

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA DE ALIMENTOS

**“TRANSFERÊNCIA DE CALOR EM SISTEMAS
LÍQUIDO/PARTICULADOS
ENVASADOS SOB ALTO VÁCUO”**

PARECER

Este exemplar corresponde à redação final da tese defendida por Flávio Luís Schmidt, aprovada pela Comissão Julgadora em 19 de outubro de 2000.

Campinas, 19 de outubro de 2.000

FLÁVIO LUÍS SCHMIDT

Engenheiro de Alimentos


Prof. Dr. Alfredo de Almeida Vitali
Presidente da Banca

Prof. Dr. ALFREDO DE ALMEIDA VITALI

ORIENTADOR

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia de Alimentos da UNICAMP
para obtenção do Título de Doutor em Ciência de Alimentos

Campinas - SP - 2000

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO CIRCULANTE



2000 19 237

UNIDADE	BC		
N.º CHAMADA:	UNICAMP		
	Sc53t		
V.	Ex.		
TOMBO BC/	43265		
PROC.	16-278100		
C	<input type="checkbox"/>	D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	R\$ 11,00		
DATA	19/12/00		
N.º CPD			

CM-00153991-2

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA F.E.A. - UNICAMP

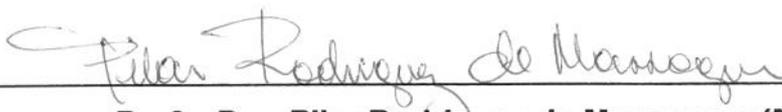
Sc53t	<p>Schmidt, Flávio Luís</p> <p>Transferência de calor em sistemas líquido/particulados evasados sob alto vácuo / Flávio Luís Schmidt. – Campinas, SP: [s.n.], 2000.</p> <p>Orientador: Alfredo de Almeida Vitali Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos.</p> <p>1. Calor - Transmissão. 2. Alimentos enlatados. 3. Vácuo. 4. Função de transferência. I. Vitali, Alfredo de Almeida. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos. III. Título.</p>
-------	--

BANCA EXAMINADORA



Prof. Dr. Alfredo de Almeida Vitali (Orientador)

FRUTHOTEC – ITAL



Profa. Dra. Pilar Rodriguez de Massaguer (Membro)

FEA – UNICAMP



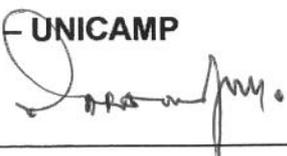
Prof. Dr. José Alberto Domingues Rodrigues (Membro)

FEQ – EEM



Prof. Dr. Theo Guenter Kieckbusch (Membro)

FEQ – UNICAMP



Prof. Dr. Carlos Alberto Rodrigues Anjos (Membro)

FEA - UNICAMP

Prof. Dr. José Gasparino Filho (Membro)

FRUTHOTEC - ITAL

Prof. Dr. Marcelo Cristianini (Membro)

FEA – UNICAMP

Dedico este trabalho à

Eleni, minha esposa, pelo incentivo durante todas as etapas do meu trabalho e ao Davi, meu filho, pela alegria e descontração que me proporcionou em vários momentos

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO CIRCULANTE

*Some day we learn that no matter how many pieces your heart was broken,
the world doesn't stop for you to fix it.
We learn that time is not something you can bring back.
So, plant your garden and decorate your soul, instead of waiting for
someone bring you flowers.*

(William Shakespeare)

AGRADECIMENTOS

Ao Prof.Dr. Alfredo de Almeida Vitali, de modo especial, pela sugestão do tema, paciência, dedicação e amizade no decorrer destes últimos anos de trabalho.

Ao Prof.Dr. José Alberto D. Rodrigues pelas sugestões e críticas ao trabalho.

Ao Prof.Dr. Arthur A. Teixeira, pelas sugestões ao trabalho e incentivo.

Aos funcionários e colegas do Centro de Tecnologia de Hortifrutícolas do ITAL, em especial Encarnação Juliani, Sebastião Assis dos Santos, Giovani Batista, Luciana Bonadia, Karina Bonadia e Daniel Bonadia.

Aos pesquisadores do Centro de Tecnologia de Hortifrutícolas do ITAL, em especial Sílvia P.M. Germer, Sílvia C.S.R. de Moura, Rodrigo O. Teixeira Neto, Mitie Sônia Sadahira e Denise P. Jardim.

A empresa “Só esferas” pela gentileza na doação das esferas de polietileno.

A Embrapa pela concessão da bolsa de estudos.

Aos meus queridos pais, Maria Helena e Bruno, e aos meus irmãos Paulo e Angélica, que já há algum tempo vêm acompanhando meus desafios.

A Dona Tereza e a Lenita Medeiros, pela paciência com o genro e cunhado, já há quase 10 anos...

O AUTOR

SUMÁRIO

NOMENCLATURA	V
ÍNDICE DE FIGURAS	VIII
ÍNDICE DE TABELAS	XII
RESUMO	1
SUMMARY	2
1. INTRODUÇÃO	3
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1. Microbiologia do enlatamento	5
2.1.1. Microrganismos mesófilos de importância no enlatamento	7
2.1.2. Microrganismos termófilos de importância no enlatamento	7
2.2. Transferência de calor em alimentos enlatados	8
2.2.1. Aquecimento por condução	8
2.2.2. Aquecimento por convecção	12
2.2.3. Velocidades de penetração de calor para líquidos por convecção natural	13
2.2.4. Transferência de calor em alimentos enlatados sob agitação por convecção forçada	14
2.3. Métodos matemáticos de cálculo do processo de esterilização	15
2.3.1. Método de Ball	16
2.3.2. Método de Stumbo	18
2.3.3. Método de Hayakawa	18
2.3.4. Método de Teixeira	19
2.4. Conceito de ponto final de processo	22
2.5. Otimização de processos térmicos	23
2.6. Fator de correção de "come up time"	25
2.7. Estimativa da temperatura através da metodologia da função de transferência em z	26
2.8. Transferência de calor em alimentos particulados	27
2.8.1. Coeficientes de transferência de calor em sistemas partícula/líquido sem agitação	28

2.8.2.	Transferência de calor em sistema líquido/partícula com agitação	30
2.8.3.	Transferência de calor em sistemas líquido/partícula com agitação, utilizando-se da relação de números adimensionais	31
2.9.	Considerações finais sobre a transferência de calor em sistema líquido/partícula tipo "solid pack"	32
3.	Materiais e métodos	33
3.1.	Materiais	33
3.1.1.	Material de consumo	33
3.1.2.	Equipamentos e acessórios	33
3.2.	Montagem do equipamento para testes piloto em bancada	34
3.3.	Caracterização das esferas	38
3.3.1.	Determinação do diâmetro das esferas	38
3.3.2.	Determinação da área superficial das esferas	38
3.3.3.	Determinação da massa das esferas	38
3.3.4.	Determinação da densidade das esferas	38
3.3.5.	Determinação da densidade aparente das esferas	39
3.3.6.	Determinação da difusividade térmica das esferas	39
3.3.7.	Valor do Cp das esferas	39
3.3.8.	Determinação da condutividade térmica das esferas	39
3.4.	Caracterização do fluido	40
3.5.	Enchimento para ensaios de penetração de calor em latas	40
3.6.	Caracterização das embalagens	41
3.6.1.	Determinação das dimensões internas e externas da embalagem	41
3.6.2.	Determinação do volume interno da embalagem	42
3.6.3.	Determinação da área externa da embalagem	42
3.6.4.	Conversão de deformação na embalagem e pressão interna	42
3.6.5.	Controle de qualidade dos testes de penetração de calor	43
3.7.	Transferência de calor	44
3.7.1.	Ensaio de penetração de calor em bancada	44
3.7.2.	Determinação do ponto frio e perfil de temperatura	45
3.7.3.	Determinação do perfil de pressão interna na embalagem	46
3.7.4.	Determinação da temperatura interna da esfera	48

3.7.5. Ensaio de penetração de calor na autoclave	53
3.7.6. Determinação dos coeficientes de transferência de calor	53
4. Resultados	60
4.1. Montagem do equipamento para testes piloto em bancada	60
4.2. Caracterização das esferas	63
4.2.1. Determinação do diâmetro das esferas	63
4.2.2. Determinação da massa das esferas	63
4.2.3. Cálculo do volume das esferas	63
4.2.4. Determinação da área superficial das esferas	63
4.2.5. Determinação da densidade das esferas	63
4.2.6. Determinação da densidade aparente das esferas	64
4.2.7. Determinação da difusividade térmica das esferas	64
4.2.8. Valor do Cp das esferas	65
4.2.9. Determinação da condutividade térmica das esferas	66
4.3. Caracterização das embalagens	67
4.3.1. Determinação das dimensões da embalagem	67
4.3.2. Determinação do volume interno da embalagem	67
4.3.3. Determinação da área externa da embalagem	67
4.4. Enchimento para ensaios de penetração de calor em latas	68
4.5. Conversão de deformação na embalagem e deformação interna	70
4.6. Transferência de calor	71
4.6.1. Ensaio de penetração de calor em bancada	71
4.6.2. Determinação dos pontos frios e quentes	97
4.6.3. Ensaio de penetração de calor na autoclave	102
4.6.4. Determinação da temperatura interna da esfera nos ensaios em bancada	106
4.6.5. Determinação da temperatura interna da esfera nos ensaios em autoclave	110
4.6.6. Determinação dos coeficientes de transferência de calor	114
4.6.7. Avaliação do perfil de pressão interna na embalagem	125
5. CONCLUSÕES	129
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS POSTERIORES	131

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	132
ANEXO	138

Nomenclatura, baseada em recomendação do IFTPS - Institute for Thermal Processing Specialists, 1997.

a	constante	adimensional
b	constante	adimensional
A	área de troca térmica	m^2
A_{ce}	área externa de troca térmica da embalagem	m^2
A_{Cg}	área externa de troca térmica para a porção no vapor	m^2
A_{Cr}	área externa de troca térmica para a porção no líquido	m^2
A_p	área da partícula	m^2
Bi	número de Biot = hD/k	adimensional
C_i	função do número de Biot	adimensional
CUT	"come up time" ou tempo para que a autoclave atinja T_1	min
C_p	calor específico	$J/kg^\circ C$
C_{pf}	calor específico do fluido	$J/kg^\circ C$
C_{pp}	calor específico da partícula	$J/kg^\circ C$
C_{pg}	calor específico do vapor de água	$J/kg^\circ C$
D	diâmetro	m
D_i	diâmetro interno da lata	m
D_e	diâmetro externo da lata	m
D_p	diâmetro da partícula	m
D₁₂₁	tempo para redução de 1 ciclo \log_{10} na população bacteriana, a 121 C	min
f_i	coeficiente da função de transferência em z	adimensional
f	parâmetro de resposta a temperatura	s
f_c	taxa de resfriamento	s
f_h	taxa de aquecimento	s
f_{h2}	segunda taxa de aquecimento para curva quebrada	s
F	tempo equivalente de processo a t específica	s
Fo	número de Fourie = $\alpha t/D^2$	adimensional
F_o	tempo equivalente de processo a 121°C e $Z=10^\circ C$	min
F(t)	função de transferência	$^\circ C$
g	diferença entre T_1 e T_g	$^\circ C$
h	coeficiente de convecção térmica	$J/m^2^\circ C$
h_{fp}	coeficiente de película fluido partícula	$J/m^2^\circ C$
h_{pg}	coeficiente de película vapor partícula	$J/m^2^\circ C$
H	altura	m
I	amplitude do pulso no distúrbio	$^\circ C$
J_i	fator de Colburn de transferência de calor	adimensional
j	fator de atraso	adimensional
j_c	fator de atraso do resfriamento	adimensional
j_h	fator de atraso do aquecimento	adimensional
k	condutividade térmica	$J/m^\circ C$
k_p	condutividade térmica da partícula	$J/m^\circ C$
k_f	condutividade térmica do fluido	$J/m^\circ C$
Ks	z_b/z_a	adimensional
L_i	altura interna da lata	m
L_e	altura externa da lata	m

