,80 ( $\Delta = 1,1$ ) e de 0,51 até

0,90 ( $\Delta = 0,39$ ), respectivamente.

A variabilidade no "j<sub>h</sub>" observada nas bolsas com bentonita é semelhante a relatada por PFLUG *et alii* (1963) para bolsas contendo "Frango à la king" com "j<sub>h</sub>" de 0,87 até 1,75 ( $\Delta = 0,88$ ) de 19 mm de espessura processadas em mistura com 90 % de vapor.

Esta faixa de variação pode ser consequência de erros de posicionamento da junta do termopar, influência do aquecimento irregular durante o tempo de subida ou distribuição irregular de temperaturas no início do aquecimento. Estes erros afetam em maior proporção o "j<sub>h</sub>" do que o "f<sub>h</sub>", sendo que as conclusões obtidas a partir das "taxas de aquecimento" são mais confiáveis (KOPELMAN, 1966).

Em valores médios, a "letalidade integrada" (F<sub>0</sub>) da etapa de aquecimento teve o mesmo valor (4,5 min) para bolsas com 1 a 11; e 12 a 22 mL de ar residual, diminuindo para 3,4 min para as bolsas com 23 a 33 mL.

Este comportamento respondeu ao efeito isolante do ar residual, observado também, por BERRY & KOHNHORST (1983) para o F<sub>0</sub> de bolsas processadas na posição horizontal, contendo sopa creme de aipo, que se aquece por condução, e volumes crescentes de ar residual.

A análise estatística revelou que estas diferenças não foram significativas ( $\alpha = 0,05$ ). Para o total de bolsas o F<sub>0</sub> variou de 3,1 até 6,2 min; com média de 4,2 min.



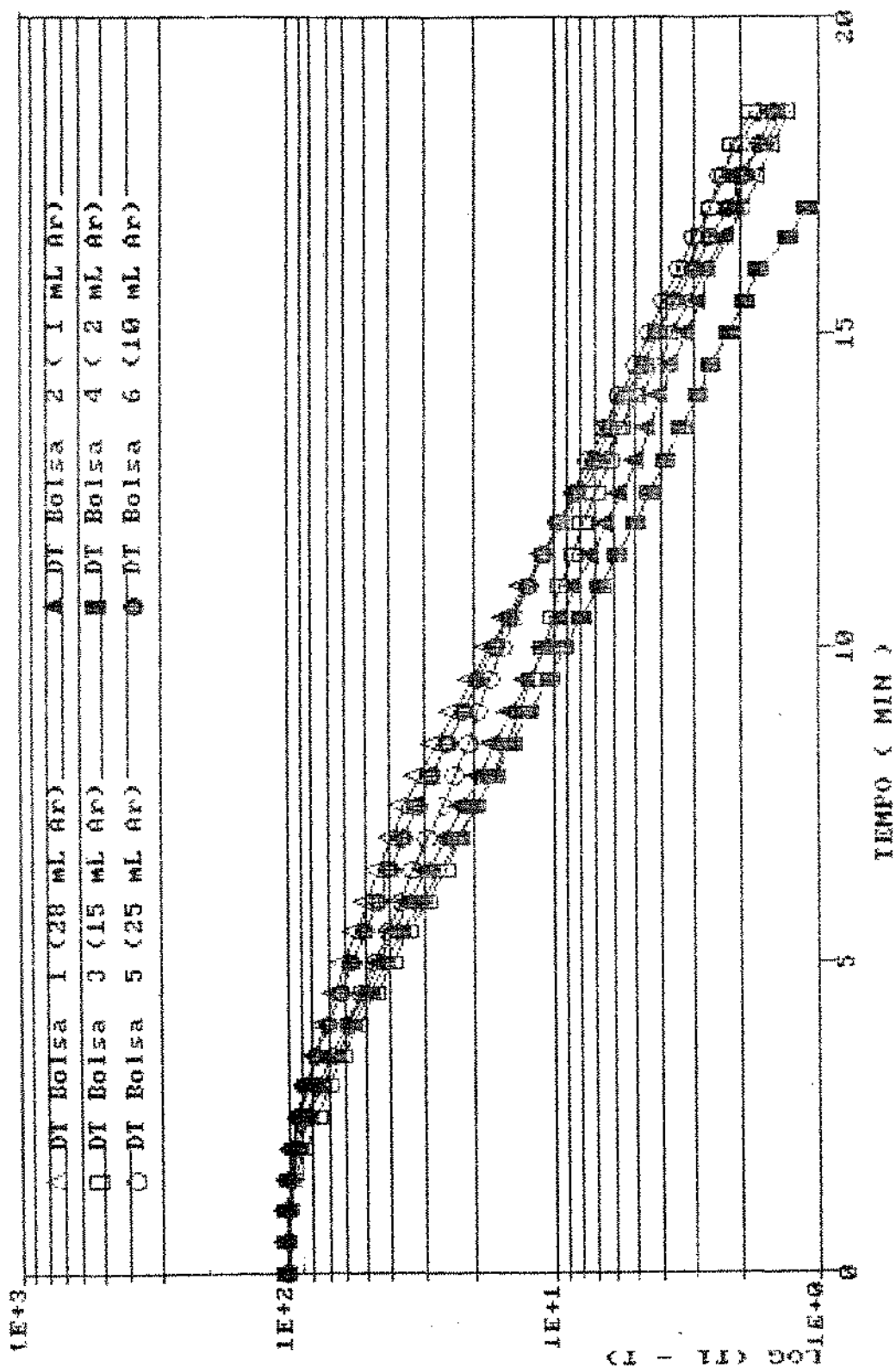


Figura 75: Curvas semi-logarítmicas para o aquecimento de bolsas esterilizáveis em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C. Repetição 1.

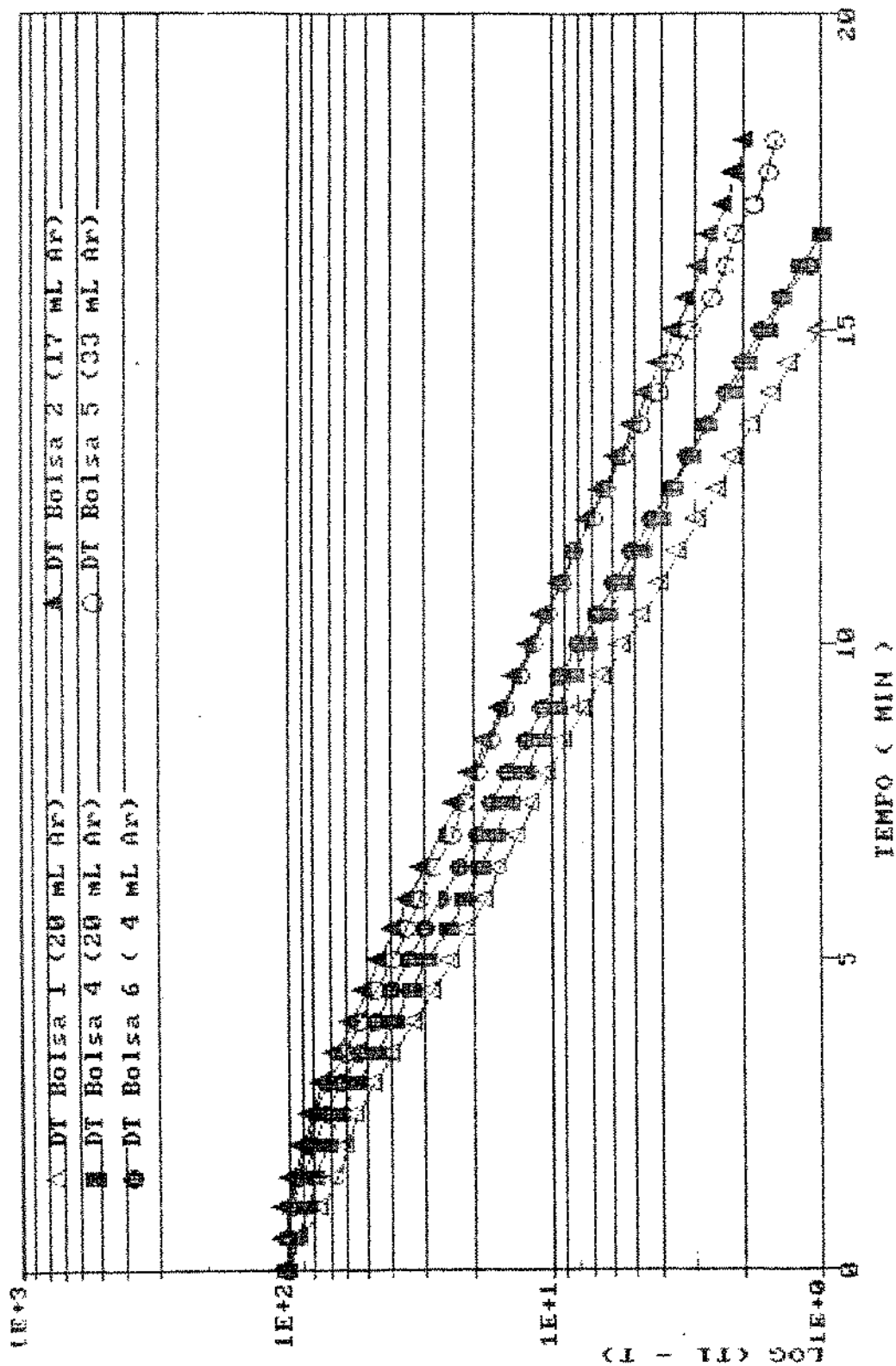


Figura 76: Curvas semi logarítmicas para o aquecimento de bolsas esterilizáveis em mistura com 90 % de vapor e 10 % de ar a 121 °C. Repetição 2.

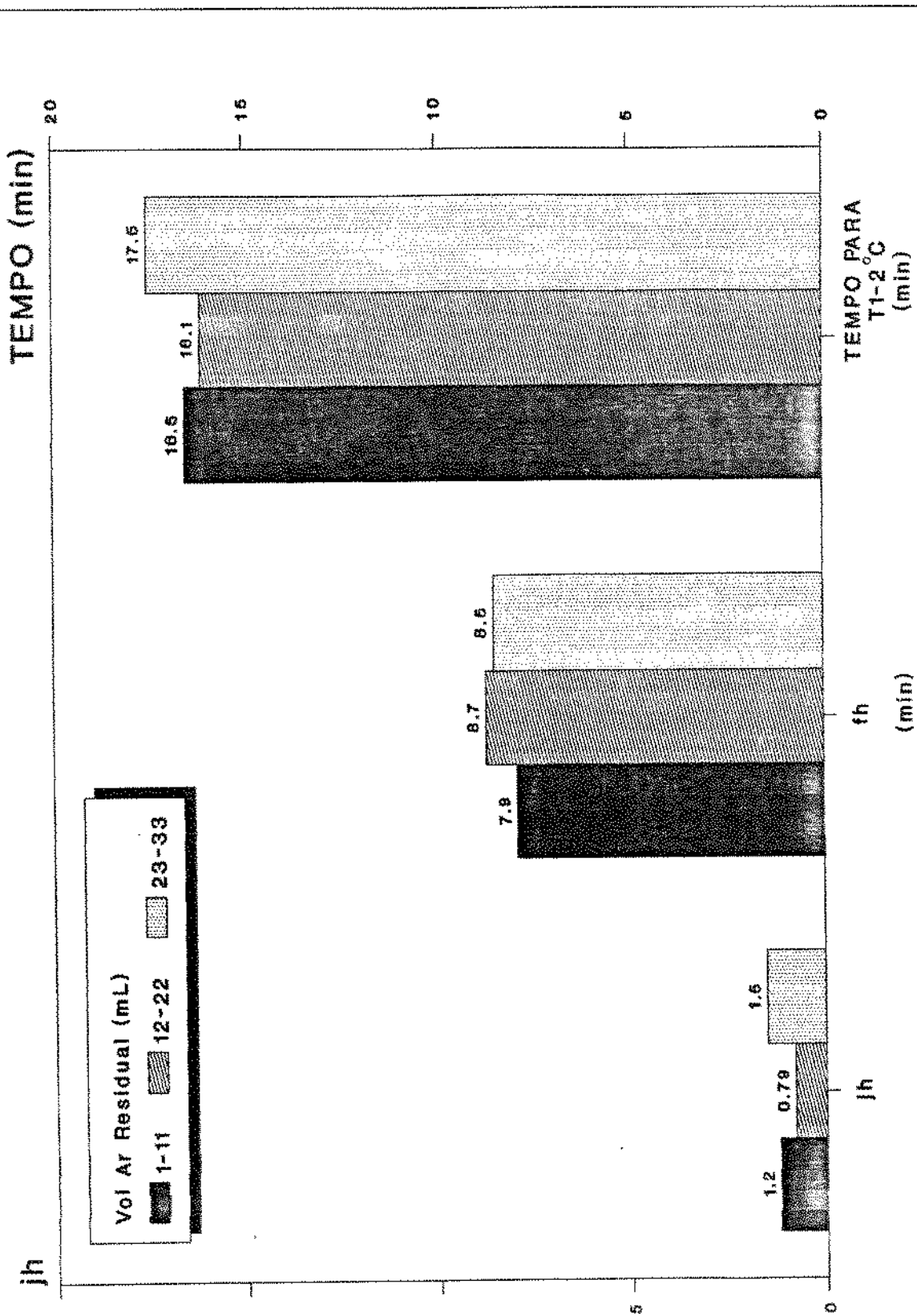
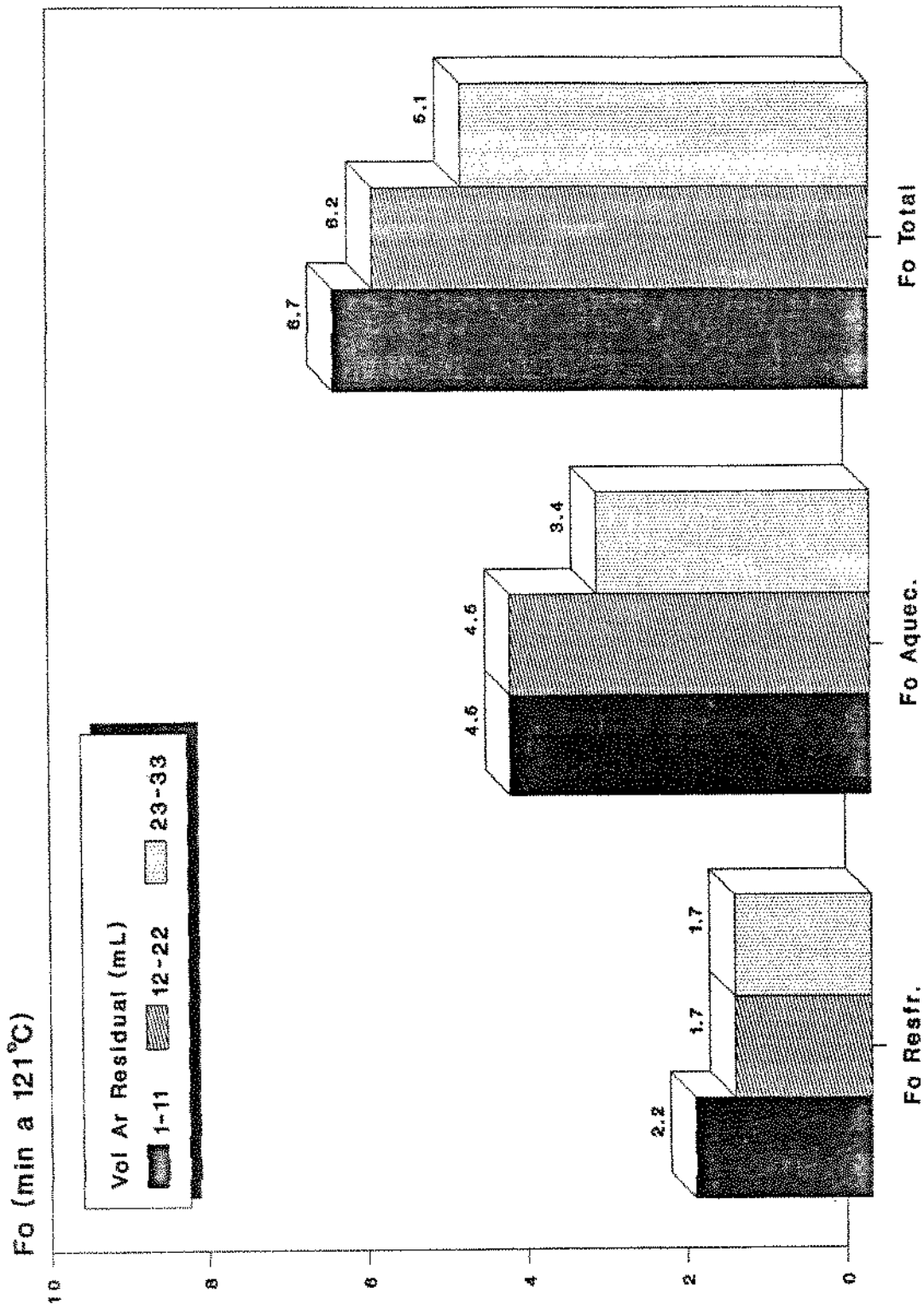


Figura 77: Médias dos parâmetros de aquecimento de bolsas esterilizáveis em função do volume de ar residual medido a 20 °C e 101 kPa abs.