m	massa	kg
m_p	massa da partícula	kg
m_g	massa de partícula que cabe na lata	kg
M	massa molecular	gmol
n	número de mols	mol
P_{ar}	Pressão parcial do ar	pol Hg
P_g	Pressão parcial do vapor	pol Hg
P(t)	função de perturbação no sistema	°C
q	calor transferido	J
r²	coeficiente de correlação linear	adimensional
r	raio do cilindro	m
r_t	rebaixo da tampa	m
r_f	rebaixo do fundo	m
R	f _n /u no método de Stumbo	adimensional
R	constante universal dos gases	polHgm ³ /molK
R_p	raio da partícula	m
R(t)	função de resposta do sistema	°C
R.C.F.	força centrífuga relativa	adimensional
t	Tempo	s
tb	tempo de processo de Ball, ou tp mais 42% do cut	s
tp	tempo de processo, desde a autoclave atingir T ₁ até fim do vapor	s
T	temperatura	°C
T_a	temperatura pseudo inicial	°C
T_f	temperatura do fluido	°C
T_{fg}	temperatura da mistura fluido/ vapor	°C
T_{fg0}	temperatura inicial da mistura fluido/ vapor	°C
T_g	última temperatura do produto na fase de aquecimento ou temperatura da fase vapor	°C
T_p	temperatura da partícula no centro	°C
T_{p0}	temperatura inicial da partícula no centro	°C
T_{ps}	temperatura da partícula na superfície	°C
T_w	temperatura da água de resfriamento	°C
T_o	temperatura inicial do produto	°C
T₁	temperatura de aquecimento	°C
T_{u1}	última temperatura do meio de aquecimento ao final do "come up time"	°C
U	tempo equivalente de processo a T ₁	s
U_o	coeficiente global de transferência de calor	J/sm ² °C
U_{go}	coeficiente global de transferência de calor para o ponto de aquecimento mais lento, nos ensaios estáticos	J/sm ² °C
U_{fo}	coeficiente global de transferência de calor para o ponto de aquecimento mais rápido, nos ensaios estáticos	J/sm ² °C
U_h	valor de esterilização da fase de aquecimento tendo T ₁ como referência	s
U_c	valor de esterilização da fase de resfriamento tendo T ₁ como referência	s
U_{gc}	valor de esterilização da fase de resfriamento tendo T _g como referência	s

V	volume	m^3
V_{ce}	volume efetivo da lata	m^3
V_i	volume interno da lata	m^3
V_{ap}	volume aparente da partícula	m^3
V_g	volume específico do vapor de água	m^3/kg
V_p	volume da partícula	m^3
V_L	volume livre na lata	m^3
X	coordenada adimensional	adimensional
x	espessura ou direção	m
y	espessura ou direção	m
z	espessura ou direção	m
z	variável da transformada em Z	
Z	coeficiente térmico do fator avaliado	$^{\circ}C$
Za	z de referência	$^{\circ}C$
Zb	valor z qualquer ou do problema	$^{\circ}C$
α	difusividade térmica	m^2/s
α_f	difusividade térmica do fluido	m^2/s
α_p	difusividade térmica da partícula	m^2/s
ξ	função do número de Biot	adimensional
ε	fração de volume ocupada pelas partículas	adimensional
ρ	densidade	kg/m^3
ρ_{ap}	densidade aparente da partícula	kg/m^3
ρ_p	densidade da partícula	kg/m^3
ρ_f	densidade do fluido	kg/m^3
ρ_g	densidade do vapor de água	kg/m^3
Δ	intervalo tempo	s

ÍNDICE DAS FIGURAS:

FIGURA 2.1	Curva representativa da relação $\log(T_1/T)$ em função do tempo	11
FIGURA 2.2	Pulso triangular representando distúrbio externo ao sistema, de amplitude I e 2Δ de duração	27
FIGURA 3.1	Vista externa da cuba, peça de aço inoxidável projetada e motor de velocidade variável	35
FIGURA 3.2	Esquema demonstrando a cuba e acessórios para experimentos em bancada	36
FIGURA 3.3	Desenho geométrico do conjunto, em aço inoxidável, projetado para a agitação das latas	37
FIGURA 3.4	Corte transversal da lata e suas dimensões características	41
FIGURA 3.5	Dispositivo para conversão da deformação da embalagem em pressão interna	43
FIGURA 3.6	Relação entre a densidade e a temperatura absoluta para o vapor de água no estado saturado e para o ar	48
FIGURA 3.7	Pulsos triangular e retangular, representando distúrbios externos ao sistema, de amplitude I e duração de Δ (retangular) ou 2Δ (triangular)	52
FIGURA 4.1	Vista geral do equipamento	60
FIGURA 4.2	Vista interna da cuba	61
FIGURA 4.3	Detalhe do sistema de transmissão de potência do eixo do motor ao dispositivo de rotação	62
FIGURA 4.4	Ensaio de penetração de calor na esfera para cálculo da difusividade térmica	65
FIGURA 4.5a	História térmica: ensaio estático, sob vácuo de 25 pol Hg e volume-livre de 38%	73
FIGURA 4.5b	História de pressão: ensaio estático, sob vácuo de 25 pol Hg e volume-livre de 38%	73
FIGURA 4.6	Curvas de penetração de calor: ensaio estático, sob vácuo de 25 pol Hg e volume-livre de 38%	74
FIGURA 4.7a	História Térmica: ensaio estático, sob vácuo de 12,5 pol Hg e volume-livre de 38%	75
FIGURA 4.7b	História de pressão: ensaio estático, sob vácuo de 12,5 pol Hg e volume-livre de 38%	75
FIGURA 4.8	Curvas de penetração de calor: ensaio estático, sob vácuo de 12,5 pol Hg e volume-livre de 38%	76
FIGURA 4.9a	História térmica: ensaio estático, sem vácuo e volume-livre de 38%	77

FIGURA 4.9b	História de pressão: ensaio estático, sem vácuo e volume-livre de 38%	77
FIGURA 4.10	Curvas de penetração de calor: ensaio estático, sem vácuo e volume-livre de 38%	78
FIGURA 4.11a	História térmica: ensaio estático, sob vácuo de 25 pol Hg e volume-livre de 23%	79
FIGURA 4.11b	História de pressão: ensaio estático, sob vácuo de 25 pol Hg e volume-livre de 23%	79
FIGURA 4.12	Curvas de penetração de calor: ensaio estático, sob vácuo de 25 pol Hg e volume-livre de 23%	80
FIGURA 4.13a	História térmica: ensaio estático, sob vácuo de 12,5 pol Hg e volume-livre de 23%	81
FIGURA 4.13b	História de pressão: ensaio estático, sob vácuo de 12,5 pol Hg e volume-livre de 23%	81
FIGURA 4.14	Curvas de penetração de calor: ensaio estático, sob vácuo de 12,5 pol Hg e volume-livre de 23%	82
FIGURA 4.15a	História térmica: ensaio estático, sem vácuo e volume-livre de 23%	83
FIGURA 4.15b	História de pressão: ensaio estático, sem vácuo e volume-livre de 23%	83
FIGURA 4.16	Curvas de penetração de calor: ensaio estático, sem vácuo e volume-livre de 23%	84
FIGURA 4.17	História térmica: ensaio sob agitação de 16 rpm, vácuo de 25 pol Hg e volume-livre de 38%	85
FIGURA 4.18	Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 16 rpm, vácuo de 25 pol Hg e volume-livre de 38%	85
FIGURA 4.19	História térmica: ensaio sob agitação de 16 rpm, vácuo de 12,5 pol Hg e volume-livre de 38%	86
FIGURA 4.20	Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 16 rpm, vácuo de 12,5 pol Hg e volume-livre de 38%	86
FIGURA 4.21	História térmica: ensaio sob agitação de 16 rpm, sem vácuo e volume-livre de 38%	87
FIGURA 4.22	Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 16 rpm, sem vácuo e volume-livre de 38%	87
FIGURA 4.23	História térmica: ensaio sob agitação de 16 rpm, vácuo de 25 pol Hg e volume-livre de 23%	88
FIGURA 4.24	Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 16 rpm, vácuo de 25 pol Hg e volume-livre de 23%	88
FIGURA 4.25	História térmica: ensaio sob agitação de 16 rpm, vácuo de 12,5 pol Hg e volume-livre de 23%	89

FIGURA 4.26	Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 14 rpm, vácuo de 12,5 pol Hg e volume-livre de 23%	89
FIGURA 4.27	História térmica: ensaio sob agitação de 16 rpm, sem vácuo e volume-livre de 23%	90
FIGURA 4.28	Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 16 rpm, sem vácuo e volume-livre de 23%	90
FIGURA 4.29	História térmica: ensaio sob agitação de 32 rpm, vácuo de 25 pol Hg e volume-livre de 38%	91
FIGURA 4.30	Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 32 rpm, vácuo de 25 pol Hg e volume-livre de 38%	91
FIGURA 4.31	História térmica: ensaio sob agitação de 32 rpm, vácuo de 12,5 pol Hg e volume-livre de 38%	92
FIGURA 4.32	Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 32 rpm, vácuo de 12,5 pol Hg e volume-livre de 38%	92
FIGURA 4.33	História térmica: ensaio sob agitação de 32 rpm, sem vácuo e volume-livre de 38%	93
FIGURA 4.34	Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 32 rpm, sem vácuo e volume-livre de 38%	93
FIGURA 4.35	História térmica: ensaio sob agitação de 32 rpm, vácuo de 25 pol Hg e volume-livre de 23%	94
FIGURA 4.36	Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 32 rpm, vácuo de 25 pol Hg e volume-livre de 23%	94
FIGURA 4.37	História térmica: ensaio sob agitação de 32 rpm, vácuo de 12,5 pol Hg e volume-livre de 23%	95
FIGURA 4.38	Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 32 rpm, vácuo de 12,5 pol Hg e volume-livre de 23%	95
FIGURA 4.39	História térmica: ensaio sob agitação de 32 rpm, sem vácuo e volume-livre de 23%	96
FIGURA 4.40	Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 32 rpm, sem vácuo e volume-livre de 23%	96
FIGURA 4.41	Valores médios e desvio padrão entre as posições de monitoramento de temperatura nas latas para os ensaios agitados	100
FIGURA 4.42a	História térmica para o ensaio realizado em autoclave, estático, vácuo de 25 pol Hg e 38% de volume-livre	103
FIGURA 4.42b	História de pressão para o ensaio realizado em autoclave, estático, vácuo de 25 pol Hg e 38% de volume-livre	103
FIGURA 4.43a	História térmica para o ensaio realizado em autoclave, estático, recravado sob vácuo, com posterior "vazamento" e 38% de volume-livre	104

FIGURA 4.43b	História de pressão para o ensaio realizado em autoclave, estático, recravado sob vácuo, com posterior "vazamento" e 38% de volume-livre	104
FIGURA 4.44	História térmica para o ensaio realizado em autoclave, a 16 rpm, vácuo de 25 pol Hg e 38% de volume-livre	105
FIGURA 4.45	História térmica para o ensaio realizado em autoclave, a 32 rpm, vácuo de 25 pol Hg e 38% de volume-livre	105
FIGURA 4.46	Resposta da temperatura interna da esfera a distúrbio retangular de amplitude 77°C e duração de 3s	106
FIGURA 4.47	Resposta da temperatura interna da esfera a distúrbio externo. Coeficiente f_1 da função de transferência em z "original"	107
FIGURA 4.48	Resposta da temperatura interna da esfera a distúrbio externo. Coeficiente f_1 da função de transferência em z "corrigido".....	108
FIGURA 4.49	Resposta da temperatura experimental com relação a resposta predita pelo modelo para os dados da figura 4.43	108
FIGURA 4.50	Gráfico do resíduo da temperatura da esfera real com relação à temperatura predita pelo modelo, para os dados da figura 4.47.....	109
FIGURA 4.51	Resposta da temperatura interna da esfera a distúrbio externo. Coeficiente f_1 da função de transferência em z "original".....	112
FIGURA 4.52	Resposta da temperatura interna da esfera a distúrbio externo. Coeficiente f_1 da função de transferência em z "corrigido".....	112
FIGURA 4.53	Resposta da temperatura experimental com relação a resposta predita pelo modelo para os dados da figura 4.52.....	113
FIGURA 4.54	Gráfico do resíduo da temperatura da esfera real com relação à temperatura predita pelo modelo, para os dados da figura 4.52.....	113
FIGURA 4.55	Curvas de R.C.F. em função do raio de rotação para diversos níveis de agitação.....	124
FIGURA 4.56	Relação entre a pressão experimental, teórica e do vapor saturado para o ensaio 1	127
FIGURA 4.57	Relação entre a pressão experimental, teórica e do vapor saturado para o ensaio 2	127
FIGURA 4.58	Relação entre a pressão experimental, teórica e do vapor saturado para o ensaio 3	128