**Figura 78: Médias da letalidade integrada (Fo) aplicada a bolsas esterilizáveis em função do volume de ar residual medido a 20 °C e 101 kPa abs.**

#### 4.3.3.2. Etapa de resfriamento dos ensaios de penetração de calor em bolsas esterilizáveis

As curvas semilogarítmicas do resfriamento de bolsas esterilizáveis estão ilustradas nas Figuras 79 e 80 e a Tabela 38 indica os resultados da análise de dados. Os resultados foram classificados em forma análoga ao aquecimento, segundo o volume de ar residual contido em cada bolsa, e os valores médios ilustrados na Figura 81.

O "tempo necessário para atingir  $(\bar{T}_c + 20^\circ\text{C})$ " das bolsas com 1 a 11 mL; e 12 a 22 mL de ar foi, em média, de 9,9 min enquanto que para 23 a 33 mL aumentou aproximadamente 1 min (até 10,7 min), com um comportamento análogo ao tempo para atingir  $(\bar{T}_1 - 2^\circ\text{C})$  no aquecimento. Não foram observadas diferenças significativas geradas pelo aumento do volume de ar residual ( $\alpha = 0,05$ ).

As "taxas de resfriamento" ( $f_c$ ) das bolsas aumentaram em média de 11,3 para 11,9 min ao passar de 1 a 11 para 22 a 33 mL de ar, porém estas diferenças não foram significativas ( $\alpha = 0,05$ ).

Para todas as bolsas os " $f_c$ " foram maiores que o " $f_h$ ", concordando com o relatado por SPINAK & WILEY (1982) para bolsas com purê de banana ou pedaços de carne ou batata em fatias e BERRY & KOHNHORST (1983) para bolsas esterilizáveis contendo milho em salmoura ou sopa creme de aipo.

Este comportamento já tinha sido observado com os blocos simuladores indicando uma transferência de calor superficial mais pobre durante o resfriamento. Em valores médios, esta diferença ( $f_c - f_h$ ) foi de 0,8 min e 2,9 min para os blocos e bolsas respectivamente.

**Tabela 38: Resultados da Etapa de Resfriamento dos Ensaios de Penetração do Calor em Bolsas Esterilizáveis.**

CLASSE	BOLSA /	VOL. AR MEDIDO	TEMPO PARA ATINGIR	fc	jc	Fo RESFR	Fo TOTAL
VOL. AR (mL) <sup>a</sup>	REPETIÇÃO	(mL) <sup>a</sup>	T <sub>c</sub> +20°C (min)	(min)		(min)	(min)
1  ATÉ  11	B2 / R1	1	10,0	10,8	1,7	2,0	6,2
	B4 / R1	2	9,0	9,3	1,8	2,5	7,9
	B6 / R2	4	10,0	12,3	1,5	2,7	7,8
	B6 / R1	10	10,5	12,9	1,2	1,7	5,1
	Média Classe	4	9,9	11,3	1,6	2,2	6,8
12  ATÉ  22	B3 / R1	15	9,5	11,1	1,4	1,3	4,9
	B2 / R2	17	11,0	11,6	1,6	2,0	5,1
	B1 / R2	20	9,5	11,1	1,4	1,6	7,8
	B4 / R2	20	9,5	8,0	0,46	1,8	7,0
	Média Classe	18	9,9	10,5	1,2	1,7	6,2
23  ATÉ  33	B1 / R1	28	11,0	13,7	1,2	1,8	5,4
	B5 / R1	25	10,0	11,3	1,5	1,2	4,3
	B5 / R2	33	11,0	10,6	1,4	2,1	5,5
	Média Classe	29	10,7	11,9	1,4	1,7	5,1
"F" PARA A HIPÓTESE DA INFLUÊNCIA DO AR RESIDUAL			3,00 <sup>ns</sup>	0,09 <sup>ns</sup>	1,67 <sup>ns</sup>	2,69 <sup>ns</sup>	2,45 <sup>ns</sup>
PROBABILIDADE DE "F" MAIOR			0,12	0,77	0,23	0,14	0,15
Média Global			10,1	11,2	1,4	1,9	5,9
Mínimo Global			9,0	8,0	0,46	1,2	4,3
Máximo Global			11,0	13,7	1,8	2,7	7,9

a: Volume de ar medido a 20 °C e 101 kPa abs.

ns: Não significativo para  $\alpha=0.05$ .

Os "fatores de atraso do resfriamento" ( $j_c$ ) de todas as bolsas apresentaram um valor médio de 1,4 variando de 0,46 até 1,8 ( $\Delta = 1,34$ ). Não se detectaram diferenças significativas geradas pelo volume de ar residual ( $\alpha = 0,05$ ). Este valor médio é menor que o determinado para os blocos simuladores sobre a prateleira 2 ( $j_c = 1,7$ ).

A variabilidade do " $j_c$ " para as bolsas ( $\Delta = 1,34$ ) foi maior do que para os blocos simuladores que apresentaram valores entre 1,56 e 2,01 ( $\Delta = 0,45$ ).

De forma análoga ao aquecimento, os " $j_c$ " podem ser afetados por mais fontes de erro do que os " $f_c$ ". Assim, é preferível obter conclusões sobre a transferência de calor a partir deste último parâmetro ( $f_c$ ).

Os valores médios da "letalidade integrada" ( $F_o$ ) da etapa de resfriamento decresceram com o aumento do volume de ar residual desde 2,2 min para 1 a 11 mL; até 1,7 min para 12 a 22; e 23 a 33 mL, sem observar diferenças significativas ( $\alpha = 0,05$ ).

Para o total de bolsas, o " $F_o$ " do resfriamento variou entre 1,2 e 2,7 min, com média de 1,9 min. Este valor foi similar ao obtido durante o resfriamento de bolsas contendo 132 g de suspensão de bentonita 10 % processadas a 121 °C sob água na mesma autoclave em que foi realizado este trabalho (CARDELLI & MASSAGUER, 1992).

O valor da "letalidade integrada total" ( $F_o$ ) para o processo completo diminuiu com o aumento do volume de ar residual desde 6,8 min para 1 a 11 mL; até 5,1 min para 23 a 33 mL de ar (diferenças não significativas  $\alpha = 0,05$ ).

O "F<sub>o</sub>" médio total foi de 5,9 min com valores entre 4,3 e 7,9 min e um coeficiente de variação de 21,2 %. Esta variabilidade foi maior que a relatada por BERRY & KOHNHORST (1983) para o "F<sub>o</sub>" de bolsas institucionais com alimentos e menos de 5 mL de ar residual (CV= 13,5 a 18,4 %) e por CARDELLI & MASSAGUER (1992) para o "F<sub>o</sub>" de bolsas contendo 132 g de suspensão de bentonita 10 % e menos de 10 mL de ar residual (CV= 10,3 %). Isto pode ter sido provocado pelas quantidades distintas de ar residual nas bolsas.



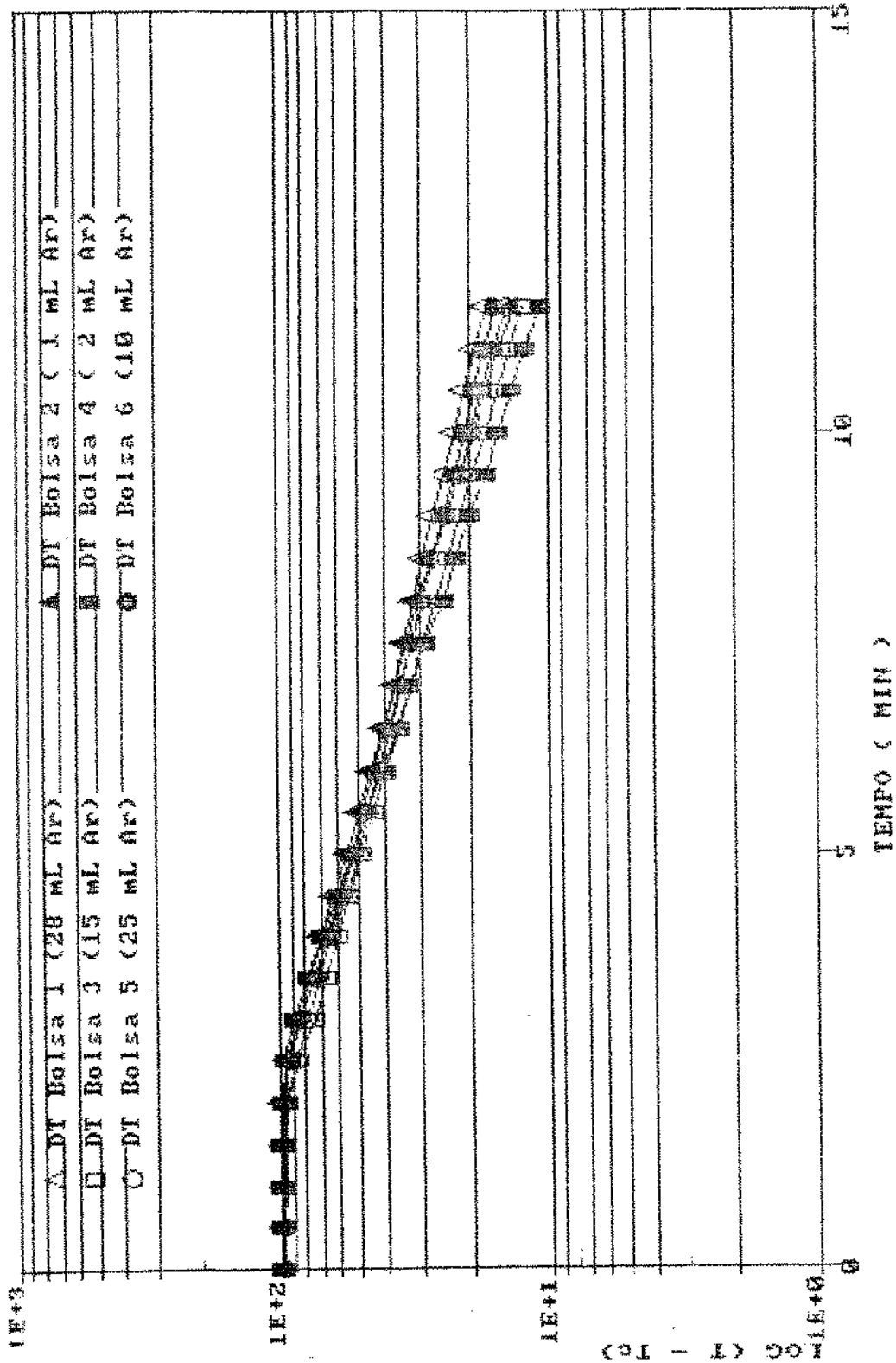


Figura 79: Curvas semi logarítmicas para o resfriamento de bolsas esterilizáveis processadas em mistura com 90 % de vapor a 121 °C. Repetição 1.

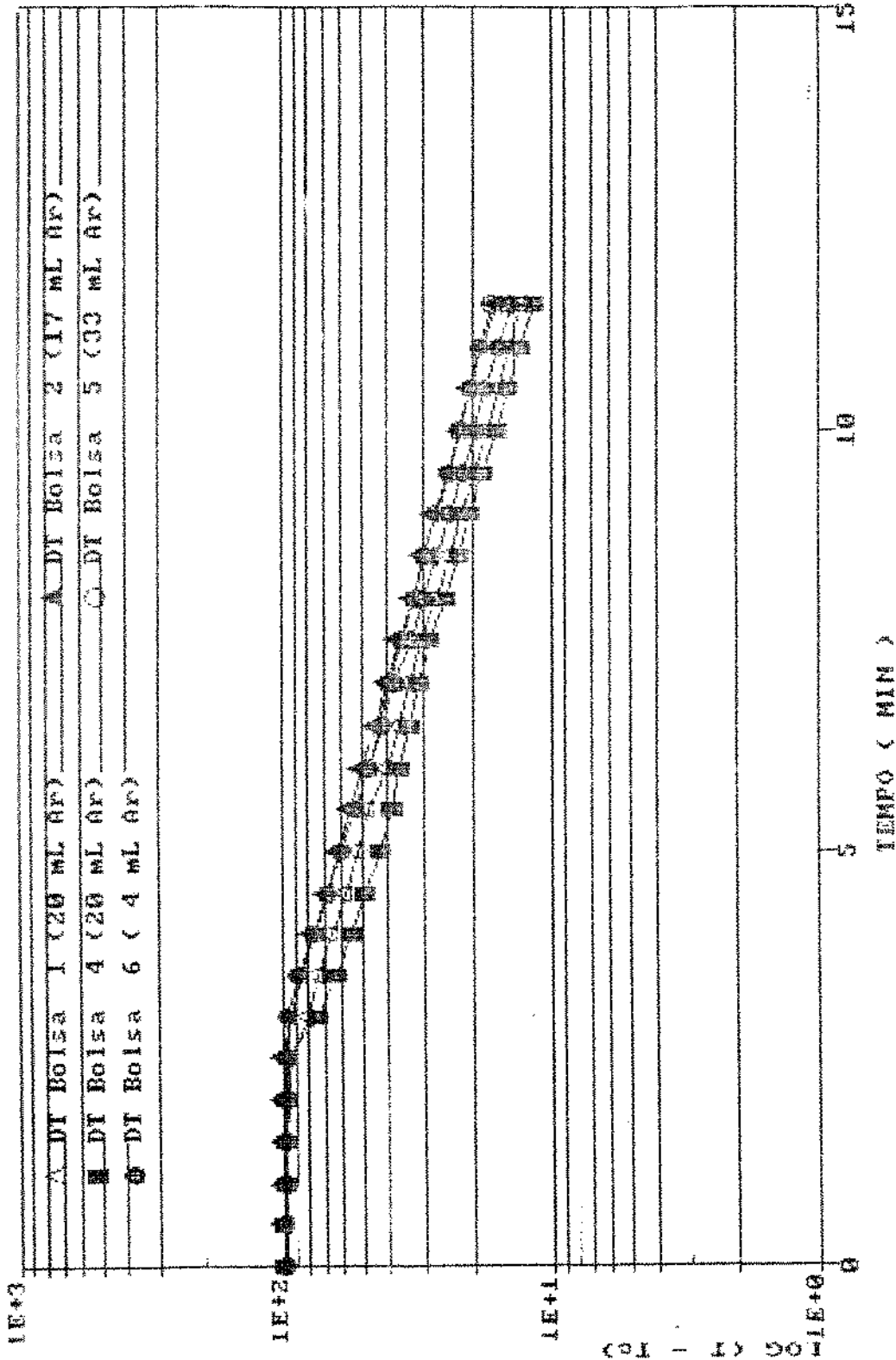


Figura 80: Curvas semi logaritmicas para o resfriamento de bolsas esterilizáveis processadas em mistura com 90 % de vapor a 121 °C. Repetição 2.