ÍNDICE DAS TABELAS:

TABELA 3.1	Fatores avaliados e seus respectivos níveis no planejamento fatorial	45
TABELA 3.2	Soluções numéricas para esferas	59
TABELA 4.1	Valores de fh obtidos durante os teste de penetração de calor em esfera	64
TABELA 4.2	Propriedades térmicas de materiais plásticos	66
TABELA 4.3	Dimensões da lata modelo 73x95	67
TABELA 4.4	Relação de enchimento nos ensaios utilizados	69
TABELA 4.5	Relação entre deformação e pressão interna da embalagem	70
TABELA 4.6	Testes realizados e suas respectivas variáveis resumidas	72
TABELA 4.7	Parâmetros térmicos e coeficientes de correlação para os ensaios estáticos	98
TABELA 4.8	Parâmetros térmicos e coeficientes de correlação para ensaios agitados	99
TEBELA 4.9	Parâmetros térmicos e coeficientes de correlação para as esferas durante os ensaios na autoclave	102
TABELA 4.10	Valores médios dos coeficientes da função de transferência em z	106
TABELA 4.11	Valores médios dos coeficientes da função de transferência em z para penetração de calor em esfera de PEAD, para os ensaios estáticos	111
TABELA 4.12	Resultado dos coeficientes globais de transferência de calor para os ensaios realizados em bancada, no centro geométrico das latas	115
TABELA 4.13	Soluções numéricas para temperatura transiente em esferas	116
TABELA 4.14	Resultados dos coeficientes de transferência de calor na superfície das partículas para os ensaios realizados em bancada	117
TABELA 4.15	Resultado dos coeficientes globais de transferência de calor para os ensaios realizados em autoclave, a 121°C, no centro geométrico das latas	121
TABELA 4.16	Valores de Biot para os ensaios realizados em autoclave a 121°C, no centro geométrico das latas	121
TABELA 4.17	Valores de h para os ensaios realizados em autoclave, a 121°C, no centro geométrico das latas	122

TABELA 4.18 Relação das pressões interna da embalagem e externa do meio de aquecimento, em pol Hg, durante os processamentos térmicos

126

RESUMO

Alimentos tipo "solid pack" são conhecidos como aqueles produtos particulados enlatados sob alto vácuo (25 pol Hg) processados termicamente, contendo aproximadamente 10% de líquido em relação ao volume da embalagem. Apesar desta tecnologia ser conhecida desde 1970, há relativamente poucos estudos a respeito do fenômeno de transferência de calor e sobre o uso de vapor ou água com sobrepressão de vapor como meio de aquecimento para este processo.

Um sistema para a rotação tipo extremidade sobre extremidade das latas foi adaptado numa cuba acrílica. Esferas de polietileno de 11 mm de diâmetro foram utilizadas como simulantes de alimentos e testes de penetração de calor foram conduzidos em latas (73x95)mm, completamente cheias com as esferas, recravadas sob vácuo de 0, 12,5 e 25 pol Hg; volumes livres de 23 e 38%, e velocidade de rotação de 0, 16 e 32 rpm. Termopares foram fixados ao longo da extensão das latas, perfazendo o perfil de temperatura nos processos. Testes em escala piloto realizados em autoclaves também foram executados e a temperatura no centro das esferas foi medida e comparada com valores estimados pelo método da função de transferência em z, com intuito de validar este método de predição.

Os resultados demonstraram a influência do vácuo no tempo de processo, sendo os processos térmicos mais longos na ausência de vácuo, principalmente com 38% de volume-livre. Os pontos de aquecimento mais lento e mais rápido estiveram localizados, respectivamente, a 1/2 (maioria) e 1/5 da altura da lata, nos processos estáticos. O ponto de aquecimento mais lento nos alimentos enlatados tipo "solid pack" pode ser diferente dos alimentos convencionais, principalmente no caso de processamento estático. É essencial controlar o vácuo de recravação o qual deve ser considerado com ponto crítico de controle. A agitação incrementou os coeficientes de transferência de calor, observados pelo reduzido tempo de processo. O uso das funções de transferência em z demonstrou uma boa resolução e poderia ser utilizado para predição da temperatura das esferas e facilitar a obtenção de coeficientes de transferência de calor.

Palavras-chave: processo térmico; transferência de calor; alto vácuo; alimento particulado; função de transferência em z; simulação;

SUMMARY

Solid pack foods are known as those particulated heat processed canned product, closed under high vacuum (25 Hg inch) and containing approximately 10% of the package volume in liquid. In spite of this technology is known since 1970, there are relatively few studies concerning on the heat transfer phenomena and the use of steam as heating medium. The objective of this work was to understand the heat transfer phenomena inside the can and some of the variables that affect the solid pack process.

A controlled system for the end-over-end rotation of cans was adapted in a acrylic vessel. Polyethylene spheres (11 mm diameter) were used as simulant of foods and heat penetration tests were carried out in (73x95)mm cans, completely filled with the spheres, with closure vacuum of 0, 12,5 and 25 in Hg; free volume of 23 and 38%, and rotation speed of 0, 16 and 32 rpm. Thermocouples were fixed along the axis of the cans, showing the temperature profiles. Pilot tests were also performed in a retort and for these tests, the center temperature of the spheres was experimentally determined and checked out with the theoretical z-transfer function method with the purpose of validate it.

Results showed the influence of vacuum on the process time, mainly those at 38% free volume, being the thermal process longer at lower vacuum. The slowest and fastest heating points were located respectively at 1/2 (or 2/3) and 1/5 can height on the static tests. The slowest heating point in solid pack type canned foods may be different from those conventional convective products, mainly if static process takes place. It is essential to control the vacuum closure that was considered a critical control point. Agitation improved the heat transfer coefficients, observed by reduced process time. The z-transfer function method showed good performance and could be used for sphere temperature prediction and heat transfer coefficients determination.

Key-words: thermal process; heat transfer; high vacuum; solid pack; z-transfer functions; simulation;

1- INTRODUÇÃO

Os primeiros relatos sobre o processamento de alimentos enlatados sob alto vácuo (25 pol Hg) apareceram na literatura científica na década de 1970. Nesta época, a revista "Food Engineering" apresentou um revolucionário processo térmico, desenvolvido na França, capaz de esterilizar vegetais enlatados em cerca de 5 minutos, denominado "French High Temperature Short Time Process" (anônimo, 1973). Consistia em adicionar ao alimento particulado apenas 1 a 4% de seu peso em salmoura e processá-lo enlatado, por chama, sob vácuo de 23,5 a 27,5 pol Hg (denominado de alto vácuo, uma vez que os alimentos enlatados convencionais são recravados sob vácuo da ordem de 5 a 15 pol Hg, no máximo). Os principais benefícios de tal processo foram:

- redução drástica do peso da embalagem e do custo do transporte devido ao reduzido volume de salmoura;
- ocorrência de pequenas trocas de massa por osmose entre o produto e a salmoura, mantendo o teor de sais minerais e vitaminas praticamente intactos durante a estocagem;
- diminuição dos efeitos das reações de oxidação pela eliminação quase que completa do ar residual da embalagem, devido ao alto vácuo no processo.

Porém, como o processamento era feito por chama, ocorria uma diferença de pressão muito grande entre o interior da lata e o meio de aquecimento. Assim, a resistência da lata era vital para garantir a integridade da embalagem. Latas mais resistentes foram desenvolvidas, contudo, elevando o preço da embalagem. É possível que este fator tenha contribuído para a falta de aprimoramento nesta técnica de enlatamento e processamento sob alto vácuo. Atualmente, com o advento de técnicas mais modernas de fabricação de embalagens metálicas, é possível esterilizar latas micro recravadas sob vapor saturado. Este avanço deve-se, principalmente, à melhoria no controle da temperatura e da pressão existentes nas autoclaves das indústrias de alimentos. O processamento sob cascata também é uma alternativa relativamente recente para o processamento de embalagens menos resistentes à pressão (Adams & Hardt-English, 1990).

A partir de então, outros autores (Andreotti *et al.*, 1974; Leonard & Robe, 1979) apresentaram vários trabalhos na área, principalmente para o processamento de frutas e, em particular, para maçãs (Macgregor & Kitson, 1981; Senesi *et al.*, 1987).

Leonard *et al.* (1976) e Teixeira Neto (1982) estudaram velocidades de transferência de calor, respectivamente, para alimentos à base de tomate e frutas, e líquidos simulantes de alimentos, enlatados sob alto vácuo e processados sob chama. Em ambos os estudos foi indicado que durante este tipo de processo, a formação eficiente de vácuo na recavação pôde prevenir amassamentos irreversíveis na lata e diminuir o tempo de processamento, alcançando maiores temperaturas de processos. Estas particularidades no processamento sob alto vácuo implicam em alterações no conceito de taxa letal durante o “come up time” da autoclave, e curvas de aquecimento diferenciadas para o produto. Assim, os aspectos da transferência de calor deste processo e as principais variáveis que o afetam devem ser estudados para uma melhor compreensão do fenômeno. Além disso, a aplicação deste processamento em hortaliças esterilizadas a vapor ainda é incipiente.

O objetivo deste trabalho foi estudar o processo de transferência de calor em alimentos tipo “solid pack” e suas principais variáveis durante o processamento sob alto vácuo, visando atingir as seguintes metas:

- análise da sensibilidade das principais variáveis operacionais
- definição dos pontos críticos do processo
- simulação pela técnica da função de transferência em z

2-REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1-MICROBIOLOGIA DO ENLATAMENTO

O enlatamento é uma operação relativamente simples, envolvendo o enchimento do produto na embalagem, fechamento hermético e processamento térmico em autoclaves por tempo suficiente para que o lote de produto atinja a “esterilidade comercial”.

A maioria dos alimentos contém uma grande quantidade e variedade de microrganismos contaminantes. Na verdade, qualquer tipo de microrganismo pode estar presente dentro ou na superfície de diversos alimentos, desde a colheita, abate e outras operações preliminares. Porém, na prática, observa-se uma tendência de seleção natural dos microrganismos em cada produto, dependendo de sua natureza química e das características ambientais da origem do produto.

Grande parte dos contaminantes pode ser eliminada ou drasticamente reduzida através de operações preliminares como uma simples lavagem, branqueamento, pré-cozimentos, entre outras. Assim, do ponto de vista de processo, os microrganismos de maior importância, na maioria das vezes, são as bactérias esporuladas no caso de alimentos de baixa acidez, e fungos, leveduras e lactobacilos, no caso de alimentos ácidos envasados a quente. Por consequência, o conteúdo microbiológico dos ingredientes e também aquele gerado na própria indústria são sempre muito importantes. Açúcar, farinhas e especiarias podem adicionar grandes quantidades de esporos de microrganismos e, do mesmo modo, tipos mais específicos podem ser gerados na própria planta de processo, nos equipamentos e ambientes mal limpos e/ou higienizados, inviabilizando um processamento. Fatores ambientais também são importantes, como é o caso das épocas de seca, quando a quantidade do pó contaminante (e microrganismos) aumenta. Outro fator é o aumento do pH de certos produtos devido a mudanças climáticas, como ocorre com o tomate, permitindo o crescimento de microrganismos em maiores variedade e velocidade.

Segundo Murrel (1955), os principais casos de deterioração microbiana em alimentos ocorrem:

- pelo subprocessamento;

- pela contaminação após o processo em decorrência de vazamento da embalagem, falha no equipamento (autoclave) ou no processo; e
- pela deterioração do produto anterior ao processo.

Este autor indica ainda que os dois primeiros fatores são os de maior importância e frequência.

O subprocessamento ocorre quando um processo é insuficiente para eliminar ou inativar os microrganismos responsáveis pela deterioração. Os organismos deterioradores podem ser esporos bacterianos, em alimentos de baixa acidez, ou fungos e células vegetativas nos alimentos ácidos. As latas subprocessadas são resultados de:

- incorreções no cálculo de processo, na operação da autoclave ou na contagem do tempo;
- excesso na carga de esporos (para baixa acidez) ou contaminação excessiva de fungos, leveduras, lactobacilos, etc. (para alimentos ácidos);
- contaminação do alimento com um tipo de esporo altamente resistente freqüentemente não encontrado.