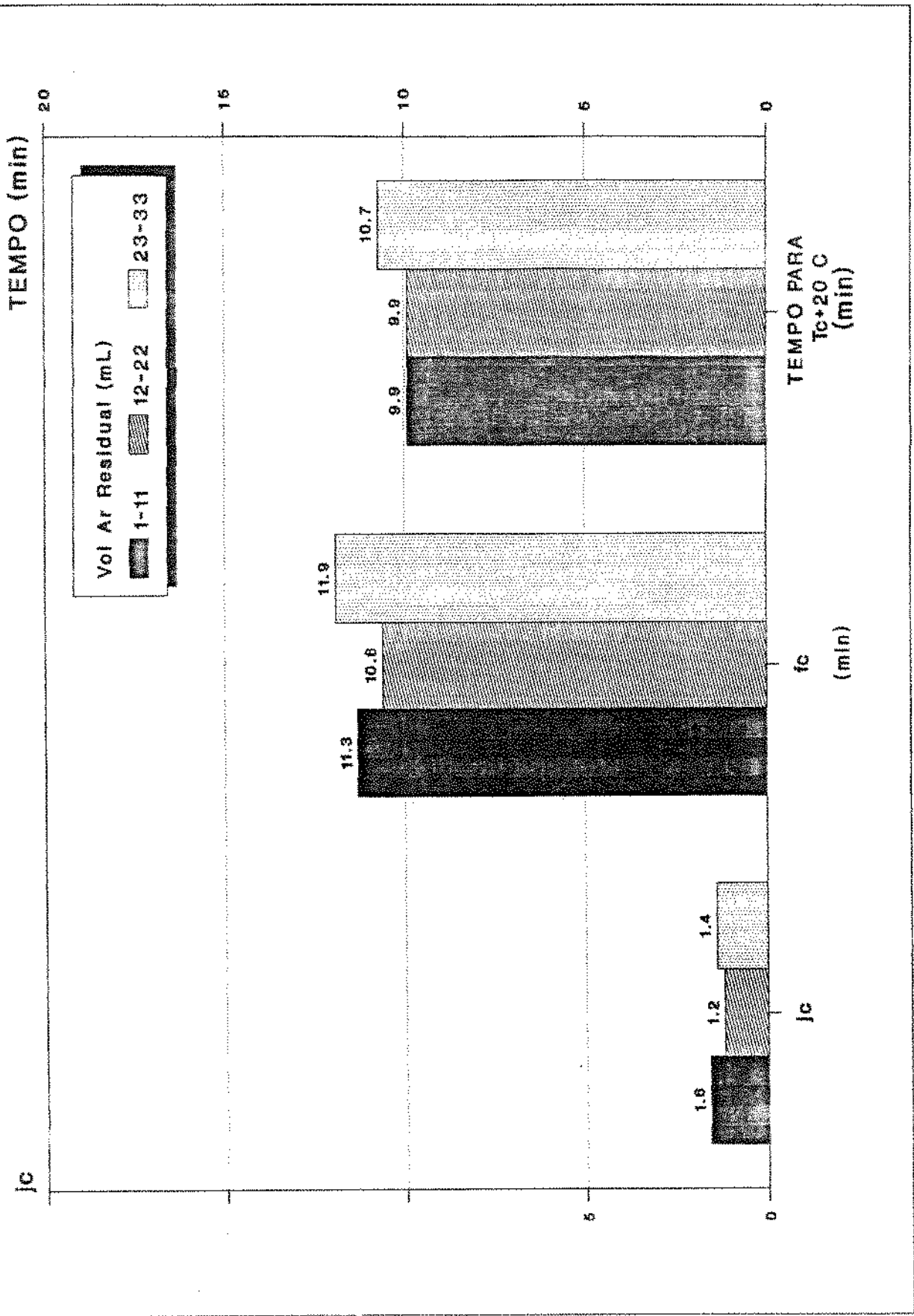


Figura 81: Médias dos parâmetros do resfriamento de bolsas esterilizáveis em função do volume de ar residual medido a 20 °C e 101 kPa abs.

## V. CONCLUSÕES

Mediante modificações simples, foi possível adaptar uma autoclave vertical estática, escala piloto, para o processamento térmico de bolsas esterilizáveis em bateladas.

As reformas realizadas incluíram:

a. Instalação de uma linha adicional de ar comprimido para a injeção de vazões controladas de ar na entrada de vapor.

b. Construção de um conjunto de 10 prateleiras de confinamento para bolsas com até 20 mm de espessura na posição horizontal.

c. Controle do nível de enchimento mediante a instalação de um tubo indicador de nível de água.

d. Instalação de uma tubulação adicional de desaeração.

As seguintes conclusões e recomendações aplicam-se ao sistema modificado para o processamento de bolsas esterilizáveis:

1. A autoclave modificada apresentou um melhor controle de temperaturas a 121 °C para todos os meios de aquecimento utilizados nos experimentos.

2. Utilizando vapor 100 % a 121 °C, o critério da FDA de homogeneidade de temperaturas foi atingido, com diferenças de temperatura não maiores de 1 °F ( $\cong$  0,6 °C) durante o "tempo de processo".

3. Para processamentos em vapor 100 % a 105 °C, o tempo de desaeração de 7 min, não foi apropriado para a eliminação de pontos frios na metade superior do conjunto de prateleiras. Assim, sugere-se a aplicação de um tempo de desaeração maior.

4. Os ensaios em mistura com 70 % de vapor apresentaram a pior distribuição de calor dentre todos os meios de aquecimento estudados, com as máximas diferenças globais de temperatura e presença de pontos frios na metade superior do conjunto de prateleiras. Dessa maneira, não se recomenda o tratamento térmico de alimentos em bolsas esterilizáveis na autoclave vertical modificada.

5. Nos processos em mistura com 90 % de vapor, o pré-aquecimento de 2 min com vapor puro e a prática de suspender a sobrepressão ao se atingir 95 °C no centro do produto, tem-se mostrado úteis para acelerar o aquecimento e o resfriamento de bolsas esterilizáveis, respectivamente. Além disto, este tratamento não causou estouro das embalagens, nem vazamento do produto.

6. O processo utilizando água com sobrepressão na autoclave modificada apresentou um aquecimento e resfriamento mais lento do que com vapor puro ou suas misturas com ar. Para diminuir o "tempo de subida" sugere-se: a) o pré-aquecimento da água até 70 a 80 °C antes de introduzir o conjunto de prateleiras com as embalagens ou b) injetar água quente por meio de uma bomba a uma temperatura de 2 ou 3 °C maior que a "temperatura de processo" e c) utilizar uma sobrepressão de ar mínima como para assegurar a integridade das embalagens, sem prejudicar a eficiência da agitação com ar comprimido. A suspensão da sobrepressão de ar, ao se atingir 90 °C no centro do produto, tem se mostrado insuficiente para acelerar o resfriamento. Assim, sugere-se a injeção de água fria por meio de uma bomba, em alturas distintas do conjunto de prateleiras, simultaneamente com a drenagem da água quente.

7. Os blocos de nylon-6 de 15 x 110 x 150 mm permitiram comparar meios de aquecimento distintos, através de ensaios de penetração de calor e de distribuição de calor na autoclave. Estes blocos apresentaram "taxas de aquecimento" similares às das bolsas esterilizáveis contendo 160 g de suspensão de bentonita de 110 x 150 mm de dimensões interiores e até 20 mm de espessura.

8. Os blocos simuladores processados a 121 °C em mistura com 90 % de vapor sobre as prateleiras 2 e 6 obtiveram aquecimento e resfriamento similares ao observado com vapor puro e não apresentaram diferenças significativas ao nível de  $\alpha = 0,005$  no "tempo necessário para atingir ( $\bar{T}_1 - 2$  °C)", no "tempo necessário para atingir ( $\bar{T}_c + 20$  °C)", nas "taxas de aquecimento ( $f_h$ ) ou resfriamento ( $f_c$ )" ou nos "fatores de atraso do aquecimento ( $j_h$ ) ou resfriamento ( $j_c$ )". Isto permitiu selecionar a mistura com 90 % de vapor a 121 °C, como o meio de aquecimento mais adequado para o tratamento térmico de bolsas.

9. Para vapor puro ou mistura com 90 % de vapor a 121 °C todos os blocos simuladores apresentaram "taxas de aquecimento" ( $f_h$ ) dentro da faixa conservativa de  $\pm 5$  %, permitindo calcular um "coeficiente de transferência de calor limitante" ( $h_{lim}$ ) de 1300 W/m<sup>2</sup>.°C sobre a superfície dos blocos.

10. As "taxas de resfriamento" ( $f_c$ ) dos blocos simuladores processados a 121 °C em vapor puro ou mistura com 90 % de vapor foram em média maiores do que as "taxas de aquecimento" ( $f_h$ ). Isto indica uma pior transferência de calor na superfície dos blocos durante o resfriamento, o que poderia ser melhorada com o aumento da agitação e a aceleração da queda da temperatura entre as prateleiras.

11. Para bolsas esterilizáveis de dimensões interiores 110 x 150 mm contendo 160 g de suspensão aquosa de bentonita 10 % (p/p) e de 1 a 33 mL de ar residual (20 °C, 101 kPa abs.), o processo por 15 min a 121 °C numa mistura com 90 % de vapor sobre as

prateleiras 1 a 4 na autoclave modificada, permitiu uma expansão máxima de até 217 mL e 20 mm de espessura. As soldas de fundo e laterais cumpriram com os quatro critérios de integridade da "Food and Drug Administration": 1. Presença de fusão, 2. Resistência a tração maior do que 5400 gf/ 25 mm, 3. Resistência a uma pressão interna na embalagem de 20 psi (137,8 kPa) durante 30 seg e 4. Excelente aspecto visual sem alterações visíveis, podendo ser consideradas como de "Alto Desempenho".

12. Para as bolsas mencionadas, o aumento do volume do ar residual a partir de 1 até 33 mL (20 °C, 101 kPa abs.) produziu um aumento do "tempo necessário para atingir ( $\bar{T}_1 - 2$  °C)", das "taxas de aquecimento" ( $f_h$ ), das "taxas de resfriamento" ( $f_c$ ), dos "fatores de atraso do aquecimento" ( $j_h$ ) e do "tempo necessário para atingir ( $\bar{T}_c + 20$  °C)" e uma diminuição dos "fatores de atraso de resfriamento" ( $j_c$ ) e da "letalidade" ( $F_o$ ) para o aquecimento, resfriamento e processo total. Porém, todas estas diferenças não foram significativas ( $\alpha = 0,005$ ).

13. O limite máximo de 11 mL de ar residual (20 °C, 101 kPa abs.) permitiu obter bolsas com aspecto visual melhor e aquecimento e resfriamento mais rápido para o processo a 121 °C em mistura com 90 % de vapor na autoclave modificada. Sugere-se um estudo complementar comparando bolsas com até 11 mL de ar residual contra 30 mL processadas a 126 kPa e 191 kPa para determinar limites úteis para o processamento industrial.

## 6. BIBLIOGRAFIA:

001. ABDUL-HADI, M.I.// - An Analytical Investigation into Dropwise Condensation of Different Steam-Air Mixtures on Substrates of Various Materials// The Can. J. of Chem. Eng., vol. 57, 459-466, Aug, 1979.
002. ADAMS, H.W. & HARDT-ENGLISH, P.// - Determining Temperature Distribution in Cascading Water Retorts// Food Technol., p:110-112, Dec. 1990.
003. ADAMS, J.P.; PETERSON, W.R.; OTWELL, W.S.// - Processing Seafood in Institutional - Sized Retort Pouches// Food Technol., 37(4):123-127; 142, 1983.
004. ASTM// - Annual Book of ASTM Standards; American Society of Testing Materials, 1987.
005. BALL, C.O.; OLSON, F.C.W.// - Sterilization in Food Technology, Mc. Graw Hill, New York, 1957.
006. BERRY, M.R; KOHNHORST, A.L.// - Critical Factors for Thermal Processing of Institutional Pouches// J. Food Prot., vol 46, 487 - 489, June. 1983.
007. BEVERLY, R.G.; STRASSER, J; WRIGHT, B.// - Critical Factors in Filling and Sterilizing of Institutional Pouches// Food Technol., 44 - 48, Sept. 1980.



008. CARDELLI, C.F.; MASSAGUER, P.R.// - Dados não publicados, 1992.
009. CETEA // - Embalagens Plásticas Controle de Qualidade, Campinas, ITAL, 1989.// 202 p.
010. CETEA // - Novas Tecnologias de Embalagens para Alimentos, Campinas, ITAL, 1988.// 210 p.
011. DAVIS, E.G.; KAREL, M.; PROCTOR, B.E.// - The Pressure - Volume Relation in Film Packages During Heat Processing// Food Technol., 14(3):165, 1960.
012. EISNER, M.// - Introduction into the Technique and Technology of Rotary Sterilization// 2 nd. Ed., Priv. Aut. Ed., Wisc USA, 1988.
013. \_\_\_\_\_// - Simpósio sobre esterilização rotativa// ITAL, Campinas, dez.1989.
014. EVANS, H.L.; BOARD, P.W.// - Studies in Canning Processes: I. Effect of Headspace on Heat Penetration in Products Heating by Conduction// Food Technol., 258-262, May. 1954.
015. FDA // - Food and Drug Administration, Low Acid Canned Foods, // State Training Branch FDA Course Manual, U. S. Dept. of Health and Human Services, 1981.
016. FDA // - Bacteriological Analytical Manual, 6 th Ed., Div. of Micr., Center of Food Safety and Applied Nutrition, U.S. Food and Drug Administration, 1984.

017. JUDGE, E.E.// - The Almanac of the Canning, Freezing, Preserving Industries// E.E. Judge & Sons, 74 th. Ed., 1989.
018. KIMBALL, R.N.; HEYLIGER, T.L.// - Verifying the Operation of Steam Retorts// Food Technol., 100-104, 109, Dec. 1990.
019. KISAALITA, W.S.; LO, K.V.; STALEY, L.M.; TUNG, M.A.// - Condensation Heat and Mass Transfer from Steam/Air Mixtures to a Retort Pouch Laminate// Can. Agr. Eng., 27(2):137-145, Fall 1985.
020. KOPELMAN, I.// - Transient Heat Transfer and Thermal Properties in Food Systems// 1966// pp:134// Ph. D. Thesis, Mich. State Univ..
021. KUSAK, L.J.// - The Condensation of Vapors from Non-condensing Gases// 1958// Ph.D. Thesis, Cornell Univ. (citado por Pflug & Borrero, 1967).
022. LAMPI, R.A.; SCHULTZ, G.L.; CIAVARINI, T.; BURKE, P.// - Performance and Integrity of Retort Pouch Seals// Food Technol., 38-48, Febr. 1976.
023. \_\_\_\_\_ // - Flexible Packages for Thermoprocessed Foods// Adv. in Food Res., 23: 305 - 428, 1977.
024. LONG, F.R.// - Flexible Packages Now Withstand Heat Processing Temperatures of Foods// Package Eng., Chicago, 7(3): 63 - 80, 1962.