A contaminação após o processamento é a forma mais comum de deterioração. Em praticamente todos os casos, pode ser indicada pelo exame microscópico dos alimentos, o qual revelará a presença de tipos sensíveis ao calor (cocos, bastonetes não-esporulados, leveduras, etc.), presentes isoladamente ou misturados. O vazamento de latas a altas temperaturas também pode ocorrer e é evidenciado pela presença de um ou mais tipos de microrganismos esporulados de resistência intermediária. Na ocorrência de contaminação após o processo, o mesmo deve ser interrompido imediatamente até que medidas corretivas sejam tomadas. As principais causas são:

- vazamento na recravação próximo à costura lateral ou soldagem;
- presença de microfuros nas latas devido à corrosão ou danos mecânicos;
- contaminação durante o resfriamento, através do vedante ainda fluido;
- falhas na recravação.

2.1.1-MICROORGANISMOS MESÓFILOS DE IMPORTÂNCIA NO ENLATAMENTO

Neste grupo incluem aqueles microrganismos produtores de gás e ácido, anaeróbios facultativos ou estritos, formadores de esporos. São amplamente distribuídos na natureza e, geralmente, não apresentam uma alta resistência térmica. Crescem à temperatura em torno de 30°C.

Dentre os anaeróbios facultativos formadores de esporos destacam-se os pertencentes ao gênero *Bacillus*, em especial *B. circulans*, *B. brevis*, *B. macerans*, *B. coagulans* e *B. subtilis*. Estas espécies geralmente provocam a hidrólise do amido e possuem atividade proteolítica moderada.

No grupo dos anaeróbios estritos temos, principalmente, aqueles pertencentes ao gênero *Clostridium*, dentre os quais incluem *Cl. botulinum*, *Cl. sporogenes* e *Cl. pasteurianum*. A maioria destes microrganismos apresenta grande atividade proteolítica. *Cl. botulinum*, em particular, é capaz de produzir uma perigosa neurotoxina, letal ao ser humano, e apresenta resistência térmica relativamente alta, com valor D_{121} da ordem de 0,21 minutos.

O restante engloba as bactérias não-esporuladas como os *Lactobacillus*, os fungos e as leveduras, cujos esporos podem apresentar elevada resistência térmica, capazes de sobreviver até 30 minutos a 88°C.

2.1.2-MICROORGANISMOS TERMÓFILOS DE IMPORTÂNCIA NO ENLATAMENTO

Neste grupo incluem os facultativos e termófilos estritos, os quais geralmente produzem ácido e tem uma faixa de crescimento de cerca de 40-75°C. Os principais tipos são os causadores de "flat sour", dentre os quais está o *B. stearothermophilus*, microrganismo de extrema resistência térmica, e o *B. coagulans*, causador de deterioração em produtos de tomate. Os esporos de *B. coagulans* são capazes de germinar e crescer em pH acima de 4,2 e possuem uma resistência alta, porém inferior a do esporo de *B. stearothermophilus*.

Outros microrganismos importantes neste grupo são o *Cl. thermosaccharolyticum*, microrganismo esporulado anaeróbio termófilo, não produtor de H₂S e o

Desulfotomaculum nigrificans, outro microrganismo anaeróbio, termófilo, produtor de H₂S. Este último apresenta ocorrência rara, porém séria quando ocorre.

2.2-TRANSFERÊNCIA DE CALOR EM ALIMENTOS ENLATADOS

Transferência de calor é definida como a transmissão de energia de uma região para outra por meio de um gradiente de energia que existe entre duas regiões. Nos alimentos enlatados, ocorre um processo de transferência de calor no estado não-estacionário, cuja solução matemática é relativamente complexa. A contribuição de Ball (1923) e Ball & Olson (1957) na resolução dos problemas de transferência de calor em alimentos tornou estes conceitos relativamente simples.

A velocidade de aquecimento de um produto dentro de uma embalagem é função da geometria do produto ou da embalagem, suas propriedades físicas e as características de transferência de calor da embalagem (Pflug, 1990). Um produto aquecerá por fenômenos de condução ou convecção dependendo de suas características físicas, como a viscosidade e condutividade (variáveis dependentes) e a influência destas características expressa na presença de partículas, agentes espessantes, utilização de açúcar, etc. (variáveis independentes).

2.2.1-AQUECIMENTO POR CONDUÇÃO

Para o fenômeno condução de calor unidimensional em regime permanente, a relação matemática descrita a seguir foi desenvolvida por Fourier, em 1822 (Holman, 1983):

$$q = -kA \frac{dT}{dx} \quad (2.1)$$

Esta relação estabelece que o calor transmitido é diretamente proporcional à área através da qual ele flui (A) e ao gradiente de temperatura na direção do fluxo (dT/dX). O coeficiente de proporcionalidade, k, é a condutividade térmica do material.

No caso de condução pura no estado não-estacionário, ocorre uma mudança no calor armazenado, a qual pode ser descrita pelo fator ρC_p (ρ sendo a densidade e C_p o calor específico à pressão constante), e que deve ser considerada nos cálculos. A

condutividade (k) e o fator de armazenamento de calor podem ser combinados de forma a dar a difusividade térmica, α ($\alpha = k/\rho C_p$). A equação diferencial para a condução de calor tridimensional no estado não estacionário pode ser escrita, então, da seguinte forma (Holman, 1983):

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \left[\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right] \quad (2.2)$$

A difusividade térmica representa, fisicamente, a relação entre a condução e a capacidade de armazenamento de calor no material, e indica a facilidade com que a frente de temperatura se propaga no sentido do fluxo de calor.

Através de condições iniciais e de contorno,
 quando $t=0$; $T(x,y,z)=T_i$ (Temperatura inicial uniforme)
 quando $t>0$; $T=T_1$ (na superfície)

Esta equação pode ser transformada, para cada situação, obtendo-se a equação clássica de condução de calor em regime transiente (Holman, 1983):

$$\frac{T_1 - T}{T_1 - T_o} = f(X, Bi, Fo) \quad (2.3)$$

onde X é uma coordenada adimensional, $Bi = hD/k$ é o número de Biot, que representa a relação entre a resistência convectiva externa e a resistência condutiva interna à transferência de calor no produto, e $Fo = \alpha t/D^2$ é o número de Fourier ou adimensional do tempo.

No processamento térmico condutivo, o centro geométrico do sólido é o ponto crítico (pois se aquece mais lentamente resultando em valores de letalidade menores) e, para esta posição, nos casos de sólidos com geometria simples (placa plana, cilindro, esfera), as equações são simplificadas e tomam a seguinte forma geral:

$$\frac{T_1 - T}{T_1 - T_o} = \sum_{i=0}^{\infty} C_i e^{(\xi_i^2 Fo)} \quad (2.4)$$

onde ξ e C_i têm valores bem definidos para cada geometria e são funções do número de Biot.

A solução exata da transferência de calor por condução em regime transiente em alimentos está restrita às mesmas condições iniciais e de contorno descritas anteriormente e tem a forma de séries de funções ortogonais. Devido à natureza exponencial da série, a mesma converge, rapidamente, quando o número de Fourier é maior que 0,3 e a equação pode, então, ser representada apenas pelo primeiro termo da série.

Uma análise comparativa desenvolvendo essas duas formas da equação geral (2.4) e a correspondência entre elas pode ser feita, chegando então na conhecida equação da curva de aquecimento (Holman, 1983):

$$\frac{T_1 - T}{T_1 - T_o} = \sum_{i=0}^{\infty} j_i e^{-\left(\frac{t}{f_i} \ln 10\right)} \quad (2.5)$$

O primeiro modelo de predição da temperatura no centro da embalagem foi descrito por Ball (Ball, 1923; Ball & Olson, 1957), que observou o comportamento logarítmico da temperatura no centro da lata à medida que esta se aproximava da temperatura da autoclave. Quando os dados de penetração de calor são graficados na forma logarítmica ($\log(T_1 - T)$ em função do tempo), observa-se uma porção curvilínea no início do aquecimento e uma outra porção retilínea, que se desenvolve à medida que a penetração de calor avança. Tanto os alimentos condutivos como os convectivos apresentam este perfil de penetração de calor (Teixeira *et al.*, 1992).

A fórmula de Ball é baseada na equação da porção retilínea da curva de aquecimento, que tem a seguinte forma (Ball & Olson, 1957):

$$\log(T_1 - T) = \frac{-t}{f_h} + \log[j(T_1 - T_o)] \quad (2.6)$$

ou reorganizando,

$$\log[(T_1 - T)/(T_1 - T_o)] = (1/f_h)t + \log j \quad (2.7)$$

Esta equação é conhecida como curva de aquecimento ou resfriamento do produto. O parâmetro f é o inverso da inclinação da reta e é igual ao tempo necessário para que a mesma atravesse um ciclo logarítmico. O fator j indica o atraso térmico da resposta da temperatura central do produto e é definido como:

$$j = (T_1 - T_a) / (T_1 - T_o) \quad (2.8)$$

onde T_a é a temperatura pseudo-inicial da porção retilínea que intercepta o eixo das ordenadas.

A faixa de valores j para alimentos em embalagens cilíndricas, de modo geral, varia de 1 a 2, respectivamente para os casos de convecção pura e condução pura (Teixeira *et al.*, 1992). Existe uma limitação teórica para estes valores no caso de alimentos que se aquecem por condução, a qual pode ser derivada da solução analítica da equação de condução de calor. Uma análise mais criteriosa revelará que os fatores mais significantes dos quais depende o valor j são a localização e a distribuição da temperatura inicial no produto. Em produtos tipo "solid pack", a transferência de calor e o aquecimento ocorrem através da convecção do líquido residual, da condução e da condensação do líquido sobre as partículas. A contribuição de cada "tipo" de aquecimento deve, então, ser estudada.

A Figura 2.1 representa a curva descrita pela equação 2.6. A inclinação da porção curvilínea é dada por f_h^{-1} e a intercepção é dada por $\log(T_1 - T_a)$.

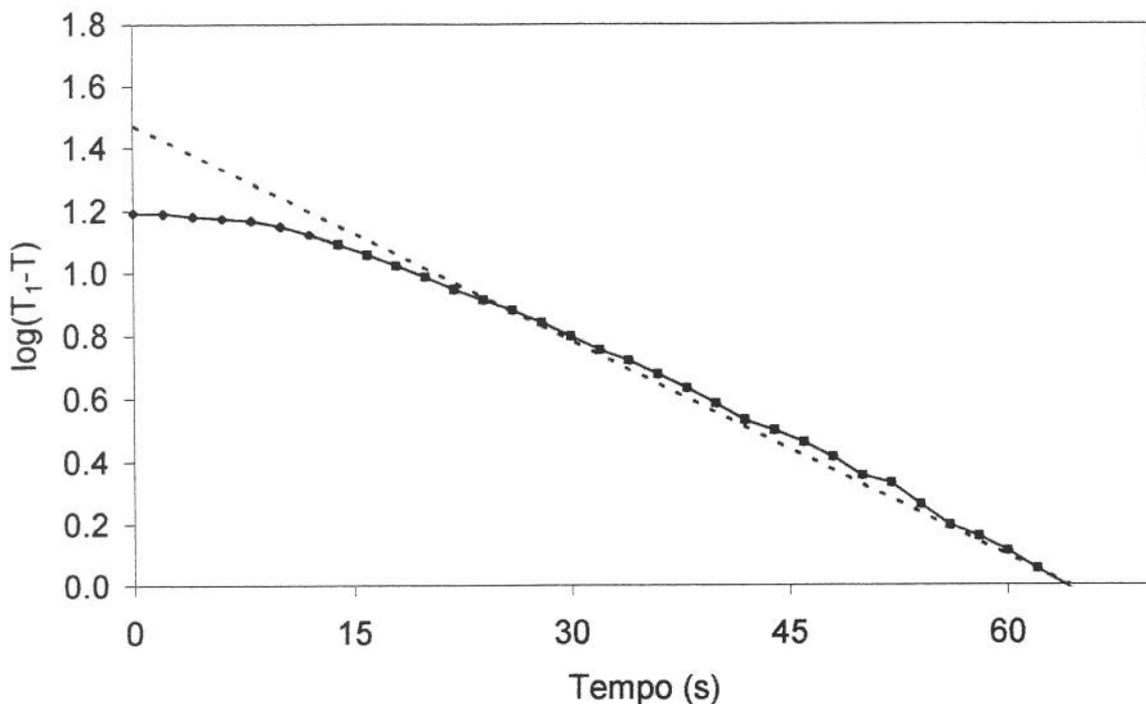


FIGURA 2.1- Curva representativa da relação $\log(T_1-T)$ em função do tempo:

2.2.2-AQUECIMENTO POR CONVECÇÃO

O calor transmitido por convecção não é regido por uma lei física, como na condução, mas por uma relação empírica desenvolvida por Newton em 1701, e tem a seguinte forma (Holman, 1983):

$$q = hA(T_1 - T) \quad (2.9)$$

Na realidade, esta equação é uma definição do coeficiente médio de transferência de calor local (h), de difícil avaliação, devido ao fenômeno de convecção ser muito complexo, dependente de vários fatores como geometria da superfície, velocidade do fluido e suas propriedades termofísicas. Os problemas de transferência de calor para fluidos puros, com densidade, viscosidade e condutividade térmica constantes com a temperatura podem ser resolvidos analiticamente utilizando as três equações de transporte de energia. Estas equações podem ser analisadas com detalhes na publicação de Bird *et al.* (1960). Para os casos onde os perfis de velocidade são muito complexos e as condições de contorno difíceis de serem estabelecidas, como para os produtos enlatados sob agitação, torna-se muito difícil uma solução analítica a partir destas equações. Nestes casos, apenas o balanço global de energia para o sistema em estudo é empregado.