025. LOPEZ, A. //- A Complete Course in Canning // 11 th Ed., The Canning Trade, Baltimore, USA, 1987.
026. MASSAGUER, P.R.; CARDELLI, C.F.; AQUINO, R.P; GONTHIER, H.F. //- Medida de temperaturas em bolsas esterilizáveis; CONGRESSO DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA DA ALIMENTOS, São Paulo, Jun. 1992.
027. MC ADAMS, W.H. //- Heat Transmission // 3rd. Ed., McGraw-Hill, New York, 1954.
028. MC GINNIS, D.S. //- Surface Heat Transfer Distribution in a Weir Type Pressurized Water Retort for Processing Foods in Flexibles Retort Pouches // Can Inst Food Sci Technol. J., 19(2):45 - 52, 1986.
029. NCA //- Processes for Low Acid Canned Foods in Glass Containers // Bull 30 L, 3 rd. Ed., National Canners Association, 1963, (citado por PFLUG & BORRERO 1967).
030. NUSSELT, W.Z. //- Ver. deut. Ing., 60, 541 (1916).
031. ORTIZ, S.A.; OLIVEIRA, L.M.; SARANTOPOULOS, C.I.G.L.; GARCIA, A.E. //- Embalagens Flexíveis para Alimentos Termoprocessados // Bol. SBCTA, Campinas, 17(4):346-356, Out./Dez., 1983.
032. ----- //- Desempenho de Embalagens Flexíveis para Alimentos Termoprocessados Quando Submetidas à Simulação de Manuseio e Transporte // São Paulo, 1986 //184 p // Tese de Mestrado - Escola Politécnica, Departamento de Engenharia Química, USP.

033. ORTIZ, S.A. ; LEITÃO, M.F.F.// - Desempenho de Embalagens Flexíveis Termoprocessáveis para Alimentos de Alta Acidez// Colt. ITAL, Campinas, 18(1):34-52, Jan./Jun., 1988.
034. PARCELL, J.W.// - Investigations on Retorting of Glass Containers, Part I// Canning Age, 11(7):475, 1930.
035. PARK, D.J.; CABES, L.J.; COLLINS, K.M.// - Determining Temperature Distribution in Rotary, Full - Immersion, Hot-Water Sterilizers// Food Technol., 113-118, Dec. 1990.
036. PATASHNIK, M.// - A Simplified Procedure for Thermal Process Evaluation// Food Technology, 7:1-6, 1953.
037. PETERSON, W.R. & ADAMS, J.P.// - Water Velocity Effect on Heat Penetration Parameters During Institutional Size Retort Pouch Processing// J. Food Sci., 48:457- 459, 464, 1983.
038. PFLUG, I.J.; BOCK, J.H.; LONG, F.E.// - Sterilization of Foods in Flexible Packages// Food Technol., 1167 - 1172, Sept., 1963.
039. ----- // - Evaluation of Heating Media for Producing Shelf Stable Food in Flexible Packages Phase I. Final Rep. Quart// Proj. 1K643324D587, Contr. DA-19-129-AMC-145 (N), United States Army Natick Lab, Mass., 66 p, 1964.

040. PFLUG, I.J., BORRERO, C.// - Heating Media for Processing Foods in Flexible Packages Phase II// Tech. Rep. 67-47-GP, Proj. 1M624101D552, Contr. DA 19-129-AMC-145(N), United States Army Natick Lab, Mass., 130 p, 1967.
041. ----- // - Procedures for Carrying out Heat Penetration Tests and Analysis of the Resulting Data// Dept Food Sci. and Nutr. Univ. of Minn., MN, USA, 1975// 220 p.
042. ----- // Microbiology and Engineering of Sterilization Processes// 7 th. Ed., Minneapolis, Environmental Sterilization Lab., 1990, 330 p.
043. ----- , Comunicação Pessoal, 1992.
044. REYNOLDS METALS COMPANY// - Specification for retortable pouch "Flex Can"// 1984, 1 p.
045. RUBINATE, F.J.// - A New Look in Packaging// Food Technol. 18(11):71, 1964.
046. SARANTOPOULOS, C.I.G.L.; DILVEIRA, L.M.; GARCIA, A.E.// - Integridade de Embalagens Flexíveis Esterilizáveis: Influência da Contaminação por Vapor D'Água Na Área de Fechamento// Bol. ITAL, Campinas, 23(4):437-451, out./dez. 1986.

047. SCHULZ, G.L.; MANSUR, R.T.// - Sealing Through Contaminated Pouch Surfaces// Tech. Report 69-76-GP. U.S. Army Natick Development Center, Natick, Mass., 1969.
048. SNYDER, C.J.; HENDERSON, J.M.// - A Preliminary Study of Heating Characteristics and Quality Attributes of Product Packaged in the Retort Pouch Compared with the Conventional Can// J. Food Proc. Eng. 11:221-236, 1989.
049. SOMERS, I.I.// - How to Vent Steam Retorts to Remove the Air Hazard// Food Ind. 16(2):93, 1944, (citado por KIMBALL & HEYLIGER, 1990).
050. SPINAK, S.H.; WILEY, R.C.// - Comparisons of the General and Ball Formula Methods for Retort Pouch Process Calculations// Jour. Food Sci., 47:880-884; 888; 1982.
051. STELL, R.J.D.; TORRIE, J.H.// - Principles and Procedures of Statistics a Biometrical Approach// 2 nd. Ed., McGraw-Hill Company, 1980, 630 p.
052. THORPE, R.H.; ATHERTON, D.// - Sterilized Foods in Flexible Packages//, Tech. Bull. No 21, Fruit and Vegetable Preservation Research Association, Chipping Campden, Gloucestershire, England, 1972.
053. TOWNSEND, C. T.; SOMERS, D.I.; LAMB, F.C.; OLSON, N.A.// - A Laboratory Manual for the canning industry//, 2 nd. Ed. National Canners Association; 1956.

054. TUNG, M.A.; GARLAND, T.D.// - Computer calculation of thermal processes// Jour. Food Sci., 43(2):365, 1978.
055. \_\_\_\_\_ // - Thermophysical studies for improved food processes, 1 st report// Agric. Canada PDR Program, 1980.
056. \_\_\_\_\_, RAMASWAMY, H.S.; SMITH, T.; STARK, R.// Surface Heat Transfer Coefficients for Steam-Air Mixtures in Two Pilot Scale Retorts// J. Food Sci. 49:939 - 943, 1984.
057. \_\_\_\_\_; MORELLO, G.F.; RAMASWAMY, H.S.// - Food Properties Heat Transfer Conditions and Sterilization Consideration in Retort Processes// Food Prop. and Computer - Aided Engineering of Food Processing Systems, 49 -71; 1989.
058. \_\_\_\_\_; BRITT, I.J.; RAMASWAMY, H.S.// - Food Sterilization in Steam-Air Retorts// Food Technol., 105-109, Dec. 1990.
059. \_\_\_\_\_ // - Comunicação pessoal, 1991.
060. TOWNSED, C. T.; SOMERS, D.I.; LAMB, F.C. & OLSON, N.A.// - A Laboratory Manual for the Canning Industry, 2 nd. Ed., National Canners Assoc., 1956.

061. TSUTSUMI, Y.// - The Growth of Retortable Pouch Food Packaging in Japan// THE 36th ANNUAL NATIONAL PACKAGING FORUM OF THE PACKAGING INSTITUTE, Chicago, IL, Oct. 7-9, 1974, (citado por WIENTRAUB et alii, 1989).
062. TUVE, G.L.// - Handbook of Tables for Applied Engineering// The Chemical Rubber Co., 1970.
063. UNVERFERTH, J.A.// - Retort Venting: Retort Venting Problems// NFPA Res. Lab. Annual Rept., p.15. Natl. Food Proc. Assn., Washington, D.C., 1981, (citado por KIMBALL & HEYLIGER 1990).
064. WHITAKER, W.C.// - Processing Flexible Pouches// Modern Packaging, Feb.:83-88, 1971.
065. WIENTRAUB, S.E.; RAMASWAMY, H.S.; TUNG, M.A.// - Heating Rates in Flexible Packages Containing Entrapped Air During Overpressure Processing// J. Food Sci. 54(6): 1417-1421, 1989.
066. YAMAGUCHI, K.// - Technical Aspects of Retort Pouches Production in Japan// SEMINÁRIO INTERNACIONAL SOBRE EMBALAGENS FLEXÍVEIS ESTERILIZÁVEIS, DEA - ITAL, Campinas, SP, p 85-102 ,1979.
067. YAMANO, Y.// - Studies of Thermal Processing of Flexible Food Packages by Steam and Air Retort// Kyoto, Japan, 1976, Ph.D. thesis, Kyoto Univ., (citado por WIENTRAUB et alii, 1989).



068. YAMANO, Y.; KOMATSU, Y.// - Sterilization of Foods in Flexible Packages Part I. Heat Characteristics of a Pilot Retort for Sterilization of Flexible Packages// J. Food Sci. and Technol. Japan, 16(3):113-118, 1969.

## 7. ANEXO DE PROGRAMAS

São apresentados a continuação um pacote de programas escritos em linguagem GW-Basic, utilizados para análise de dados durante a execução do presente trabalho.

---

PROGRAMA	FUNÇÃO
ENTRADA.BAS	Entrada de dados de temperatura lidos a intervalos de tempo regulares, para arquivos de computador.
REGCAL02.BAS	Cálculo das retas de calibração de termopares contra um padrão de referência.
CORRA12D.BAS	Correção de temperaturas pela calibração dos termopares.
CALCDIF2.BAS	Primeiro programa para a construção de gráficos de história térmica e semilogarítmicos de penetração de calor.
GRAUNIC1.BAS	Segundo programa para a construção de gráficos de história térmica e semilogarítmicos de penetração de calor. Este programa produz arquivos que podem ser importados pelo programa "Energraphics, para a construção de gráficos.

PROGRAMA	FUNÇÃO
MFIFOR. BAS	Este programa transforma os arquivos gerados com ENTRADA. BAS para o formato necessário para rodar o programa MFI. FOR instalado num computador de grande porte VAX, e utilizado para calcular as taxas e fatores de atraso de aquecimento ou resfriamento
JCORMFI	Este programa corrige as taxas de aquecimento calculadas pelo MFI. FOR (VAX), quando aplicada a correção por tempo de subida pelo método de BALL (citado por PFLUG, 1990),
ORDEM12A. BAS	Primeiro programa para a análise de dados de distribuição de calor em autoclaves, e para a construção de gráficos de temperaturas máximas e mínimas
GRADIS. BAS	Segundo programa para a análise de dados de distribuição de calor em autoclaves. Este programa produz arquivos que podem ser importados pelo programa "Energraphics, para a construção de gráficos de temperaturas máximas e mínimas.

---

PROGRAMA

FUNÇÃO

---

IMPREXT.BAS

Terceiro e último programa para a análise de dados de distribuição de calor em autoclaves. Este programa imprime sobre papel o número de identificação dos canais que apresentaram temperatura máxima e mínima a cada intervalo de aquisição de dados, e calcula a diferença de temperaturas entre eles.

---

CALCF01.BAS

Através deste programa é possível calcular o valor de  $F_p$  aplicado a um determinado produto.

---

DISTEM12.BAS

Este programa permite o cálculo dos valores médios da temperatura programada de aquecimento, e da água de resfriamento

---

LIST

```
10 PRINT "PROGRAMA PARA A ENTRADA DE DADOS POR TECLADO. ENTRADA.BAS"
20 PRINT "CLAUDIO CARDELLI & PILAR R. MASSAGUER - LTA - DCA - FEA - UNICAMP"
30 PRINT "GW-BASIC, 07-11-90"
40 'ESTE PROGRAMA PERMITE A ENTRADA DE DADOS: (CICLO,CANAL,TEMPERATURA) POR
50 'TECLADO.O NUMERO MAXIMO DE CICLOS E 361 NUMERADOS A PARTIR DO ZERO
60 'O NUMERO MAXIMO DE CANAIS E DOZE, NUMERADOS DE ZERO A ONZE
70 '***** VARIAVEIS DE ENTRADA *****
80 ' B# = NOME PARA O ARQUIVO DE DADOS DE ENTRADA.E SUGERIDO USAR O NOME:
82 '     MANUA***.DAT, ONDE *** SAO TRES NUMEROS IDENTIFICANDO O ARQUIVO,
84 '     E A EXTENSAO DAT INDICA QUE SE TRATA DE UM ARQUIVO DE DADOS CRUS.
90 ' CICINI = NUMERO DO CICLO INICIAL
100 ' CICFIM = NUMERO DO CICLO FINAL
110 ' MATMAN(I,J) = MATRIZ CONTENDO (CICLO+1,TEMPERATURA CELSIUS DO CANAL JOTA)
120 '*****
150 DIM MATMAN(361,12)
160 INPUT "NOME QUE DARA AO ARG. DADOS ENTRADA (*.DAT)=";B#:PRINT " "
170 PRINT "CARGARA OS DADOS ENTRE OS CICLOS:";PRINT " "
180 INPUT "CICINI=";CICINI:INPUT "CICFIM=";CICFIM:CICINI=CICINI+1:CICFIM=CICFI
M+1
190 OPEN "0",#2, B#
200 FOR I=CICINI TO CICFIM
210 FOR J=1 TO 12
220 PRINT (I-1);" ";(J-1);" ";:INPUT MATMAN(I,J)
230 PRINT #2,(I-1);" ";(J-1);" ";MATMAN(I,J)
240 NEXT J
245 NEXT I
250 CLOSE
Ok
```

LIST

```
10 PRINT "PRIMEIRO PROGRAMA PARA A CORRECAO DA TEMPERATURA PELA CALIBRACAO"
12 PRINT "DOS TERMOPARES : REGCAL02.BAS"
14 PRINT "CLAUDIO CARDELLI & PILAR R. MASSAGUER - LTA - DCA - FEA - UNICAMP"
16 PRINT "GW-BASIC, 16-04-91"
18 'ESTE PROGRAMA CALCULA REGRESSOES LINEARES PARA OS CANAIS 1 AT 11 (X)
    TOMANDO AO CANAL ZERO COMO PADRAO (Y). OS DADOS DEVEM SER GUARDADOS EM
    ARQUIVOS DADOS***.DAT UTILIZANDO O PROGRAMA ENTRADA.BAS, COM O CANAL
20 'ZERO COM AS LEITURAS DO TERMOPAR PADRAO E OS CANAIS 1 A 11 COM OS TERMO
    PARES SENDO CALIBRADOS. PARA O CANAL ZERO DEVE ENTRAR CALIBRACAO
22 '***** VARIAVEIS DE ENTRADA *****
24 ' A# = NOME ARQUIVO DE DADOS DADOS***.DAT
26 ' LIXX= CICLO
28 ' LIXA= CANAL
30 ' MATDAT(I,J)= MATRIZ(CICLO,TEMPERATURA CELSIUS CRUA PARA O CANAL JOTA)
32 ' CICINI= CICLO INICIAL DO INTERVALO REGRESIONADO K
34 ' CICFIM= CICLO FINAL DO INTERVALO REGRESIONADO K
36 ' A(0)= INCLINACAO DA RETA DE REGRESSAO DO CANAL ZERO PARA CADA INTERVALO
38 ' D(0)= INTERSECAO DA RETA DE REGRESSAO DO CANAL ZERO PARA CADA INTERVALO
```

```

40 ***** VARIÁVEIS DE SAÍDA *****
42 B$ = NOME DO ARQUIVO COM O RESULTADO DA REGRESSÃO DADOS***.REG
44 J-1 = NÚMERO DE CANAL
46 A = INCLINAÇÃO DA RETA DE REGRESSÃO
48 B = INTERSEÇÃO DA RETA DE REGRESSÃO
50 SL = COEFICIENTE DE CORRELAÇÃO LINEAR
52 *****
85 ESTA PARTE DO PROGRAMA CARREGA OS DADOS NUMA MATRIZ(CORRIDA, NUMCANAL)
87 *****
90 DIM MATDAT(361,12),VINT(10,2),VAB(10,2)
95 DEFDBL 5,X,Y,A,B:DEFINT I-L
100 INPUT "NOME DO ARQUIVO PARA ESTUDAR (DADOS***.DAT)=";A$:PRINT " "
110 OPEN A$ FOR INPUT AS #1
120 PRINT "CICLO      NUMCANAL      TEMPERATURA"
130 FOR I=1 TO 361
140 FOR J=1 TO 12
150 IF EOF(1) THEN 200
160 INPUT #1,LIXO,LIXA,MATDAT(I,J)
170 PRINT USING "###", (I-1);PRINT USING "#####",LIXA;PRINT USING "#####
#####.#",MATDAT(I,J)
180 NEXT J
190 NEXT I
195 *****
200 ESTA PARTE INGRESA OS INTERVALOS A SEREM REGRESSIONADOS:PRINT " "
210 *****
220 PRINT "ESTUDARA OS INTERVALOS ENTRE OS CICLOS:";PRINT " "
230 PRINT "MAX. 10 INTERVALOS, INGRESE UM DADO NEGATIVO NO FIM":PRINT " "
240 FOR K=1 TO 10
250 PRINT "NUM. INTERVALO=";K
260 INPUT "CICINI=";CICINI:VINT(K,1)=CICINI+1:IF CICINI<0 THEN 290
270 INPUT "    CICFIM=";CICFIM:VINT(K,2)=CICFIM+1:IF CICFIM<0 THEN 290
276 PRINT "    ":INPUT "A (0)=";VAB(K,1)
278 INPUT "    B (0)=";VAB(K,2):PRINT " "
280 NEXT K
285 *****
290 ESTA PARTE DO PROGRAMA LEE OS INTERVALOS E CALCULA A, B, R"
292 *****
295 PRINT "    ":INPUT "NOME DE ARQUIVO PARA DADOS A,B,R (DADOS***.REG)=";B$:OPEN
B$ FOR OUTPUT AS #2
300 FOR J=1 TO 12
302 IF J>1 THEN 310
304 A=1      : B=0      : SL=1:GOTO 400
310 SI=0:SJ=0:SK=0:SL=0:SN=0:SN=0
320 FOR K=1 TO 10
330 IF VINT(K,1) <= 0 THEN 390
340 IF VINT(K,2) <= 0 THEN 390
350 FOR L=VINT(K,1) TO VINT(K,2)
360 X=MATDAT(L,J).Y=VAB(K,1)*MATDAT(L,1)+VAB(K,2):GOSUB 1050
370 NEXT L
380 NEXT K
390 GOSUB 1125
400 PRINT #2 ,USING "###", (J-1);PRINT #2 ,USING "#####.#####",A;PRINT #2
,USING "#####.#####",B;PRINT #2 ,USING "#####.#####",SL

```

```

405 PRINT USING "###";(J-1);:PRINT USING "#####.###";A;:PRINT USING "###
#####.###";B;:PRINT USING "#####.###";SL
410 NEXT J
415 CLOSE
420 GOTO 220
1050 ***** SUBROTINA DE CARGA DE DADOS *****
1060 SI=SI+X
1070 SJ=SJ+Y
1080 SK=SK+X*X
1090 SL=SL+X*Y
1100 SM=SM+Y*Y
1110 SN=SN+1
1120 RETURN
1125 ***** SUBROTINA DE CALCULO DE A, B , R *****
1130 SI=SI/SN:SJ=SJ/SN
1140 SK=SK-SN*SI*SI:SL=SL-SN*SI*SJ
1150 SM=SM-SN*SJ*SJ
1200 A=SL/SK:B=SJ-A*SI
1220 SL=SL/((SK*SM).5)
1230 RETURN
OK

```

```

10 PRINT "SEGUNDO PROGRAMA PARA CORRECAO DE TEMPERATURAS POR CALIBRACAO CORRA12.
BAS"
20 PRINT "CLAUDIO CARDELLI & PILAR R. MASSAGUER - LTA - DCA - FEA - UNICAMP"
30 PRINT "GW-BASIC, 18-04-91"
40 'ESTE PROGRAMA PERMITE A CORRECAO DE MEDIDAS DE TEMPERATURAS PELA CALIBRACAO
50 'DOS TERMOPARES, E DO TEMPO POR TEMPO DE SUBIDA PELO MET. DE BALL. UTILIZA
52 ' ARQUIVOS MANUA***.DAT GERADOS PELO PROGRAMA ENTRADA.BAS
60 ' ***** VARIAVEIS DE ENTRADA *****
70 ' W$ = NOME ARQUIVO DE DADOS CONTENDO (A,B,R) PARA CADA CANAL, SENDO:
80 '     A= INCLINACAO DA RETA DE CALIBRACAO
90 '     B= INTERCEPTO DA RETA DE CALIBRACAO
100 '     R= COEFICIENTE DE CORRELACAO LINEAR
110 ' NOM1$= NOME DO ARQUIVO MANUA***.DAT
113 ' NUMCIC= CICLO EM QUE SE LIGOU O VAPOR
114 ' DURACAO= DURACAO EM MINUTOS DE 1 CICLO DE LEITURA DE DADOS
115 ' CUTCIC= CICLO EM QUE TERMINOU O TEMPO DE SUBIDA
116 ' *****VARIAVEIS DE SAIDA *****
118 ' NOM2$= NOME DO ARQUIVO CONTENDO DADOS:TEMPO DE BALL,CANAL, TEMP.CORRIGIDA
120 '     E SUGERIDO UTILIZAR O NOME MANUA***.COR
130 ' *****
135 DIM A(20):DIM B(20):DIM C (20)
150 INPUT"ENTRARA COM NOVOS VALORES (A,B), S/N";X$
155 PRINT " "
160 IF X$="N" THEN GOTO 252
165 INPUT "USARA DADOS DE UM ARQUIVO ,S/N";X$
170 PRINT " ":IF X$="N" THEN 220
175 INPUT "NOME DO ARQUIVO DE DADOS",W$:OPEN W$ FOR INPUT AS #1
176 PRINT " ":INPUT "DESEJA ENTRAR COM DADOS PARA CANAL @ = S/N";R$
177 IF R$="N" THEN 182
178 INPUT "A (@)=",AX:INPUT " B(@)=",BX
182 FOR J=1 TO 12
183 IF EOF(1) THEN CLOSE
184 INPUT #1 ; LIXX, A(J),B(J),LIXA
186 IF J=1 THEN 10000
187 PRINT LIXX,A(J),B(J),LIXA:C(J)=J
188 NEXT J
189 CLOSE
190 GOTO 252
220 FOR J=1 TO 12
230 PRINT "A(";(J-1);")=";:INPUT A(J):PRINT " B(";(J-1);")=";:INPUT B(J)
240 C (J)=J
250 NEXT J
252 PRINT "QUAL E O NOME DO ARQUIVO"
254 PRINT "QUE DESEJA CORRIGIR (MANUA***.DAT)";:INPUT NOM1$
256 PRINT "QUAL E O NOME DO ARQUIVO "
258 PRINT "QUE DESEJA FAZER (MANUA***.COR)";:INPUT NOM2$
270 INPUT "EM QUE CICLO LIGOU-SE O VAPOR";NUMCIC
272 INPUT "PARA CORRECAO POR CUT (S/N)";X$
274 IF X$="N" THEN KK=0:GOTO 280
275 INPUT "EM QUE CICLO ATINGIU-SE T1"; CUTCIC:KK=(CUTCIC-NUMCIC+1)*.50
280 INPUT "QUAL E A DURAAD DO CICLO (min)"; DURACAO
290 OPEN NOM1$ FOR INPUT AS #1
300 OPEN NOM2$ FOR OUTPUT AS #2

```



```

310 IF EOF(1) THEN CLOSE:GOTO 150
315 INPUT #1, KO, CA, TE
330 PRINT TAB(5); KO; TAB(20); CA; TAB(35); TE
340 KO2=((KO-NUMCIC+1)-KK)* DURACAO
350 J=CA+1
360 TEC = TE*A(J)+B(J)
370 PRINT USING "####.##"; KO2;.PRINT "          "; CA;.PRINT USING "###.#"; T
EC
380 PRINT #2,USING "###.##"; KO2 ;PRINT #2, CA;.PRINT #2,USING "###.#"; TEC
390 IF CA=11 THEN CLS
400 GOTO 310
10000 IF R$="N" THEN 187
10010 A(1)=AX:B(1)=BX :GOTO 187
01

```

LIST

```

10 PRINT "PROGRAMA PARA O CALCULO DO VALOR MEDIO DA TEMPERATURA DE AQUECIMENTO
15 PRINT "OU RESFRIAMENTO: DITEM12.BAS"
20 PRINT "CLAUDIO CARIELLI & PILAR R. MASSAGUER - LTA - DCA - FEA - UNICAMP"
25 PRINT "GW-BASIC, 15-03-91"
30 ESTE PROGRAMA PERMITE CALCULAR A MEDIA DA TEMPERATURA DE AQUECIMENTO OU RESF
RIAMENTO A PARTIR DOS ARQUIVOS MANUA***.COR GERADOS POR CORRA12D.BAS
40 *****VARIAVEIS DE ENTRADA*****
45 A$ = NOME ARQUIVO DADOS (MANUA***.COR)
50 TEMPO(N)= TEMPO DE BALL EM min
55 NUMCAN = CANAL
60 MATDAT(N,(NUMCAN+1)) = MATRIZ (CICLO,TEMPERATURA CELSIUS PARA O CANAL
62 NUMCAN)
65 QUACAN(I) = VETOR CONTENDO O NUMERO (+1) DOS CANAIS A SEREM ESTUDADOS
70 CICINI = CICLO INICIAL , CICFIM = CICLO FINAL A SEREM ESTUDADOS
75 *****
80 INPUT "NOME DO ARQUIVO A ESTUDAR =";A$;N=1:DIM MATDAT (361,12)
85 DIM VSOMA(12),VSOCUA(12),QUACAN(12),TEMPO(361)
90 OPEN A$ FOR INPUT AS#1
95 PRINT "CICLO TEMPO NUM CANAL TEMPERATURA"
100 FOR I=1 TO 12
110 IF EOF(1) THEN 160
120 INPUT #1,TEMPO(N),NUMCAN,MATDAT(N,(NUMCAN+1))
130 PRINT USING "###";(N-1);.PRINT USING "#####.##";TEMPO(N);.PRINT USING
"#####";NUMCAN;.PRINT USING"#####.##";MATDAT(N,(NUMCAN+1))
140 NEXT I
150 N=N+1:GOTO 100
160 PRINT " "
170 PRINT "QUAIS CANAIS SERAO ESTUDADOS":CONCAN=0
175 PRINT " "
180 FOR I=1 TO 12
190 PRINT "CANAL No=";.PRINT USING "##";(I-1);.PRINT " S/N";.INPUT C$
200 IF C$="S" THEN 220

```

```

210 QUACAN(I)=0:GOTO 230
220 QUACAN(I)=I:CONCAN= CONCAN +1
230 NEXT I
235 PRINT " "
240 PRINT "ENTRE QUAIS CICLOS"
245 PRINT " "
250 INPUT "CICLO INICIAL=";CICINI:INPUT "CICLO FINAL="; CICFIM
260 CICINI = CICINI +1:CICFIM= CICFIM +1
265 PRINT " ":PRINT"-----"
"
270 PRINT"DADOS AGRUPADOS POR CICLO CORRESPONDENTES A";CONCAN;" CANAIS."
272 SOMA=0:SOCUA=0
275 PRINT "CICLO          TEMPO          MEDIA          STD          CV"
276 SCUAMEDCIC=0
280 FOR I=CICINI TO CICFIM
282 SOMA=0:SOCUA=0
290 FOR J=1 TO 12
300 IF QUACAN(J)=0 THEN 330
310 SOMA=SOMA+ MATDAT(I,J)
320 SOCUA = SOCUA +(MATDAT(I,J))^2
330 NEXT J
340 MEDCIC=SOMA/CONCAN
345 SCUAMEDCIC=SCUAMEDCIC+MEDCIC^2
350 MEDCUA=SOCUA/CONCAN
360 STD=( (ABS(MEDCUA -MEDCIC^2))*CONCAN/(CONCAN -1))^ .5:CV=STD/MEDCIC
370 PRINT USING "###";(I-1);:PRINT USING "#####.##";TEMPO(I);:PRINT USING
"#####.##";MEDCIC;:PRINT USING "#####.###";STD;:PRINT USING "###
#####.###";CV
380 NEXT I
385 PRINT " ":PRINT"-----"
"
390 PRINT"DADOS AGRUPADOS POR CANAL CORRESPONDENTE A ";(CICFIM - CICINI +1);" CI
CLOS E ";:PRINT USING "###.##";(TEMPO(CICFIM)- TEMPO(CICINI));:PRINT " MIN."
395 PRINT "NUM CANAL          MEDIA          STD          CV":SCUAMEDCAN=0
410 FOR J=1 TO 12
420 VSOMA(J)=0:VSOCUA(J)=0
430 IF QUACAN(J)=0 THEN 650
440 FOR I=CICINI TO CICFIM
450 VSOMA(J) = VSOMA(J) + MATDAT(I,J)
460 VSOCUA(J)= VSOCUA(J) +(MATDAT(I,J))^2
470 NEXT I
480 MEDCAN=VSOMA(J)/(CICFIM-CICINI+1)
485 SCUAMEDCAN=SCUAMEDCAN+MEDCAN^2
490 MEDCUACAN=VSOCUA(J)/(CICFIM-CICINI+1)
500 STDCAN=((ABS(MEDCUACAN-MEDCAN^2))*(CICFIM-CICINI+1)/(CICFIM-CICINI))^ .5
550 CV=STDCAN/MEDCAN
600 PRINT USING "###";(J-1);:PRINT USING "#####.##";MEDCAN;:PRINT USING
"#####.###";STDCAN;:PRINT USING "#####.###";CV
650 NEXT J
651 PRINT " ":PRINT"-----"
"
652 PRINT "DADOS TOTAIS AGRUPADOS"
653 PRINT " ":TOT=CONCAN *(CICFIM-CICINI+1)
654 PRINT "NUM TOTAL DE DADOS =",TOT