Para muitos casos, porém, a mesma equação derivada do problema de transferência de calor por condução é utilizada com relativa precisão, considerando uniforme a temperatura do fluido no interior da embalagem, caso particular no qual o número de Biot é menor que 0,1.

Nestas condições, o balanço de energia para o sistema resulta em:

$$q = \rho V C_p \frac{dT}{dt} = hA(T_1 - T) \quad (2.10)$$

Esta equação pode ser rearranjada, separando as variáveis, na equação (2.11), cuja forma é bastante semelhante à equação (2.5):

$$\frac{T_1 - T}{T_1 - T_o} = e^{-(hA / \rho C_p V)t} \quad (2.11)$$

2.2.3-VELOCIDADES DE PENETRAÇÃO DE CALOR PARA LÍQUIDOS POR CONVECÇÃO NATURAL

Quando são realizados ensaios de penetração de calor, sem agitação, em alimentos líquidos enlatados, os dados de $\log(T_1 - T)$ em função do tempo fornecem as chamadas curvas de penetração de calor. Estes gráficos geralmente apresentam uma porção inicial curvilínea (início do aquecimento) e uma segunda porção retilínea (desenvolvimento do processo). Existem, porém, ocorrências onde não há uma porção retilínea bem definida onde geralmente se efetua a substituição da curva em duas retas representativas, o que se denomina de curva quebrada (NCA, 1968).

A literatura sobre testes de penetração de calor (Blaisdell, 1963; Hiddink, 1975; Jowitt *et al.*, 1974; dentre outros) aponta que quando este teste é conduzido até que $(T_1 - T)$ seja muito pequeno, os resultados gráficos de $\log(T_1 - T)$ em função de tempo, para líquidos em embalagens aquecendo sob o fenômeno de convecção natural, formam curvas ao contrário de retas. Conseqüentemente, há pelo menos dois pontos de vista com relação às vias de aquecimento de líquidos por convecção natural em embalagens herméticas: a primeira é a de que realmente existem produtos em que os dados de penetração de calor formam retas e outros produtos em que os dados de penetração de calor formam curvas (as chamadas curvas quebradas). A segunda é que os dados de penetração de calor de todos os produtos formam curvas, mas ocorre uma variação de onde esta curvatura começa e a intensidade da mesma (Zechman, 1983).

Pflug e Zechman (1994), num extensivo estudo sobre determinação de velocidades de penetração de calor para líquidos aquecidos por convecção natural, concluíram que as conhecidas aproximações utilizadas pelos analistas de processo, onde as curvas pouco acentuadas de penetração de calor são representadas por uma reta e as curvas mais acentuadas são representadas por duas retas são válidas, e podem ser utilizadas na prática, sem que ocorram erros graves. No entanto, sugerem uma padronização nos ensaios para determinações de parâmetros de penetração de calor, de modo que comparações entre valores de f_h , f_c , j_h e j_c , entre ensaios de diversos autores, sejam válidas. Recomendam, ainda, que os parâmetros de penetração de calor relatados na literatura sejam acompanhados da faixa dos valores de $(T_1 - T)$ usados para cálculo. Neste sentido, fazem menção que valores de $(T_1 - T)$ de 40,0°C a 4,0°C sejam utilizados na determinação dos valores de f .

2.2.4-TRANSFERÊNCIA DE CALOR EM ALIMENTOS ENLATADOS SOB AGITAÇÃO - CONVECÇÃO FORÇADA

No processamento de alimentos enlatados, o coeficiente de transferência de calor é o fator limitante do processo, afetado pelo meio de aquecimento, resistência à transferência de calor pela parede da embalagem e as propriedades termofísicas do alimento. Aumentar o valor do coeficiente de transferência de calor (h), num processo, tem como consequência o aumento da qualidade total do alimento, minimizando perdas de cor, sabor, aroma, retenção de nutrientes, etc. Outros benefícios adicionais incluem custos de operação reduzidos e, conseqüentemente, custos finais menores em função da economia de tempo.

A velocidade de transferência de calor em alimentos líquidos ou pouco viscosos pode ser significativamente aumentada pelo uso de agitação mecânica durante o processo. Até 1949, o processamento estático era o único método disponível para a indústria processar alimentos esterilizados. Desde então várias patentes surgiram e a agitação vem se tornando cada vez mais comum.

Price & Bhowmik (1994) investigaram o efeito de diversos fatores na agitação de latas contendo uma variedade de soluções de goma guar. Neste estudo, foi observado que os valores médios do coeficiente de transferência de calor (h) aumentaram com a velocidade de rotação. Um aumento na viscosidade do produto causou uma diminuição no valor de h e a orientação da lata (horizontal/vertical) causou um efeito apenas moderado nos valores de h .

Yamagata *et al.* (1982) estudaram a transferência de calor no aquecimento e resfriamento de polpas de frutas em latas cilíndricas de 20 litros e observaram uma maior eficiência do processo, tanto de aquecimento como resfriamento, com as latas na posição vertical, com agitação "end over end", enquanto a posição inclinada ofereceu uma eficiência intermediária e a posição horizontal (axial) ofereceu a menor eficiência. Neste trabalho, os coeficientes globais de transferência de calor obtidos no resfriamento, para cada condição e produto, não foram muito diferentes dos obtidos no aquecimento, mas foram bastante diferentes entre a água e os produtos mais viscosos utilizados nos ensaios.

2.3-MÉTODOS MATEMÁTICOS DE CÁLCULO DO PROCESSO DE ESTERILIZAÇÃO

Para determinar o valor de esterilização de um produto processado termicamente (cuja temperatura do centro geométrico varia com o tempo) em termos de tempo equivalente de processo a uma determinada temperatura (em geral 121°C) é necessário um sistema de soma do efeito letal sobre microrganismos a cada temperatura, durante todo o processo. O conceito de letalidade tornou isto possível de ser feito. Vários pesquisadores trabalharam neste sentido na primeira metade deste século e desenvolveram os conhecidos Métodos Gerais de Cálculo, onde o “Método Geral Gráfico” (Bigelow *et al.*, 1921) e o “Método Geral Numérico” (Patashnik, 1953) são os exemplos mais conhecidos. Nestas metodologias são primordiais as informações de tempo e temperatura do aquecimento e resfriamento do produto e as taxas letais equivalentes, as quais podem ser obtidas facilmente através de tabelas, ou de cálculos simples. Deste modo, a integração dos dados de penetração de calor, ou seja, a temperatura na forma de letalidade em função do tempo, por usar os dados do processo diretamente, representa os valores mais precisos no cálculo de esterilização. Assim, o método geral de cálculo é usado como método padrão no cálculo do valor de F_0 , quando comparado ao desempenho dos métodos utilizando fórmulas matemáticas.

Se por um lado o uso direto dos dados de tempo e temperatura representa confiança no cálculo do F_0 , estabelecer testes de penetração de calor não são tão simples. São necessários aquisitores de dados ou sensores de temperatura e mão-de-obra especializada entre a montagem do ensaio, aquisição dos dados e análise dos resultados. Dependendo do equipamento disponível e da experiência da equipe envolvida, os resultados podem ser duvidosos. Além disso, mudanças na formulação do produto, na geometria da embalagem, na temperatura inicial do produto e outras alterações podem acarretar mudanças significativas nos valores de esterilização preestabelecidos ou desejados e a necessidade de repetir todos os ensaios. Deste modo, é comum valer-se dos cálculos teóricos, principalmente no estudo do efeito de variáveis de processo. Assim, foram desenvolvidos os métodos matemáticos de cálculo.

Na verdade, são dois problemas básicos: determinar o tempo de processamento adequado (“tempo de vapor”) a uma temperatura prefixada para satisfazer um valor F conhecido; ou avaliar se o tempo e a temperatura do processamento empregado é suficiente do ponto de vista de segurança de saúde pública (determinar o valor F).

Durante as últimas décadas, alguns pesquisadores desenvolveram métodos utilizando fórmulas que podem ser utilizados para resolver matematicamente estes problemas. Os mais conhecidos são os métodos de Ball (1923, 1928); Ball & Olson (1957); Pflug (1968), Hayakawa (1970, 1981) e Stumbo (1973). Todos estes métodos são baseados, como no Método Geral, no modelo de Bigelow (1921), onde o coeficiente de temperatura é o valor $Z(^{\circ}\text{C})$ de destruição microbiana e são, de alguma forma, métodos derivados da primeira abordagem de Ball (1923) para análise de processos térmicos. Nos métodos matemáticos, os dados de aquecimento são computados na forma de parâmetros de resposta de temperatura no ponto de aquecimento mais lento (f_h , f_c) e fatores de atraso (j_h e j_c) e os dados do processamento (T_1 , T_w , T_o , t_b , t_p , CUT), os quais são computados em conjunto com o valor do coeficiente de temperatura (Z). Com o auxílio de algumas fórmulas teóricas e semi-empíricas é possível, então, determinar o tempo de processo se o valor F é conhecido, ou vice versa.

Smith & Tung (1982) compararam o desempenho dos principais métodos matemáticos (Ball, 1923; Hayakawa, 1970; Stumbo, 1973 e Steele & Board, 1979;) para cálculo da letalidade de processos térmicos em embalagens cilíndricas e determinaram os desvios que estes métodos apresentavam em relação ao método geral numérico, utilizado como referência. Todos os métodos apresentaram desvios, que eram maiores à medida que o valor de g aumentava. O erro também variou com o perfil da lata, onde os desvios maiores ocorreram para latas com a relação H/D (altura/diâmetro) próximas à unidade. O método de STUMBO pareceu mostrar os resultados mais precisos dentre os métodos estudados, porém, quando o valor de g foi muito pequeno, ocorreu, em alguns casos, uma superestimativa do processo.

2.3.1-O MÉTODO DE BALL

O método de Ball (1923) foi a primeira aproximação matemática do fenômeno de penetração de calor em alimentos enlatados. Baseia-se na curva semilogarítmica de aquecimento, cuja equação (2.6) foi descrita anteriormente.

Ball (1923) utilizou o fato de que o valor de esterilização da porção de aquecimento do processo, U_h (minutos equivalente à temperatura de processo), é uma função de f_h da curva de aquecimento e da diferença entre a temperatura final do produto

(T_g) e a temperatura média de aquecimento (T_1) no final do aquecimento. Ball (1923) indicou o termo g para representar esta diferença ($T_1 - T_g$). A equação (2.6) pode ser reescrita então da seguinte maneira:

$$\log(g) = -\frac{tb}{f_h} + \log[jh(T_1 - T_0)] \quad (2.12)$$

A análise matemática do método de Ball (1923) correlaciona f_h/U (denominado de R), onde $U = U_h + U_c$, com um valor g para um valor particular de Z , geralmente 10°C ou 18°F . Assim, no aquecimento, se as condições de processo são conhecidas (tb , T_1 , T_0 , f_h e j_h), o valor g pode ser calculado diretamente, e em seguida os valores de U e F . Por outro lado, quando T_1 , T_0 , f_h , j_h e F são conhecidos, pode-se calcular o valor de U , determinar o valor de R , e então $\log(g)$ e o valor de tb . Algumas modificações no método foram implementadas, de modo a se calcularem os valores de U_h e U_c , aquecimento e resfriamento respectivamente, separadamente (Ball & Olson, 1957; Hicks, 1958).

No desenvolvimento de suas tabelas, Ball (1923) assumiu algumas suposições simplificadoras, sendo as principais:

- usou o valor genérico de $j_c = 1,41$ nos cálculos do efeito letal da porção de resfriamento;
- o valor de f_c igual ao valor de f_h ;
- a transição do final da curva do aquecimento para a curva resfriamento foi modelada utilizando uma função hiperbólica;
- o valor da contribuição à letalidade para temperaturas 80°F ($26,6^\circ\text{C}$) abaixo da temperatura de esterilização é desprezível;
- o valor de esterilização para todas as temperaturas que tenham um valor g menor que $0,1^\circ\text{F}$ ($0,06^\circ\text{C}$) é igual ao valor de esterilização à temperatura T_1 .

2.3.2-O MÉTODO DE STUMBO

O método de Stumbo (1973) é bastante similar ao método de Ball (1923), discutido anteriormente. Stumbo implementou tabelas de f_h/U em função de g para diferentes valores de j_c e diversos valores de Z .

2.3.3-O MÉTODO DE HAYAKAWA

O método de Hayakawa, 1970, modificado em 1981, é uma abordagem puramente matemática do problema de penetração de calor em alimentos enlatados, o que agrada, de modo geral, aos engenheiros. O autor usou de recursos matemáticos bastante óbvios e simples, porém, até então não observados. O número de tabelas empregadas nas diversas etapas de cálculos também foi reduzido, facilitando o modelamento matemático e, conseqüentemente, o uso de artifícios computacionais.

HAYAKAWA separou tanto as curvas de aquecimento como de resfriamento de um produto em duas porções, uma curvilínea, aproximada por funções circulares (início do aquecimento ou resfriamento), e uma outra porção linear (desenvolvimento do aquecimento ou resfriamento).

Através de dois teoremas básicos foi possível, então, simplificar a estimativa do valor de esterilização de um processo:

Teorema A: "O valor de esterilização de um processo, U , para um valor Z qualquer, Z_b , pode ser estimado a partir de um valor de U para um valor de Z de referência, Z_a , aplicando as seguintes equações:"

$$Z_b / Z_a = K_s \quad (2.13)$$

$$U = \int_0^{t_f} 10^{[(T - T_1) / K_s]} Z_a dt \quad (2.14)$$

A equação (2.14) indica que valores de U para um valor de Z qualquer, Z_b , podem ser obtidos de uma tabela ou gráfico para valores de U , para um valor específico de Z , Z_a , modificando-se a diferença de temperatura $(T - T_1)$ para $(T - T_1) / K_s$.

Teorema B: "O valor U para a fase de resfriamento de um processo térmico, U_c , pode ser estimado utilizando-se a equação a seguir."

$$U_c 10^{gKs/Za} = U_{gc} = \int_0^{t_e} 10^{[(T-T_g)/Ks]/Za} \quad (2.15)$$

Na equação (2.15), o valor U_{gc} significa um valor U quando a temperatura de referência for T_g ao invés de T_1 . Para estimar valores de U_c , não é necessário preparar tabelas de valores de U_c para várias temperaturas de resfriamento, para vários valores de Z ou para vários valores da diferença (T_1-T_g) , sendo suficiente considerar a variação dos valores de U_{gc} devido às variações dos valores de (T_g-T_w) e j_c .

HAYAKAWA observou ainda, através das equações (2.13), (2.14) e (2.15), que:

- os valores de U_h/f_h são independentes dos valores de f_h quando os valores de j_h e g são fixos;
- os valores de U_{gc}/f_c são independentes dos valores de f_c quando os valores de j_c e da diferença $(T_g - T_w)$ são fixos.

Foram preparadas então duas tabelas. A "Tabela 1", (U_h/f_h) em função de (g/Ks) e a "Tabela 2", (U_{gc}/f_c) em função de (m/Ks) , as quais podem ser consultadas em Hayakawa (1981).

Para calcular o valor de esterilização F equivalente a uma curva de história térmica conhecida são necessários os valores de T_1 , T_w , f_h , j_h , f_c , j_c , t_b e g .

2.3.4-O MÉTODO DE TEIXEIRA

Diferente dos métodos citados anteriormente, Datta & Teixeira (1988) interpretaram o problema de penetração de calor em alimentos através de uma aproximação, utilizando uma solução numérica por diferenças finitas e não as tradicionais soluções analíticas para o problema de transferência de calor em embalagens cilíndricas. Esta é, na verdade, a única maneira possível, uma vez que as propriedades físicas dos materiais mudam com a temperatura, o tempo de cozimento, etc. Obtendo-se a difusividade térmica efetiva do produto através de uma curva de penetração de calor, foi

possível utilizar-se de métodos numéricos computacionais capazes de simular a transferência de calor em alimentos. As vantagens de tal método são:

- uma vez determinada a difusividade térmica, o modelo pode ser usado para prever a história térmica do produto em qualquer posição dentro da lata para qualquer condição de processo e tamanho de embalagem específica;
- é desnecessário conduzir testes de penetração de calor em laboratório ou planta-piloto para determinar as curvas de penetração de calor para outras temperaturas de aquecimento ou tamanho de lata;
- a temperatura da autoclave não precisa necessariamente permanecer constante, podendo variar durante o processo. O modelo irá prever a história térmica do produto no centro da lata corretamente;
- uso de tais modelos é especialmente importante para simular condições de processos experimentais em autoclaves com sistemas contínuos de esterilização;
- pode-se também, rapidamente, avaliar os efeitos causados por um desvio de processo, onde o modelo rapidamente prevê a resposta da temperatura do produto no centro da lata em relação ao desvio, podendo comparar o F_0 fornecido com o F_0 recomendado.

O modelo desenvolvido por Datta & Teixeira (1988) usa uma solução numérica por diferenças finitas da equação diferencial parcial de segunda ordem, que descreve a transferência de calor bidimensional por condução em estado não-estacionário num cilindro infinito. A temperatura do produto fica em função da temperatura da autoclave (T_1), da temperatura inicial do produto (T_0) e da difusividade térmica do produto (α), no caso do alimento ser condutivo. Na prática, o valor de α é obtido da inclinação da curva de penetração de calor ($1/f_n$). Uma vez que o calor é aplicado somente na superfície da lata, a temperatura irá subir primeiramente na região próxima à parede da embalagem, enquanto a temperatura no centro demorará a responder a estímulos. Uma vez que a temperatura é uma medida distribuída em qualquer ponto da embalagem durante o tempo de aquecimento, ela assume um valor diferente com a localização na lata e, em cada localização, a temperatura muda com o tempo à medida que o calor vai penetrando o alimento da parede ao centro da embalagem.

A embalagem cilíndrica é imaginariamente dividida em pequenos elementos de volume que aparecem como camadas em anéis concêntricos, tendo uma seção transversal de forma retangular. Os “nós” de temperatura se situam nas arestas de cada elemento de volume. Assumindo que o raio e a altura sejam divididos num número finito de nós, através de condições de contorno apropriadas e condições iniciais bem estabelecidas para todos os nós, a temperatura alcançada por cada nó pode ser calculada após um curto intervalo de tempo, consistente com a difusividade térmica do produto a qual foi obtida através dos dados de penetração de calor. Esta nova distribuição de temperatura se torna então a nova condição inicial, e o procedimento é repetido para calcular a distribuição de temperatura após qualquer intervalo de tempo. Deste modo, a temperatura em qualquer ponto da embalagem e em qualquer instante de tempo é obtida. Ao final do processo, quando o vapor é interrompido e a água de resfriamento admitida, o processo de resfriamento é simulado simplesmente alterando a condição de contorno da temperatura da autoclave de T_1 para T_w . A equação matemática que descreve este perfil de temperatura é a clássica equação diferencial parcial bidimensional para condução de calor num cilindro infinito no estado não-estacionário, aproximada por diferenças finitas, como descrito a seguir:

$$\begin{aligned}
 T_{ij}^{(t+\Delta t)} = T_{ij}^{(t)} &+ \frac{\alpha \Delta t}{\Delta r^2} [T_{i-1,j} - 2T_{ij} + T_{i+1,j}]^{(t)} \\
 &+ \frac{\alpha \Delta t}{2r\Delta r} [T_{i-1,j} - T_{i+1,j}]^{(t)} \\
 &+ \frac{\alpha \Delta t}{\Delta h^2} [T_{i,j-1} - 2T_{ij} + T_{i,j+1}]^{(t)}
 \end{aligned} \quad (2.16)$$

Teixeira & Balaban (1996) descreveram com detalhes o método utilizado e a apresentação do procedimento de uso do programa desenvolvido baseado nestes conceitos, com seus recursos, limitações e facilidades.

Noronha *et al.* (1995) reduziram o modelo bidimensional para um modelo unidimensional em coordenadas esféricas em estado transiente, fazendo as correções da difusividade térmica e da posição no ponto de aquecimento mais lento. Rodrigues *et al.* (1998) apresentaram a resolução numérica do modelo simplificado de transferência de calor em alimentos enlatados pelo método de Runge-Kutta-Gill de 4ª ordem com passo de integração variável, em regime transiente e bidimensional em coordenadas cilíndricas

e unidimensional em coordenadas esféricas. Neste trabalho foram observadas a rapidez e a precisão de integração, comparados aos perfis reais de tempo/temperatura, incluindo desvios de processo. A resolução por Runge-Kutta-Gill apresentou uma velocidade de integração cerca de 20 vezes maior que o método de Diferenças Finitas, mantendo-se a mesma precisão no ajuste. Estes resultados possibilitam a resolução numérica do problema em tempos menores, importante na aplicação do modelo ao controle de desvios de processo em tempo real. Além disso, o algoritmo do método de Runge-Kutta-Gill, por apresentar uma correção automática no passo de integração, proporciona uma maior confiança na precisão dos resultados obtidos por simulação.

2.4-O CONCEITO DE PONTO FINAL DE PROCESSO

Uma especificação numérica, definindo o ponto final de um processo térmico de preservação de alimentos, foi pela primeira vez descrita por Pflug, em 1987a. Até então, existiam vários termos descritivos, como “nível de contaminação”, “requisitos mínimos de tempo e temperatura”, “esterilidade comercial”, dentre outros, os quais tinham a função de indicar o ponto final do processo, ou até quando teria que ser conduzido o processo para alcançar estes “índices”. Neste trabalho, Pflug se prendeu ao objetivo principal de um processo térmico: “desde que existe o interesse em preservar os alimentos em embalagens herméticas e conservá-los à temperatura ambiente por tempos prolongados, sem que ocorra deterioração microbiológica, o objetivo do processamento é, então, que nenhuma embalagem se deteriore, apesar de existir a possibilidade da mesma apresentar microrganismos viáveis para crescimento”. Assim, mesmo o termo esterilidade comercial, muito utilizado pela indústria, também não se aplicava corretamente para a definição de ponto final de processo, principalmente no que diz respeito a grandes lotes de alimentos.

O objetivo passou a ser, então, tentar especificar o ponto final de processo em termos da probabilidade de uma lata do lote produzido deteriorar, levando-se em conta problemas de vazamento e outras falhas de processo, inclusive humanas. Ou seja, prevendo-se o nível de contaminação-limite permitida em termos de unidades deterioradas por lote. Pflug (1987a) definiu, então, a condição de ponto final de processo como Probabilidade de uma Unidade Não Estéril (PUNE).

Na área de processamento de alimentos de baixa acidez é desejável que exista uma especificação para o ponto final de processo para cada uma das três condições básicas de preservação encontradas: segurança do ponto de vista de saúde pública (PUNE de 10^{-9}), preservação contra outros esporos mesófilos além de *Cl.botulinum* (PUNE de 10^{-6}) e preservação contra deterioração por esporos termófilos (PUNE de 10^{-2} para condições temperadas ou 10^{-3} a 10^{-6} para condições tropicais). Os números entre parênteses são sugestões de Pflug (1987a; 1987b).

No caso das conservas tropicais de baixa acidez, o fator climático determina um nível de esterilização mais alto, pois a população inicial de esporos termófilos é geralmente mais alta e as condições de estocagem são mais críticas. Valores de PUNE de pelo menos 10^{-3} são recomendados. Desde que a contaminação inicial por estes microrganismos também é mais alta, processos em que ocorrem de cinco a seis reduções decimais da população inicial de esporos de *Bacillus stearothermophilus* não são raros (Pflug, 1990). O valor $D_{121^{\circ}\text{C}}$ do *B.stearothermophilus* fica em torno de 4 a 5min, o que determina um F_0 de aproximadamente 20 a 30 minutos.