```

```

655 PRINT " "
656 PRINT "MEDIA          STD          CV"
658 TOTSUM=0:TOTCUA=0
660 FOR J=1 TO 12
662 IF QUACAN(J)=0 THEN 666
663 FOR I=CICINI TO CICFIM
664 TOTSUM=TOTSUM+MATDAT(I,J):TOTCUA=TOTCUA+(MATDAT(I,J))^2
665 NEXT I
666 NEXT J
667 MEDTOT=TOTSUM/TOT:MCUTOT=TOTCUA/TOT:STDTOT=((ABS(MCUTOT-(MEDTOT^2)))*TOT/(TOT-1))^2:CVTOT=STDTOT/MEDTOT
668 PRINT USING "###.#",MEDTOT,:PRINT USING "#####.###",STDTOT,:PRINT USING "#####.###",CVTOT:SA=TOT*(MEDTOT^2)
669 PRINT "-----"
--:PRINT " ":PRINT "TABELA ANDVA"
700 PRINT " ":PRINT "FONTE VARIACAO      SOMA QUAD.      GR.LIB.      MED. QUAD.      F"
"
701 SB=(CICFIM-CICINI+1)*SCUAMEDCAN-SA:SB2=SB/(CONCAN-1)
702 ST=CONCAN*SCUAMEDCIC-SA:ST2=ST/(CICFIM-CICINI)
703 SR=TOTCUA-SB-ST-SA:SR2=SR/((CONCAN-1)*(CICFIM-CICINI))
704 PRINT " ":PRINT "CANAIS":PRINT USING "#####.###",SB,:PRINT USING "#####",CONCAN-1,:PRINT USING "#####.###",SB2,:PRINT USING "#####.###",SB2/SR2)
705 PRINT " ":PRINT "CICLOS":PRINT USING "#####.###",ST,:PRINT USING "#####",CICFIM-CICINI,:PRINT USING "#####.###",ST2,:PRINT USING "#####.###",ST2/SR2)
706 PRINT " ":PRINT "RESID.":PRINT USING "#####.###",SR,:PRINT USING "#####",((CONCAN-1)*(CICFIM-CICINI)):PRINT USING "#####.###",SR2
708 PRINT "-----"
--
710 PRINT " ":PRINT "ATIVE IMPRESORA": INPUT"SERAO ESTUDADOS OS MESMOS CANAIS= S/N";D$
712 PRINT " "
715 PRINT "NOME DO ARQUIVO=";A$
717 PRINT " "
720 IF D$="N" THEN 160
730 GOTO 235
OK

```

LIST

```
10 PRINT "PRIMEIRO PROGRAMA PARA A CONSTRUCAO DE GRAFICOS DE HISTORIA TERMICA "
```

```
20 PRINT "OU SEMILOGARITMICOS: CALCDIF2.BAS"
```

```
30 PRINT "CLAUDIO CARDELLI & PILAR R. MASSAGUER - LTA - DCA - FEA - UNICAMP"
```

```
40 PRINT "GW-BASIC, 13-09-91"
```

```
50 ' ESTE PROGRAMA UTILIZA ARQUIVOS MANUA***.COR, E CONSTROI ARQUIVOS DE DADOS
```

```
' PARA HISTORIA TERMICA OU SEMILOGARITMICO DE AQUECIMENTO (HIS***.DAT), OU
```

```
' DE RESFRIAMENTO (ROG***.DAT).
```

```
60 ' ***** VARIAVEIS DE ENTRADA *****
```

```
61 ' A$ = NOME DO ARQUIVO DE ENTRADA (MANUA***.COR)
```

```
62 ' TEMPO(N) = VETOR CONTENDO TEMPO DE BALL EM min PARA O CICLO N
```

```
63 ' NUMCAN = NUMERO DO CANAL PARA GRAFICAR, DE ZERO A ONZE
```

```
64 ' TR(T) = TEMPERATURA MEDIA DE AQUECIMENTO OU DE RESFRIAMENTO ASIGNADA AO
```

```
65 ' CANAL T MEDIDA EM GRAUS CELSIUS
```

```
66 ' MATDAT(N,(NUMCAN+1)) = MATRIZ (CICLO,TEMPERATURA DO CANAL NUMCAN)
```

```
67 ' CICINI= CICLO INICIAL , CICFIM= CICLO FINAL PARA ANALIZAR
```

```
68 ' ***** VARIAVEIS DE SAIDA *****
```

```
69 ' B$ = NOME ARQUIVO DE SAIDA, PARA HIST. TERMICA OU SEMILOG DE AQUECIMENTO
```

```
70 ' E SUBERIDO HIS***.DAT, PARA O SEMILOG. DE RESFRIAMENTO ROG***.DAT
```

```
71 ' (I-1) = CICLO
```

```
72 ' TEMPO(I) = TEMPO DE RELOGIO MEDIDO A PARTIR DO CICLO INICIAL EM min
```

```
73 ' (J-1) = CANAL
```

```
74 ' MATDAT(I,J) = MATRIZ (CICLO, TEMPERATURA CELSIUS DO CANAL J-1)
```

```
75 ' DELTA = DIFERENCA DE TEMPERATURA ENTRE A MEDIA DE AQUEC. OU RESFR. E O CAN
```

```
' AL ESTUDADO EM GRAUS CELSIUS
```

```
76 ' *****
```

```
80 INPUT "NOME DO ARQUIVO A ESTUDAR (MANUA***.COR)=";A$:N=1:DIM MATDAT (361,12),
```

```
TR(12)
```

```
85 DIM QUACAN(12),TEMPO(361)
```

```
90 OPEN A$ FOR INPUT AS#1
```

```
95 PRINT "CICLO TEMPO NUM CANAL TEMPERATURA"
```

```
100 FOR I=1 TO 12
```

```
110 IF EOF(1) THEN 160
```

```
120 INPUT #1,TEMPO(N),NUMCAN,MATDAT(N,(NUMCAN+1))
```

```
130 PRINT USING "###";(N-1);:PRINT USING "#####.##";TEMPO(N);:PRINT USIN
```

```
6 "#####";NUMCAN,:PRINT USING"#####.##";MATDAT(N,(NUMCAN+1))
```

```
140 NEXT I
```

```
150 N=N+1:GOTO 100
```

```
160 PRINT " ":CLOSE
```

```
235 PRINT " ":INPUT "ATIVE IMPRESORA ",LIX$:PRINT " ":PRINT "NOME DO ARQUIVO="
```

```
":A$:PRINT " ":PRINT " "
```

```
240 PRINT "ENTRE QUAIS CICLOS"
```

```
245 PRINT " "
```

```
250 INPUT "CICLO INICIAL=";CICINI:INPUT " CICLO FINAL="; CICFIM
```

```
260 CICINI = CICINI +1:CICFIM= CICFIM +1:PRINT " "
```

```
261 PRINT " ":PRINT"-----"
```

```
"
```

```
262 PRINT "ENTRE TR PARA OS CANAIS ESTUDADOS"
```

```
263 PRINT "PARA OS CANAIS COM T DE AQUECIMENTO OU RESFRIAMENTO TR= 0":PRINT " "
```

```
264 FOR J=1 TO 12
```

```
266 PRINT "TR( ";:PRINT (J-1);:INPUT " ) =";TR(J)
```

```
267 NEXT J
```

```
268 PRINT " ":INPUT "DESEJA GUARDAR DADOS NUM ARQ (S/N)=";R$
```

```
269 IF R$="N" THEN 275
```

```

270 PRINT " " .INPUT "NOME ARQ. PARA DIFERENCIAS (HIS***.DAT OU ROG***.DAT)=";B$
:OPEN B$ FOR OUTPUT AS #1
275 PRINT "CICLO   TEMPO   CANAL   TEMP ;   DELTA   LIXO   "
280 FOR I=CICINI TO CICFIM
290 FOR J=1 TO 12
300 DELTA=MATDAT(I,J)-TR(J)
320 DELTA=ABS(DELTA):DLOG=0
370 PRINT USING "###";(I-1);:PRINT USING "#####.###";TEMPO(I);:PRINT USING "####
";(J-1);:PRINT USING "#####.#";MATDAT(I,J);:PRINT USING "#####.#";DELTA;:PRINT U
SING "###";DLOG
376 IF R$="N" THEN 379
378 PRINT #1,(I-1),TEMPO(I),(J-1),MATDAT(I,J),DELTA,DLOG
379 NEXT J
380 NEXT I
382 CLOSE
385 GOTO 235
OK

```

LIST

```

1 PRINT "SEGUNDO PROGRAMA PARA A CONSTRUCAO DE GRAFICOS DE HISTORIA TERMICA"
2 PRINT "OU SEMILOGARITMICOS: GRAUNIC1.BAS"
3 PRINT "CLAUDIO CARDELLI & PILAR R. MASSAGUER - LTA - DCA - FEA - UNICAMP"
4 PRINT "GW-BASIC, 16-10-91"
5 ESTE PROGRAMA UTILIZA OS ARQUIVOS GERADOS PELO PROGRAMA CALCDIF2.BAS
6 E GERA ARQUIVOS PARA SER LIDOS PELO PROGRAMA ENERGRAPHICS
7 ***** VARIAVEIS DE ENTRADA *****
8 NL= NUMERO DE LINHAS PARA GRAFICAR
9 W$ = PARA ORDENADAS CARTESIANAS ENTRAR Y, PARA SEMILOG ENTRAR LOG
10 CICINI= CICLO INICIAL , CICFIM= CICLO FINAL, XYZ= CICLO EM QUE SE LIGOU O
11 VAPOR, CICLO= CICLO DE LEITURA DE DADOS, LIX= TEMPO EM MINUTOS MEDIDO DES
12 DE O CICLO= XYZ-1, CANAL= CANAL (0,11), TEMPER= TEMPERATURA (C), DELTEM =
13 DELTA DE TEMPERATURA COMO DEFINIDO EM CALCDIF2.BAS
14 TEMPER = TEMPERATURA (C), DELTEM= DELTA DE TEMPERATURA (VER CALCDIF2.BAS)
15 B$= TITULO DO GRAFICO, Y$= NOME DA VARIAVEL Y, XMIN= TEMPO MINIMO (MIN)
16 XMAX= TEMPO MAXIMO (MIN), C= DELTA DE TEMPO (MIN)

```

```

17  ****ARQUIVO DE ENTRADA *****ARQUIVO DE SAIDA*****TIPO DE GRAFICO****
18      HIS***.DAT  ----->  HIS***.ENG  ----->  HISTORIA TERMICA
19      HIS***.DAT  ----->  LDG***.ENG  ----->  SEMILOG. AQUECIMENTO
20      ROG***.DAT  ----->  ROG***.ENG  ----->  SEMILOG. RESFRIAMENTO
24 PRINT "  ":DIN MATDAT(361,12),NUM(7):INPUT "DURACAO DO CICLO (min)=";DURCIC:P
PRINT "  "
25 INPUT "NUM. DE LINHAS PARA GRAFICAR (MAX. 7) = ";NL:PRINT "  "
26 FOR I=1 TO NL
27 PRINT "NUM (" ;I ;:INPUT") =";KK:NUM(I)=KK+1
28 NEXT I
30 PRINT "  ":INPUT "NOME DO ARQ. A SER TRANSFORMADO (HIS***.DAT OU ROG***.DAT)=
";C$
31 OPEN C$ FOR INPUT AS #2:PRINT "  "
32 INPUT "A VARIAVEL SERA INICIADA COMO Y OU LOG DE DELTA Y ? (Y/LDG)= ";W$
33 INPUT "CICLO INICIAL=";CICINI:INPUT "  CICLO FINAL=";CICFIM:INPUT "  CICL
O LIGOU VAPOR=";XYZ
34 FOR I=1 TO 361
40 FOR J=1 TO 12
50 INPUT#2,CICLO,LIXO,CANAL,TEMPER,DELTEM,LIXO
52 IF CICLO<CICINI THEN 60
56 IF W$="Y" THEN 59
58 MATDAT(I,J)=DELTEM:GOTO 60
59 MATDAT(I,J)=TEMPER:PRINT (I-1);:PRINT "  ";:PRINT (J-1);:PRINT "  ";:PRINT
TEMPER
60 NEXT J
65 IF CICLO=CICFIM THEN 80
70 NEXT I
80 CICINI=CICINI+1:CICFIM=CICFIM+1
90 INPUT "NOME P/ARQ DE GRAFICOS (HIS***.ENG OU LOG***.ENG OU ROG***.ENG) =";A$:O
PEN A$ FOR OUTPUT AS #1
94  W$ = PARA ORDENADAS CARTESIANAS ENTRAR Y, PARA SEMILOG. ENTRAR LOG
100 INPUT "TITULO=";B$:PRINT #1,B$
110 PRINT#1,"LINE"
115 IF W$="Y" THEN 120
118 INPUT "NOME DA VARIAVEL Y="; Y$:PRINT#1,Y$:GOTO 130
120 PRINT "  ":INPUT "NOME VARIAVEL Y=";Y$:PRINT#1,Y$
130 F$="TEMPO (min)":PRINT#1, F$
140 PRINT#1,"2,";:PRINT#1,NL;:PRINT#1,""
150 PRINT#1,"K"
160 PRINT#1,"0,1":PRINT "  "
162 INPUT "X MIN= ";A:INPUT "  X MAX =";B:INPUT "  PASSO DE X=";C
163 PRINT#1,A;:PRINT#1,",";:PRINT#1,B;:PRINT#1,",";:PRINT#1,C
170 PRINT#1,(CICFIM-CICINI+1);:PRINT#1," ,17,0,3,14"
180 PRINT#1,"CANAL ";:PRINT#1,(NUM(1)-1)
190 PRINT "  ":INPUT "Y MIN= ";TMIN:INPUT "  Y MAX= ";TMAX:INPUT "  PASSO Y=
";STEPA
200 PRINT#1,TMIN;:PRINT#1,",";:PRINT#1,TMAX;:PRINT#1,",";:PRINT#1,STEPA
210 FOR I=CICINI TO CICFIM
220 PRINT#1,((I-XYZ)*DURCIC);:PRINT#1,",";:PRINT#1,MATDAT(I,NUM(1))
230 NEXT I
235 IF NL=1 THEN 1600
240 PRINT#1,(CICFIM-CICINI+1);:PRINT#1,",";:PRINT#1,"33,0,3,48":PRINT#1,"CANAL "
;:PRINT #1,(NUM(2)-1)
250 PRINT#1,TMIN;:PRINT#1,",";:PRINT#1,TMAX;:PRINT#1,",";:PRINT#1,STEPA

```

```

260 FOR I=CICINI TO CICFIM
270 PRINT#1,((I-XYZ)*DURCIC);:PRINT#1," ";:PRINT#1,MATDAT(I,NUM(2))
280 NEXT I
285 IF NL=2 THEN 1600
290 PRINT#1,(CICFIM-CICINI+1);:PRINT#1," ";:PRINT#1,"49,0,4,14":PRINT#1,"CANAL "
;:PRINT#1,(NUM(3)-1)
300 PRINT#1,TMIN;:PRINT#1," ";:PRINT#1,TMAX;:PRINT#1," ";:PRINT#1,STEPS
310 FOR I=CICINI TO CICFIM
320 PRINT #1,((I-XYZ)*DURCIC);:PRINT#1," ";:PRINT#1,MATDAT(I,NUM(3))
330 NEXT I
335 IF NL=3 THEN 1600
390 PRINT#1,(CICFIM-CICINI+1);:PRINT#1," ";:PRINT#1,"65,0,4,48":PRINT#1,"CANAL "
;:PRINT#1,(NUM(4)-1)
400 PRINT#1,TMIN;:PRINT#1," ";:PRINT#1,TMAX;:PRINT#1," ";:PRINT#1,STEPS
410 FOR I=CICINI TO CICFIM
420 PRINT #1,((I-XYZ)*DURCIC);:PRINT#1," ";:PRINT#1,MATDAT(I,NUM(4))
430 NEXT I
435 IF NL=4 THEN 1600
490 PRINT#1,(CICFIM-CICINI+1);:PRINT#1," ";:PRINT#1,"81,0,5,14":PRINT#1,"CANAL "
;:PRINT#1,(NUM(5)-1)
500 PRINT#1,TMIN;:PRINT#1," ";:PRINT#1,TMAX;:PRINT#1," ";:PRINT#1,STEPS
510 FOR I=CICINI TO CICFIM
520 PRINT #1,((I-XYZ)*DURCIC);:PRINT#1," ";:PRINT#1,MATDAT(I,NUM(5))
530 NEXT I
535 IF NL=5 THEN 1600
590 PRINT#1,(CICFIM-CICINI+1);:PRINT#1," ";:PRINT#1,"97,0,5,48":PRINT#1,"CANAL "
;:PRINT#1,(NUM(6)-1)
600 PRINT#1,TMIN;:PRINT#1," ";:PRINT#1,TMAX;:PRINT#1," ";:PRINT#1,STEPS
610 FOR I=CICINI TO CICFIM
620 PRINT #1,((I-XYZ)*DURCIC);:PRINT#1," ";:PRINT#1,MATDAT(I,NUM(6))
630 NEXT I
635 IF NL=6 THEN 1600
690 PRINT#1,(CICFIM-CICINI+1);:PRINT#1," ";:PRINT#1,"113,0,6,14":PRINT#1,"CANAL "
;:PRINT#1,(NUM(7)-1)
700 PRINT#1,TMIN;:PRINT#1," ";:PRINT#1,TMAX;:PRINT#1," ";:PRINT#1,STEPS
710 FOR I=CICINI TO CICFIM
720 PRINT #1,((I-XYZ)*DURCIC);:PRINT#1," ";:PRINT#1,MATDAT(I,NUM(7))
730 NEXT I
1600 FOR I=1 TO 22
1630 PRINT#1," "
1640 NEXT I
1650 FOR I=1 TO 10
1660 PRINT#1,"@"
1670 NEXT I
2340 CLOSE
OK

```

LIST

```
10 PRINT "PROGRAMA PARA TRANSFORMAR ARQUIVOS PARA MFI-FORTRAN: MFIFOR.BAS"
12 PRINT "CLAUDIO CARDELLI & PILAR R. MASSAGUER - LTA - DCA - FEA - UNICAMP"
14 PRINT "GW-BASIC, 09-12-92"
16 'ESTE PROGRAMA TRANSFORMA OS ARQUIVOS PRODUZIDOS PELO PROGRAMA CORRA12.BAS
18 '(MANUA***.COR) PARA O FORMATO ADEQUADO AO PROGRAMA MFI.FOR INSTALADO NA
20 'CONTA ESTERIL DO COMPUTADOR VAX, PERMITINDO O CALCULO DOS PARAMETROS F E J
22 'DE AQUECIMENTO OU RESFRIAMENTO. OS ARQUIVOS TRANSFORMADOS DEVEM SER ENVIADOS
23 'AO VAX UTILIZANDO O PROGRAMA KERMIT INSTALADO NO PROPRIO VAX
24 '***** VARIAVEIS DE ENTRADA *****
25 TIME(J) = TEMPO DE BALL EM min
26 CANAL = CANAL DE LEITURA (0-11)
27 MATDAT(J,I) = MATRIZ (CICLO, TEMPERATURA CELSIUS)
28 VCAN(I) = VETOR COM O NUMERO DE CANAL ESTUDADO CORRESPONDENDO A LATA I DO
29 'PROGRAMA MFI.FOR
30 CICINI = CICLO INICIAL
31 CICFIN = CICLO FINAL
32 DURCIC = DURACAO DE 1 CICLO DE LEITURA (min)
33 R$ = PARA AQUECIMENTO ENTRAR: A, PARA RESFRIAMENTO ENTRAR: R
34 C$ = INFORMACAO ALFANUMERICA EM RELACAO AO TIPO DE TESTE
35 TR = TEMPERATURA MEDIA DE AQUECIMENTO OU RESFRIAMENTO
36 ** ARQUIVO ENTRADA ** ARQUIVO SAIDA ** FUNCAD *****
37 MANUA***.COR ---> A***B*.FOR ---> AQUECIMENTO (EX: M141B5.FOR, CORRESPONDE
38 'AO ARQUIVO MANUA141.COR, CANAL5)
39 MANUA***.COR ---> R***B*.FOR ---> RESFRIAMENTO (EX: R010B6.FOR, CORRESPONDE
40 'AO ARQUIVO MANUA010.COR, CANAL6)
41 *****
100 INPUT "NOME ARQ. A ESTUDAR (MANUA***.COR) = ";A$
110 DIM MATDAT(361,12),TIME(361),VCAN(5)
120 OPEN A$ FOR INPUT AS #1:J=1
130 FOR I=1 TO 12
135 IF EOF(1) THEN CLOSE :GOTO 172
140 INPUT #1, TIME(J),CANAL,MATDAT(J,I)
150 PRINT (J-1);" ";TIME(J);" ";CANAL;" ";MATDAT(J,I)
160 NEXT I
170 J=J+1:GOTO 130
172 INPUT "ATIVE IMPRESORA ";KK$:PRINT "ESTUDARA QUAIS CANAIS ?"
174 FOR I=1 TO 5
176 PRINT "C(";I ;:INPUT ")= ";LIXO:VCAN(I) = LIXO+1
178 NEXT I
179 INPUT "CICINI= ";CICINI:CICINI=CICINI+1:INPUT " CICFIN= ";CICFIN:CICFIN=CI
CFIN+1:INPUT " DURCIC= ";DURCIC
180 FOR I=1 TO 12
182 T0=(MATDAT(1,I)+MATDAT(2,I))/2:PRINT "T0 REAL(";I-1;)"= ";:PRINT USING "##
#.#" ;T0,:PRINT " ";:PRINT "T0 MFI(";I-1;)"= ";:PRINT USING "###.#";MATDAT(CI
CINI,I)
184 NEXT I
188 INPUT "AQUECIMENTO OU RESFRIAMENTO (A/R)= ";R$
190 DEN=0:IF R$="A" THEN 200
195 DEN=1
200 INPUT "NOME ARQ. SAIDA (A***B*.FOR OU R***B*.FOR)= ";B$:PRINT "NOME ARQ. ESTU
DADO= ";A$
210 OPEN B$ FOR OUTPUT AS #1
230 NUMCIC=CICFIN-CICINI+1.XYZ=0
```



```

240 PRINT #1,USING"#####.#";NUMCIC;:PRINT#1,USING"#####.#";DEM
250 FOR I=CICINI TO CICFIM
260 PRINT#1," 11 14";:PRINT#1,USING "##.#";(XYZ* DURCIC)
270 FOR J=1 TO 5
275 LIXO=VCAN(J)
280 PRINT#1,"0";:PRINT#1,USING "#";J;:PRINT#1,USING "###.#";MATDAT(I,LIXO)
290 NEXT J
295 XYZ=XYZ+1
300 NEXT I
310 INPUT "TIPO TESTE";C#
320 PRINT #1," ";:PRINT#1,C#
330 INPUT "TR= ";TR:PRINT #1,USING "#####.#",(CICFIM-CICINI+1);:PRINT #1,"
1.0",
331 PRINT#1,USING "#####.#",DURCIC;:PRINT#1,USING "#####.#",TR
340 PRINT#1," 1"
350 PRINT#1," 2"
352 PRINT#1," 3"
354 PRINT#1," 4"
356 PRINT#1," 5"
360 PRINT#1," //"
370 CLOSE
380 PRINT " TODO OK!": INPUT "DESATIVE IMPRESORA ";KK#:GOTO 172
OK
LIST
10 PRINT "TERCEIRO PROGRAMA O CALCULO DO J DE AQUECIMENTO: JCORMFI.BAS"
12 PRINT "CLAUDIO CARDELLI & PILAR R. MASSAGUER - LTA - DCA - FEA - UNICAMP"
14 PRINT "GW-BASIC, 29-7-91"
16 'ESTE PROGRAMA CORRIGE O VALOR DE J OBTIDO PARA O AQUECIMENTO OBTIDO COM
O PROGRAMA MFI.EXE COMPILADO EM FORTRAN. A CORRECAO E DEVIDA AO DESLOCA
18 'MENTO NO TEMPO ZERO QUANDO SE REALIZA A CORRECAO DE BALL. O f DE AQUECI
MENTO E O f E j DO RESFRIAMENTO NAO PRECISSAM CORRECAO.
20 '***** VARIAVEIS DE ENTRADA *****
21 ' A#= ARQUIVO AO QUAL CORRESPONDE O J CALCULADO, A***B*.FOR
22 ' FMFI= f MEDIO DE AQUECIMENTO OBTIDO COM O MFI.FOR
24 ' JMFI(1)= j MEDIO DE AQUECIMENTO OBTIDO COM O MFI.FOR
26 ' JMFI(2)= j MINIMO DE AQUECIMENTO OBTIDO COM O MFI.FOR
28 ' JMFI(3)= j MAXIMO DE AQUECIMENTO OBTIDO COM O MFI.FOR
30 ' TR = TEMPERATURA MEDIA DE AQUECIMENTO UTILIZADA NO PROGRAMA MFI.FOR
32 ' T0REAL = TEMPERATURA INICIAL NO ZERO DE RELOGIO
34 ' T0MFI= TEMPERATURA INICIAL NO PRIMEIRO INTERVALO INTRODUIZIDO NO MFI.FOR
36 ' DTIME= DIFERENCA DE TEMPO ENTRE O PRIMEIRO INTERVALO INTRODUIZIDO NO MFI.
38 ' FOR E O ZERO CORRIGIDO
40 ' ***** VARIAVEIS DE SAIDA *****
42 ' JCUT = j CORRIGIDO
44 ' *****
100 INPUT "ATIVE IMPRESSORA="; LIXO#:DIM JMFI(3)
105 PRINT " ".PRINT " ":INPUT "NOME ARQUIVO (A***B*.FOR)= ";A#:PRINT " "
110 INPUT "F MFI="; FMFI:INPUT "J MFI MEDIO=";JMFI(1):INPUT " J MFI INF=";JMFI
(2):INPUT " J MFI SUP=";JMFI(3):INPUT "TR= ";TR:INPUT "T0 REAL=";T0REAL:INF
UT "T0 MFI=";T0MFI:INPUT "DELTA TEMPO=";DTIME
130 AMFI=-1/FMFI :DT0REAL=ABS(TR-T0REAL):DT0MFI=ABS(TR-T0MFI)
135 FOR I=1 TO 3
140 RMFI=(LOG(JMFI(I)*DT0MFI))/2.302585093#
150 BCUT=AMFI*(-DTIME)+RMFI
160 JCUT=(10^BCUT)/DT0REAL
170 PRINT"J CUT=";:PRINT USING "###.####";JCUT
180 NEXT I
190 GOTO 105
OK

```

LIST

```
10 PRINT "PRIMEIRO PROGRAMA PARA ANALISE DA DISTRIBUICAO DO CALOR. ORDEM12A.BAS"
15 PRINT "CLAUDIO CARDELLI & PILAR R. MASSAGUER - LTA - DCA - FEA - UNICAMP"
20 PRINT "GW-BASIC ; 17-10-91"
25 'ESTE PROGRAMA UTILIZA ARQUIVOS MANUA***.COR ORDENANDO AS TEMPERATURAS EM FOR
    MA CRESCENTE E CALCULANDO OS DT EM RELACAO AO CANAL COM MENOR TEMPERATURA
30 'GERANDO UM ARQUIVO PARA SER PROCESSADO COM O PROGRAMA GRADIS.BAS (ADMITE ATE
    12 CANAIS COM TERMOPAR)
32 ' ***** VARIAVEIS DE ENTRADA *****
34 ' TEMPO(N) = VETOR COM TEMPO DE BALL EM min PARA O CICLO N
36 ' NUMCAN = NUMERO DE CANAL (0-11)
38 ' MATDAT(N,(NUMCAN+1))= MATRIZ (CICLO, TEMPERATURA CELSIUS CORRIGIDA POR CA
39 ' LIBRACAO PARA O CANAL NUMCAN
40 ' REFER = CANAL DE REFERENCIA
41 ' CICINI = CICLO INICIAL
42 ' CICFIN = CICLO FINAL
44 ' ***** VARIAVEIS DE SAIDA *****
46 ' (N-1) = CICLO DE LEITURA DE DADOS
48 ' MATCAN(N,I)= MATRIZ (CICLO, NUMERO DE CANAL ORDENADO DE MENOR A MAIOR SE
50 ' GUNDO A MAGNITUDE DA TEMPERATURA EM CELSIUS
52 ' POPO = DELTA DE TEMPERATURA CALCULADO CONTRA A MENOR TEMPERATURA DO CICLO
54 ' PIPO = DELTA DE TEMPERATURA CALCULADO CONTRA O CANAL DE REFERENCIA
92 ' *** ARQUIVO DE ENTRADA***** ARQUIVO SAIDA *****
94 ' A$= MANUA***.COR -----) XYZ$= DIS***.DAT
96 ' *****
98 PRINT " "
100 INPUT "NOME DO ARQUIVO (MANUA***.COR)=";A$
110 OPEN A$ FOR INPUT AS #1
120 PRINT "CICLO", "TEMPO", "NUMCANAL", "TEMPERATURA"
130 N=1:DIM TEMPO(161),MATDAT(161,12),DAT(161,12),MATCAN(161,12),QUACAN(12)
140 FOR I=1 TO 12
150 IF EOF(1) THEN 205
160 INPUT#1,TEMPO(N),NUMCAN,MATDAT(N,(NUMCAN+1))
170 MATCAN(N,(NUMCAN+1))=NUMCAN
180 PRINT (N-1), TEMPO(N),NUMCAN,MATDAT(N,(NUMCAN+1))
185 DAT(N,(NUMCAN+1))=MATDAT(N,(NUMCAN+1))
190 NEXT I
200 N=N+1:GOTO 140
205 PRINT " ":CLOSE
210 PRINT "QUAIS CANAIS SERAO ESTUDADOS?"
220 CONCAN=0
225 PRINT " "
230 FOR I=1 TO 12
240 PRINT "CANAL No ";(I-1);:INPUT " S/N ";R$
250 IF R$="S" THEN 270
260 QUACAN(I)=0:GOTO 280
270 QUACAN(I)=I:CONCAN=CONCAN+1
280 NEXT I
282 PRINT " "
285 PRINT " " :INPUT "CANAL DE REFERENCIA=";REFER:PRINT " "
290 PRINT "ENTRE QUAIS CICLOS"
295 PRINT " "
300 INPUT"CICLO INICIAL =",CICINI:INPUT "CICLO FINAL =",CICFIN
310 CICINI=CICINI+1:CICFIN=CICFIN+1
```

```

320 FOR N=CICINI TO CICFIM
330 FOR I=1 TO 12
340 IF QUACAN(I)=0 THEN 450
350 Z=MATDAT(N,I):C=MATCAN(N,I):J=1
360 J=J+1
370 IF J>12 THEN 450
380 IF QUACAN(J)=0 THEN 360
390 IF MATDAT(N,J)=Z THEN 360
400 MATDAT(N,I)=MATDAT(N,J)
410 MATCAN(N,I)=MATCAN(N,J)
420 MATDAT(N,J)=Z
430 MATCAN(N,J)=C
440 GOTO 350
450 NEXT I
460 NEXT N
461 KK$="S"
462 IF KK$="N" THEN 465
463 INPUT "NOME ARQUIVO SAIDA (*.DAT)= ";XYZ$
464 OPEN XYZ$ FOR OUTPUT AS #1
465 PRINT "CICLO      TEMPO      TEMP.      CANAL      D. T.ORD.      D. T. REF.":
PRINT " "
470 FOR N=CICINI TO CICFIM
480 SIGNAL=0
490 FOR I=1 TO 12
500 IF QUACAN(I)=0 THEN 540
510 IF SIGNAL (>)0 THEN 530
520 SIGNAL =I
530 POPO= MATDAT(N,I)- MATDAT(N,SIGNAL):PIPO= MATDAT(N,I)-DAT(N,(REFER+1))
532 PRINT USING "###"; (N-1);:PRINT USING "#####.##";TEMPO(N);:PRINT USING "#
#####";MATCAN(N,I);:PRINT USING "#####.##";MATDAT(N,I);:PRINT USING "#
#####.##";POPO;:PRINT USING "#####.##";PIPO
534 PRINT #1, (N-1),TEMPO(N),MATCAN(N,I),MATDAT(N,I),POPO,PIPO:GOTO 545
540 PRINT USING "###"; (N-1);:PRINT USING "#####.##";TEMPO(N);:PRINT USING "#
#####";MATCAN(N,I);:PRINT USING "#####.##";MATDAT(N,I);:PRINT "
-100";:PRINT "      -100"
542 PRINT#1, (N-1),TEMPO(N),MATCAN(N,I),MATDAT(N,I),"-100","-100"
545 NEXT I
550 NEXT N
555 PRINT " ":INPUT "ATIVE IMPRESORA (S/N)=";P$
560 PRINT " ":PRINT "NOME ARQUIVO=";A$
570 PRINT " ":INPUT "ESTUDARA OS MESHOS CANAIS (S/N)=";R$
580 IF R$="N" THEN 210
590 PRINT " ":GOTO 290
600 CLOSE:END
Ok