2.5-OTIMIZAÇÃO DE PROCESSOS TÉRMICOS

A segurança microbiológica de um alimento é o principal critério usado para determinar as condições de um processo térmico. O valor letal requerido, porém, pode ser obtido dentro de uma faixa infinita de combinações de tempo e temperatura de esterilização. Se a temperatura da autoclave diminuir, o tempo de esterilização deve aumentar e vice-versa. Nos processos realizados em autoclaves não é possível, para a maioria deles, utilizar-se de temperaturas elevadas por curtos períodos de tempo, sem que ocorram danos ao produto próximo à embalagem. O inverso, ou seja, temperaturas baixas por longos períodos de tempo, também podem causar alterações de sabor e grande degradação de nutrientes. Portanto, existe um meio termo, onde a temperatura e o tempo de processo alcançam uma relação ótima (Thijssen *et al.*, 1978).

Desde que os métodos matemáticos para cálculo de letalidade de processos térmicos surgiram e se estabeleceram, há pelo menos 20 anos, a preocupação por parte dos pesquisadores passou a ser em relação ao cálculo dos efeitos dos processos térmicos sobre os aspectos nutricionais e sensoriais dos alimentos. O desejo de se

melhorar a qualidade dos alimentos e de se reduzir os custos de processo tem contribuído para eliminar o desnecessário sobre-processamento praticado nas indústrias.

Condições de processamento que por muito tempo passaram despercebidas, como temperaturas elevadas da autoclave e altas temperaturas de enchimento, além do tipo de embalagem utilizada se tornaram variáveis importantes de processo. O uso de computadores no controle automático de processos também possibilitou uma maior precisão no tempo/temperatura de processamento, auxiliando, inclusive, nos casos de desvios de processo.

Como ocorreu com os métodos matemáticos para cálculo da letalidade de processos térmicos, no caso da otimização, alguns métodos se tornaram bastante conhecidos e utilizados. Os principais são os métodos de Hayakawa (1969), Jen (1971) e Thijssen *et al.* (1978), Thijssen & Kochen (1980), dentre outros.

O método de Thijssen *et al.* (1978) é o mais difundido. Baseia-se na resolução numérica de equações que para a história de distribuição de temperatura numa embalagem, a relação entre a redução de componentes termolábeis e os parâmetros cinéticos das reações que causam esta redução.

Mais recentemente, o método descrito por Teixeira & Balaban (1996) também foi capaz de calcular e prever a perda de atributos de qualidade, otimizando os processos térmicos. Uma vez que pela metodologia empregada é possível obter valores de temperatura para cada posição na embalagem em qualquer tempo, além da letalidade no centro da embalagem, pode ser calculada também a esterilização e a retenção de nutrientes em cada elemento de volume e, assim, a esterilização e a retenção média no volume total de produto.

2.6--FATOR DE CORREÇÃO DE "COME UP TIME "

O "come up time" (CUT) é o tempo requerido pela autoclave para atingir a temperatura de processo, ou seja, o tempo gasto pela autoclave desde o momento em que o aquecimento é ligado até que a temperatura da autoclave atinja o valor programado.

Na maioria dos casos, a letalidade alcançada pelo alimento no fim do CUT é ainda muito pequena e desprezível na somatória do valor letal final. No entanto, existem casos em que a letalidade alcançada pelo alimento, ainda na fase de CUT, é apreciável, e pode influenciar de modo significativo na somatória do valor letal total aplicado. Alguns processadores de alimentos termossensíveis, preocupados com o consumo desnecessário de vapor durante o processo e conseqüente a qualidade dos seus produtos, chegaram a computar o valor de esterilização contribuído pelo CUT no valor total de esterilização, diminuindo o tempo de processo e melhorando a qualidade dos alimentos (Berry, 1983).

O fator de correção do CUT é definido como a fração do CUT que forneça o mesmo efeito de F_0 recebido pelo produto, se a autoclave tivesse sua temperatura elevada instantaneamente. Um fator de correção do "come up time", fixado em 42% tem sido utilizado e aceito tradicionalmente nos processos térmicos de alimentos aquecidos em latas em autoclaves estáticas ou agitadas, desde que as autoclaves atinjam a temperatura de processo com uma velocidade constante de aquecimento.

Berry (1983) estudou o perfil da curva de aquecimento de autoclaves estáticas e agitadas e seu efeito na correção do CUT. Neste estudo, foi concluído que a tradicional correção de 42% no CUT é aceitável para autoclaves que se aquecem linearmente. Quando a autoclave é aquecida numa velocidade dada pela equação da lei da potência, aproximando-se assintoticamente à temperatura de processo, o fator de correção do CUT chegou a 77%. O fator de correção não foi influenciado de modo significativo pelas diferentes velocidades de aquecimento dos simulantes de alimentos empregados no estudo (óleo de silicone e suspensão de bentonita 2%).

2.7-ESTIMATIVA DA TEMPERATURA ATRAVÉS DA METODOLOGIA DE FUNÇÃO DE TRANSFERÊNCIA EM Z

A maioria dos métodos teóricos para determinação da temperatura interna de partículas baseia-se nos balanços de energia, envolvendo grupos adimensionais, ou nos parâmetros de penetração de calor do produto, especialmente f_h e o_{j_h} (Ramaswamy *et al.*, 1997). Em alguns casos, estes parâmetros não são fáceis de serem obtidos ou calculados, devido à impossibilidade de realizar regressões lineares dos dados de penetração de calor. Como é conhecido, a própria definição do valor de f_h implica num comportamento semilogarítmico da curva de penetração de calor. O método ou aproximação do problema por funções de transferência em z mostra-se bastante útil na resolução destes problemas (Masheroni *et al.*, 1987).

A princípio, quando uma perturbação $P(t)$ é aplicada num ponto A qualquer de um sistema e sua resposta $R(t)$ medida numa outra posição B do mesmo sistema, a relação entre ambas funções temporais é uma função invariante, chamada de função de transferência $F(t)$, desde que o sistema seja caracterizado por uma equação diferencial linear. Uma vez obtida $F(t)$, para calcular a resposta $R_1(t)$ do sistema a qualquer novo distúrbio $P_1(t)$, será necessário apenas multiplicar este novo distúrbio pela função de transferência.

$$F(t) = \frac{R(t)}{P(t)} \quad (2.17)$$

$$R_1(t) = \frac{R(t)}{P(t)} P_1(t) \quad \text{ou} \quad R_1(t) = F(t) P_1(t) \quad (2.18)$$

$F(t)$ é a função de transferência. $P(t)$ pode ser contínua ou descontínua, $R(t)$ é sempre contínua. O método mais simples de se obter $F(t)$ é avaliar a resposta do sistema a um distúrbio em pulso triangular isósceles de amplitude e duração conhecidos, conforme descrito na Figura 2.2 a seguir:

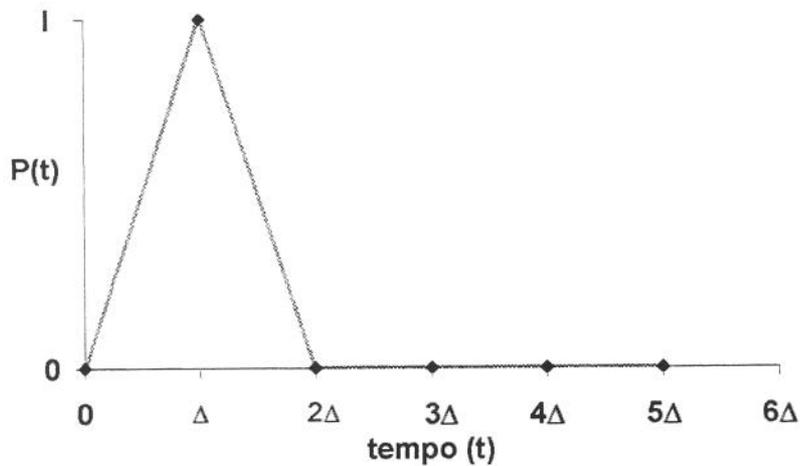


FIGURA 2.2- Pulso triangular representando distúrbio externo ao sistema, de amplitude I e 2Δ de duração.

Uma vez determinada a função de transferência, a resposta do sistema estudado, sujeita a qualquer outra perturbação, poderá ser avaliada.

Deve ser lembrado que, apesar das determinações da resposta serem simples, os mesmos só podem ser calculados para tempos $t=n\Delta$.

Diversos trabalhos têm apresentado aplicações das funções de transferência na resolução de problemas de transferência de calor e massa (Salvadori *et al.*, 1994a; Salvadori *et al.*, 1994b), predição de curvas de temperatura para alimentos sólidos (Sanz *et al.*, 1987) e na estimativa da flutuação da temperatura de alimentos congelados (Salvadori & Mascheroni, 1995).

2.8-TRANSFERÊNCIA DE CALOR EM ALIMENTOS PARTICULADOS

Num processamento térmico, a transferência de calor para o alimento líquido ocorre principalmente por convecção. A velocidade de aquecimento por convecção pode ser melhorada pela agitação. Além da agitação, outros fatores como o espaço-livre também afetam a transferência de calor em líquidos.

As propriedades reológicas do fluido que se aquece são importantes nas previsões das velocidades de penetração de calor porque são estreitamente correlacionadas com os fenômenos de fluxo. Os fluidos podem ser classificados de acordo com suas características de fluxo em duas categorias principais: Newtonianos e não-Newtonianos. Os primeiros são aqueles cuja viscosidade depende somente da temperatura, enquanto nos outros a viscosidade é dependente também da taxa de cisalhamento e/ou do tempo.

Sistemas particulados são muito comuns em alimentos. Fernandez *et al.* (1988) avaliaram o efeito do tamanho das partículas, da relação massa de partícula/massa de fluido, das características térmicas e físicas do fluido, e da velocidade de rotação, na transferência de calor de sistemas particulados, utilizando análise de regressão de grupos adimensionais. O fator - J de Colburn (Fernandez *et al.*, 1988), usado para modelar a transferência de calor em leitos empacotados, foi usado para modelar a transferência de calor que ocorreu no sistema contendo um fluido Newtoniano como a fase líquida, sendo função do número de Reynolds e do fator de geometria. O diâmetro da partícula foi usado como a dimensão característica. A geometria da partícula foi um fator crítico e seu expoente neste termo foi alto. À medida que a geometria da partícula se aproximava de uma esfera, a transferência de calor aumentava. Isto ocorreu, porque a geometria da partícula afetou a formação dos espaços onde ocorria o fluxo do fluido e, conseqüentemente, o coeficiente de transferência de calor na interface fluido-partícula.

O aumento na velocidade de agitação resultou num aumento da velocidade (superficial) de aquecimento e sua influência foi expressa em termos do número de Reynolds cujo valor aumentou com o aumento da rotação.

2.8.1-COEFICIENTES DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR EM SISTEMAS PARTÍCULA/LÍQUIDO SEM AGITAÇÃO

As equações diferenciais que governam sistemas partícula/líquido podem ser derivadas dos balanços térmicos de energia assumindo uma temperatura do fluido uniforme, coeficientes de transferência de calor constantes, temperatura inicial uniforme tanto da partícula como do fluido, resistência finita à transferência de calor na superfície da partícula, partículas esféricas de mesmo diâmetro e propriedades termofísicas

constantes tanto para a partícula como para o fluido (Stoforos & Merson, 1990). Tornando desprezível o efeito das paredes metálicas da embalagem, um balanço de energia no sistema pode ser descrito da seguinte forma:

$$U_o A_c (T_1 - T_f) = \rho_f V_{ce} (1 - \varepsilon) C_{pf} \frac{dT_f}{dt} + \rho_p V_{ce} \varepsilon C_{pp} \frac{d\langle T_p \rangle}{dt} \quad (2.19)$$

O último termo da equação acima é igual ao calor transferido do líquido para a superfície das partículas. A equação pode ser escrita então da seguinte forma:

$$U_o A_c (T_1 - T_f) = \rho_f V_{ce} (1 - \varepsilon) C_{pf} \frac{dT_f}{dt} + h_{fp} \frac{3\varepsilon V_{ce}}{R_p} (T_f - T_{ps}) \quad (2.20)$$

Aparentemente, o coeficiente de transferência de calor fluido/partícula (h_{fp}) representa o mais importante de todos os parâmetros críticos necessários para estabelecer um processo térmico eficiente para alimentos particulados (Ramaswamy *et al.*, 1997). Este coeficiente h_p ou h_{fp} representa o fator de proporcionalidade entre o calor transferido por convecção para um corpo imerso num fluido e a diferença de temperatura entre a partícula e o fluido. O coeficiente de transferência de calor convectivo não é uma propriedade do material, como a condutividade térmica e o calor específico. É uma função complexa da composição do fluido, da natureza e da geometria da superfície da partícula e da hidrodinâmica do movimento do fluido que passa pela partícula.