```

LIST

```
1 PRINT "SEGUNDO PROGRAMA PARA ANALISE DE DISTRIBUICAO DO CALOR: GRADIS.BAS"
2 PRINT "CLAUDIO CARDELLI & PILAR R. MASSAGUER - LTA - DCA - FEA - UNICAMP"
3 PRINT "GW-BASIC, 23-10-91"
4 ESTE PROGRAMA TRANSFORMA OS ARQUIVOS DIS***.DAT GERADOS POR ORDEM12A.BAS PA
  RA UM FORMATO COMPATIVEL COM ENERGRAPHICS
5 PARA A CONSTRUCAO DE UM GRAFICO COM AS TEMPERATURAS MAXIMAS E MINIMAS VERSU
  SUS TEMPO (ADMITE ATÉ 7 CANAIS COM TERMOPAR)
6 ***** VARIÁVEIS DE ENTRADA *****
7 NL= NUMERO DE LINHAS PARA GRAFICAR, CICINI= CICLO INICIAL, CIFIM= CICLO
8 CICINI= CICLO INICIAL
9 CIFIM= CICLO FINAL
10 XYZ= CICLO EM QUE LIGOU-SE O VAPOR
11 CICLO= CICLO DE LEITURA
12 LIX= TEMPO DE BALL EM min
13 CANAL= CANAL DE LEITURA
14 TEMPER = TEMPERATURA CORRIGIDA POR CALIBRACAO EM GRAUS CELSIUS
15 DELTEM = DELTA DE TEMPERATURA CALCULADO CONTRA A MENOR TEMP. DO CICLO
16 LIXA = DELTA DE TEMPERATURA CALCULADO CONTRA UM CANAL DE REFERENCIA
17 B$ = TITULO DO GRAFICO, A= TEMPO MINIMO EM min, B= TEMPO MAXIMO EM min
18 C = MINIMA DIVISAO PARA A ESCALA DE TEMPO
19 *** ARQUIVO DE ENTRADA ***** ARQUIVO DE SAIDA *****
20 C$= DIS***.DAT ----> A$= DIS***.ENG
21 *****
24 DIM MATDAT(361,12),NUM(7):INPUT "DURACAO DO CICLO (min)=";DURCIC:PRINT " "
25 INPUT "NUM. DE LINHAS PARA GRAFICAR (MAX. 7) = ";NL:PRINT " "
26 FOR I=1 TO NL
27 PRINT "NUM (" ; I ; ":INPUT") =";KK:NUM(I)=KK+1
28 NEXT I
29 PRINT " ":INPUT "NOME DO ARQ. A SER TRANSFORMADO (DIS***.DAT) =";C$
30 OPEN C$ FOR INPUT AS #2:PRINT " "
31 W$="LOG"
32 INPUT "CICLO INICIAL=";CICINI:INPUT " CICLO FINAL=";CIFIM:INPUT " CICL
  O LIGOU VAPOR=";XYZ
33 FOR I=1 TO 361
34 FOR J=1 TO 12
35 INPUT#2,CICLO,LIXO,CANAL,TEMPER,DELTEM,LIXO
36 IF CICLO<CICINI THEN 60
37 IF W$="Y" THEN 59
38 MATDAT(I,J)=DELTEM:GOTO 60
39 MATDAT(I,J)=TEMPER:PRINT (I-1);:PRINT " ";:PRINT (J-1);:PRINT " ";:PRINT
  TEMPER
40 NEXT J
41 IF CICLO=CIFIM THEN 80
42 NEXT I
43 CICINI=CICINI+1:CIFIM=CIFIM+1
44 INPUT "NOME P/ARQ DE GRAFICOS (DIS***.ENG) =";A$:OPEN A$ FOR OUTPUT AS #1
45 INPUT "TITULO=";B$:PRINT #1,B$
46 PRINT#1,"LINE"
47 IF W$="Y" THEN 120
48 PRINT#1,"DIF. TEMP. ( C )":GOTO 130
49 PRINT " ":INPUT "NOME VARIÁVEL Y=";Y$:PRINT#1,Y$
50 F$="TEMPO (MIN)":PRINT#1, F$
51 PRINT#1,"E,":PRINT#1,NL,:PRINT#1,"""
```

```

150 PRINT#1,"M"
160 PRINT#1,"0,1":PRINT " "
162 INPUT "X MIN= ";A:INPUT " X MAX =";B:INPUT " PASSO DE X=";C
163 PRINT#1,A;:PRINT#1," ";:PRINT#1,B;:PRINT#1," ";:PRINT#1,C
170 PRINT#1,(CICFIM-CICINI+1);:PRINT#1," ,17,0,3,14"
180 PRINT#1,
190 PRINT " ":INPUT "Y MIN= ";TMIN:INPUT " Y MAX= ";TMAX:INPUT " PASSO Y=
";STEPA
200 PRINT#1,TMIN;:PRINT#1," ";:PRINT#1,TMAX;:PRINT#1," ";:PRINT#1,STEPA
210 FOR I=CICINI TO CICFIM
220 PRINT#1,((I-XYZ)*DURCIC);:PRINT#1," ";:PRINT#1,MATDAT(I,NUM(1))
230 NEXT I
235 IF NL=1 THEN 1600
240 PRINT#1,(CICFIM-CICINI+1);:PRINT#1," ";:PRINT#1,"33,0,3,48":PRINT#1,
250 PRINT#1,TMIN;:PRINT#1," ";:PRINT#1,TMAX;:PRINT#1," ";:PRINT#1,STEPA
260 FOR I=CICINI TO CICFIM
270 PRINT#1,((I-XYZ)*DURCIC);:PRINT#1," ";:PRINT#1,MATDAT(I,NUM(2))
280 NEXT I
285 IF NL=2 THEN 1600
290 PRINT#1,(CICFIM-CICINI+1);:PRINT#1," ";:PRINT#1,"49,0,4,14":PRINT#1,
300 PRINT#1,TMIN;:PRINT#1," ";:PRINT#1,TMAX;:PRINT#1," ";:PRINT#1,STEPA
310 FOR I=CICINI TO CICFIM
320 PRINT #1,((I-XYZ)*DURCIC);:PRINT#1," ";:PRINT#1,MATDAT(I,NUM(3))
330 NEXT I
335 IF NL=3 THEN 1600
390 PRINT#1,(CICFIM-CICINI+1);:PRINT#1," ";:PRINT#1,"65,0,4,48":PRINT#1,
400 PRINT#1,TMIN;:PRINT#1," ";:PRINT#1,TMAX;:PRINT#1," ";:PRINT#1,STEPA
410 FOR I=CICINI TO CICFIM
420 PRINT #1,((I-XYZ)*DURCIC);:PRINT#1," ";:PRINT#1,MATDAT(I,NUM(4))
430 NEXT I
435 IF NL=4 THEN 1600
490 PRINT#1,(CICFIM-CICINI+1);:PRINT#1," ";:PRINT#1,"81,0,5,14":PRINT#1,
500 PRINT#1,TMIN;:PRINT#1," ";:PRINT#1,TMAX;:PRINT#1," ";:PRINT#1,STEPA
510 FOR I=CICINI TO CICFIM
520 PRINT #1,((I-XYZ)*DURCIC);:PRINT#1," ";:PRINT#1,MATDAT(I,NUM(5))
530 NEXT I
535 IF NL=5 THEN 1600
590 PRINT#1,(CICFIM-CICINI+1);:PRINT#1," ";:PRINT#1,"97,0,5,48":PRINT#1,
600 PRINT#1,TMIN;:PRINT#1," ";:PRINT#1,TMAX;:PRINT#1," ";:PRINT#1,STEPA
610 FOR I=CICINI TO CICFIM
620 PRINT #1,((I-XYZ)*DURCIC);:PRINT#1," ";:PRINT#1,MATDAT(I,NUM(6))
630 NEXT I
635 IF NL=6 THEN 1600
690 PRINT#1,(CICFIM-CICINI+1);:PRINT#1," ";:PRINT#1,"113,0,6,14":PRINT#1,
700 PRINT#1,TMIN;:PRINT#1," ";:PRINT#1,TMAX;:PRINT#1," ";:PRINT#1,STEPA
710 FOR I=CICINI TO CICFIM
720 PRINT #1,((I-XYZ)*DURCIC);:PRINT#1," ";:PRINT#1,MATDAT(I,NUM(7))
730 NEXT I
1600 FOR I=1 TO 22
1630 PRINT#1," "
1640 NEXT I
1650 FOR I=1 TO 10
1660 PRINT#1,"0"
1670 NEXT I
2340 CLOSE
UL

```

LIST

```
2 PRINT "TERCEIRO PROGRAMA PARA A ANALISE DA DISTRIBUICAO DO CALOR: IMPREXT.BAS
4 PRINT "CLAUDIO CARDELLI & PILAR R. MASSAGUER - LTA - DCA - FEA - UNICAMP"
6 PRINT "GW-BASIC, 16-10-91"
8 "ESTE PROGRAMA IMPRIME AS DIFERENCIAS MAXIMAS DE TEMPERATURAS PARA CADA CICLO
  UTILIZANDO OS ARQUIVOS DIS***.DAT PROVENIENTES DO PROGRAMA ORDEN12A.BAS
10 "***** VARIAVEIS DE ENTRADA *****
11 " A$ = ARQUIVO DE DADOS DIS***.DAT
12 " CICLO = CICLO DE LEITURA
13 " TEMPO = TEMPO DE BALL EM min
14 " CANAL = CANAL DE LEITURA
15 " LIX = TEMPERATURA CELSIUS CORRIGIDA POR CALIBRACAO
16 " DELTA = DELTA DE TEMPERATURA CALCULADO VERSUS A MENOR TEMPERATURA DO CICLO
17 " LIXA = DELTA DE TEMPERATURA CALCULADO VERSUS O CANAL DE REFERENCIA
18 " CICINI= CICLO INICIAL
19 " ***** VARIAVEIS DE SAIDA *****
20 " VICLO(K)= VETOR CONTENDO O NUMERO DE CICLO
21 " VEMPO(K)= VETOR CONTENDO O TEMPO DE BALL
22 " MATCAN(K,I)= MATRIZ (CICLO, CANAL ORDENADO POR TEMPERATURA CRESCENTE
23 " MATDEL(K,I)= MATRIZ (CICLO, DELTA DE TEMPERATURA ORDENADO CRESCENTE
24 " *****
110 DIM VEMPO (361),VICLO(361),MATCAN(361,12), MATDEL(361,12)
120 INPUT "NOME ARQUIVO PARA ANALIZAR ="; A$
130 OPEN A$ FOR INPUT AS #1:J=1
135 FOR I=1 TO 12
136 IF EOF(1) THEN CLOSE:GOTO 200
140 INPUT#1,CICLO, TEMPO, CANAL, LIX, DELTA, LIXA
150 MATCAN(J,I)=CANAL
155 IF DELTA =-100 THEN DELTA=-1
160 MATDEL(J,I)=DELTA
170 NEXT I
180 VEMPO(J)=TEMPO:VICLO(J)=CICLO
190 J=J+1:GOTO 135
200 INPUT "CICINI =";CICINI:CICINI=CICINI+1:INPUT "      CICFIN = ";CICFIN:CICFIN
=CICFIN+1:AA=CICINI:BB=CICINI+7
220 FOR K=AA TO BB
230 PRINT USING "#####";VICLO(K);
240 NEXT K
245 PRINT " "
250 FOR K=AA TO BB
260 PRINT USING "####.##";VEMPO(K);
265 NEXT K
268 PRINT " "
270 I=2:GOTO 275
275 FOR K=AA TO BB
280 PRINT USING "###",MATCAN(K,I);
290 PRINT USING "###.#",MATDEL(K,I);
300 NEXT K
305 PRINT " "
307 IF I=11 THEN 315
310 I=11:GOTO 275
315 PRINT " "
320 AA=BB+1:BB=AA+7
325 IF K>CICFIN THEN 330
327 GOTO 220
330 END
OK
```

```

ST
PRINT "PROGRAMA PARA O CALCULO DE Fp: CALCF01.BAS"
PRINT "CLAUDIO CARDELLI - LTA - DCA - FEA - UNICAMP" :
PRINT "GW-BASIC , 20-11-91"
PRINT " "
' "ESTE PROGRAMA CALCULA O VALOR DE Fp PARA VALORES DE TREF E"
' "z DADOS ENTRANDO COM ARQUIVOS MANUA***.COR"
PRINT " "
' "ESTE PROGRAMA CALCULA O VALOR DE F(LET. INT.) PARA VALORES DE TREF E"
' "z DADOS ENTRANDO COM ARQUIVOS MANUA***.COR"
' ***** VARIAVEIS DE ENTRADA *****
' TERREF= TEMPERATURA CELSIUS DE REFERENCIA
' z = z DE REFERENCIA EM CELSIUS
' DURCIC = DURACAO DE UM CICLO DE LEITURA EM MINUTOS
' A$ = NOME DO ARQUIVO DE DADOS MANUA***.COR
' CICFIM = CICLO FINAL
' ***** VARIAVEIS DE SAIDA *****
' F0(NUMCAN)= Fp PARA O CANAL NUMCAN-1
' *****
0 INPUT "TR = ",TERREF:INPUT "Z = ",ZETREF:INPUT "DURCIC =",DURCIC
0 INPUT "NOME DO ARQUIVO PARA CALCULAR",A$
0 OPEN A$ FOR INPUT AS #1
0 DIM F0(12),L0(12),LC(12)
0 INPUT " CICFIM =",CICFIM:CICINI=1.:CICFIM=CICFIM+1
0 FOR J= CICINI TO CICFIM
0 PRINT " CICLO =", (J-1)
0 FOR I=1 TO 12
0 INPUT #1, NUMCIC, NUMCAN, TEMACT
0 IF EOF(1) THEN END
2 IF NUMCIC>0 THEN 190
4 GOSUB 1000
6 GOTO 210
8 L0(NUMCAN)= LC(NUMCAN)
0 GOSUB 1000
2 F0(NUMCAN)= F0(NUMCAN)+DURCIC/2*(L0(NUMCAN)+LC(NUMCAN))
5 PRINT "F0(",NUMCAN;")=";USING "###.##";F0(NUMCAN)
0 NEXT I
0 NEXT J
0 END
00 IF TEMACT>60 THEN 1020
10 LC(NUMCAN) = 0:RETURN
20 LC(NUMCAN) = 10^(((TEMACT-TERREF)/ZETREF)
30 RETURN

```