Existem várias formas de calcular o coeficiente h_p . Quando a resistência à condução dentro da partícula sólida é desprezível (isto é, o número de Bi é menor que 0,1), comparada com a resistência à convecção através da camada superficial de líquido, a localização exata dos termopares não se torna importante, pois a distribuição de temperatura no sólido é considerada homogênea e equilibra-se num período de tempo bastante reduzido. Sob estas circunstâncias, o coeficiente de transferência de calor sólido-líquido pode ser calculado através da relação a seguir, a qual pode ser obtida com facilidade através de dados experimentais da curva de penetração de calor.

$$\ln(T_p - T_f) = \ln(T_{po} - T_f) - \frac{h_{fp} A_p}{m_p C_{pp}} t \quad (2.21).$$

Stoforos & Merson (1990) descreveram, através de um procedimento matemático relativamente simples, a possibilidade, em princípio, de se estimar tanto o coeficiente

global de transferência de calor (U_o) e o coeficiente convectivo de calor do filme líquido/partícula (h_p) através de valores experimentais de T_f e T_{ps} em função do tempo e análise de regressões múltiplas. A vantagem de se utilizar somente os dados da temperatura do fluido, ao invés das temperaturas do fluido e da partícula reside no fato de que a temperatura do fluido pode ser medida muito mais facilmente e com maior precisão do que a temperatura da partícula, principalmente em sistemas agitados. No entanto, por esta metodologia, dois parâmetros desconhecidos (h_{fp} e U_o) são calculados através de um outro parâmetro de entrada, o que representa, a princípio, a possibilidade de existirem várias combinações de h_{fp} e U_o capazes de solucionar o problema.

2.8.2-TRANSFERÊNCIA DE CALOR EM SISTEMA LÍQUIDO/PARTÍCULA COM AGITAÇÃO

Stoforos & Merson (1992) estudaram o sistema composto por um fluido com partículas dispersas numa lata com agitação axial, totalmente imersa pelo meio de aquecimento. As equações diferenciais que governam o fenômeno foram derivadas dos balanços de energia térmica nas fases sólida (partícula) e líquida (fluido). Para caracterizar tanto as equações derivadas como a solução das mesmas, de modo geral, sempre é assumido a temperatura do fluido uniforme, o coeficiente de transferência de calor constante, a temperatura inicial uniforme tanto para a partícula como para o fluido e, também, negligenciado o efeito de acúmulo de calor nas paredes das latas. Estes autores obtiveram uma solução para as equações diferenciais que governam esta transferência de calor utilizando o teorema de Duhamel e um procedimento numérico baseado no Runge-Kutta de 4ª ordem (Cunha, 1993).

A vantagem do modelo proposto foi a não necessidade de se trabalhar com pressupostos errôneos ou irreais, como temperatura do meio de aquecimento constante, fórmulas empíricas, etc. A solução encontrada foi uma boa aproximação na predição da temperatura do fluido e da partícula no caso de processos térmicos de sistemas de alimentos contendo fases partícula/líquido processados com agitação axial. Com pequenas modificações dos coeficientes que aparecem nas equações principais que governam o fenômeno em questão, o método pode ser utilizado para prever dados de temperatura no caso do aquecimento de alimentos particulados no estado estacionário, desde que a temperatura do líquido seja uniforme na direção radial. Temperaturas do

meio de aquecimento dependentes do tempo podem ser facilmente manuseadas. Para usar o método proposto, os coeficientes de transferência de calor global e do filme partícula-líquido devem ser conhecidos. Como alternativa, a solução pode ser usada para ajustar dados experimentais da partícula e do fluido para os coeficientes de transferência de calor.

2.8.3-TRANSFERÊNCIA DE CALOR EM SISTEMA LÍQUIDO/PARTÍCULA COM AGITAÇÃO, UTILIZANDO-SE DA RELAÇÃO DE NÚMEROS ADIMENSIONAIS

Fernandez *et al.* (1988) realizaram estudos sobre a determinação dos coeficientes de transferência de calor na interface líquido/partícula, em alimentos enlatados processados sob agitação, utilizando-se de relações de números adimensionais.

Neste estudo, foram estudados o efeito do tamanho da partícula, a relação massa de partículas/massa de líquido, as características físicas e térmicas do fluido (newtoniano) e a velocidade de rotação da autoclave (neste caso uma FMC Steritort). Análises de regressão foram efetuadas de modo a obter uma equação que correlacionasse os grupos adimensionais ao modelo de transferência de calor em sistemas particulados. Neste caso, a melhor aplicação foi a relação empírica do fator j de Colburn, usado preliminarmente para modelar a transferência de calor em leitos empacotados. Os coeficientes de correlação r^2 obtidos, para as diversas formas de correlação de números adimensionais variaram de 0,324 a 0,785.

A geometria da partícula foi um fator crítico, cujo expoente na análise de regressão foi alto. Isto ocorreu pois a forma da partícula afetou a formação de dutos preferenciais no fluxo, modificando a circulação do líquido e conseqüentemente os coeficientes de transferência de calor na interface líquido/partícula. Um aumento na velocidade de rotação da autoclave resultou num aumento na velocidade de aquecimento e sua influência foi expressa em termos do número de Reynolds.

2.9-CONSIDERAÇÕES FINAIS SOBRE A TRANSFERÊNCIA DE CALOR EM SISTEMA LÍQUIDO/PARTÍCULA TIPO "SOLID PACK"

Através da literatura consultada observou-se, inicialmente, uma maior preocupação dos pesquisadores (BALL, 1923, 1928; BALL & OLSON, 1957; BIGELOW, 1921; BLAISDELL, 1963; HICKS, 1958; HAYAKAWA, 1969, 1970; HIDDINK, 1975; dentre outros) em explicar, através da resolução analítica das equações de transferência de calor, os fenômenos de condução e/ou convecção, pelos quais os alimentos se aquecem (ou resfriam). Nesta época foram introduzidos os métodos matemáticos de cálculo de esterilização e iniciou-se também os estudos de otimização de processos por métodos matemáticos (THIJSSSEN *et al*, 1978 e THIJSSSEN & KOCHEN, 1980). Em seguida, foi dada ênfase ao estudo de alimentos particulados, como consequência do avanço nesta área de conhecimento e, quando na impossibilidade de se aplicar a solução analítica do problema, foram utilizados o balanço de energia do sistema e as relações numéricas adimensionais, fase na qual a preocupação era a obtenção dos coeficientes de transferência de calor (FERNANDEZ, 1988; RAMASWAMY *et al*, 1997; STOFOROS & MERSON, 1990, 1992, 1995).

Atualmente, em função dos avanços na área computacional, métodos matemáticos de cálculo baseados em soluções numéricas dos problemas de transferência de calor vêm sendo desenvolvidos com maior frequência (RODRIGUES *et al*, 1998; TEIXEIRA & BALABAN, 1996; SALVADORI *et al*, 1994a, 1994b; SALVADORI & MASCHERONI, 1995), uma vez que os computadores estão cada vez mais poderosos e a "memória", no cálculo computacional, deixou de ser um entrave de ordem prática.

De qualquer modo, a literatura consultada não apontou estudos específicos sobre a transferência de calor em sistemas líquido-particulados tipo "solid pack" em autoclaves (com exceção aos trabalhos de LEONARD & ROBE, 1979 e TEIXEIRA NETO, 1982; que trabalharam com esterilização sob chama). Estes sistemas, no qual o alimento particulado está imerso parcialmente no líquido e, durante o aquecimento, fenômenos de condução, convecção e condensação do vapor contribuem para o aquecimento das partículas são relativamente complexos e, em geral, muito pouco estudados, representando, a princípio, uma lacuna dentro dos estudos de transferência de calor.

3- MATERIAL E MÉTODOS

3.1- MATERIAL

3.1.1- MATERIAL DE CONSUMO

- Água destilada;
- Borracha de silicone;
- Esferas de polietileno com 11mm de diâmetro (Fabricante: SÓ ESFERAS Ltda.; Av. Sto. Amaro s/n; Diadema-SP);
- Latas de "½ kg" Rheem, dimensões de 90mm altura e 75mm diâmetro (370 ml).

3.1.2- EQUIPAMENTOS E ACESSÓRIOS

- Autoclave rotativa Stock Pilot Rotomat 900 para processamento em escala-piloto;
- Cuba acrílica para testes em bancada;
- Agitador com velocidade fixa Lightnin Model L MIXER;
- Resistência com termostato e bomba de circulação, PolyScience Corporation Model 73, Type 720005;
- Banho para resfriamento Croydon Indústria de Máquinas Ltda;
- Computador IBM ThinkPad 450, processador 486;
- Conectores C5, C6, C9 e C10 e material de apoio C12, C13 e C14, marca O.F. Ecklund (Flórida, U.S.A.);
- Fios de extensão marca O.F. Ecklund (Flórida, U.S.A.) Cu-Ct AWG 28 teflon/teflon;
- Geladeiras e "Freezers" comerciais;
- Junta rotativa Ellab de 4 canais para termopares Cu-Ct;
- Motor de velocidade variável Heidolph d 2 G4;

- Interface A/D para aquisição de dados marca Dianachart, 14 canais, resolução de 16 bits, com seu respectivo software;
- Recravadeira a vácuo, John Heine, Model 710 Series 2;
- Termopares O.F. Ecklund (Flórida, U.S.A.) Cu-Ct, C1 1^{9/16} pol e 2 pol;
- Paquímetro Mitutoyo do Brasil Ind. Com. Ltda;
- Balança semi-analítica digital Micronal S.A. modelo B 4000;
- Sensor de pressão Ellab model PLC 0050 G11 111;
- Compressor/bomba de vácuo Fabe Primar Industrial Ltda. modelo 142 tipo 2VC-G;
- Manômetro de Hg, escala milimetrada;
- Rolamentos SKF 6903ZZ;
- Selo mecânico Home Line 5/8 pol., TI Brasil Ind. Com. Ltda;
- Peça moldada em oficina mecânica do ITAL, segundo desenho da Figura 3.1.

3.2-MONTAGEM DO EQUIPAMENTO PARA TESTES PILOTO EM BANCADA

O equipamento de bancada para determinação dos parâmetros de aquecimento e resfriamento do sistema modelo, sob temperatura e agitação controlada, foi montado utilizando-se uma cuba acrílica transparente de (37x25x25)cm. Esta cuba (Figuras 3.1 e 3.2) apresentava um orifício de 6cm de diâmetro em uma das laterais (25x25)cm, onde foi fixado o conjunto descrito na Figura 3.3. Este conjunto consistiu do eixo de rotação (parte inferior da Figura 3.3) e seu respectivo suporte (parte superior da Figura 3.3). A inserção de rolamentos SKF e um selo mecânico à prova de vazamentos, no interior do suporte, garantiram a rotação perfeita do eixo. O eixo de rotação foi perfurado, com a finalidade de passar os termopares através do mesmo. Na ponta do eixo, localizada dentro da cuba (lado direito na Figura 3.3), fixou-se um suporte de vidraria de laboratório com garras para prender as latas durante o processo. Na outra extremidade foi acoplada a um motor de velocidade variável Heidolph (0 a 96 rpm), através de uma conexão plástica (mangueira), semiflexível, minimizando problemas derivados pelo não alinhamento perfeito entre o eixo do motor (também perfurado, com a finalidade de passar os termopares através do mesmo) e a o eixo na cuba. Após o eixo do motor fixou-se uma junta rotativa Ellab de 4

canais para permitir a leitura de temperatura pelos termopares tipo T, mesmo com rotação. Instalou-se também no banho uma resistência, termostato e um agitador mecânico com a finalidade de manter a temperatura da água de aquecimento homogênea e constante.

Neste equipamento permitiu-se verificar a influência e a inter-relação das principais variáveis (rotação, enchimento de líquido e vácuo de recravação) no fenômeno de transferência de calor.

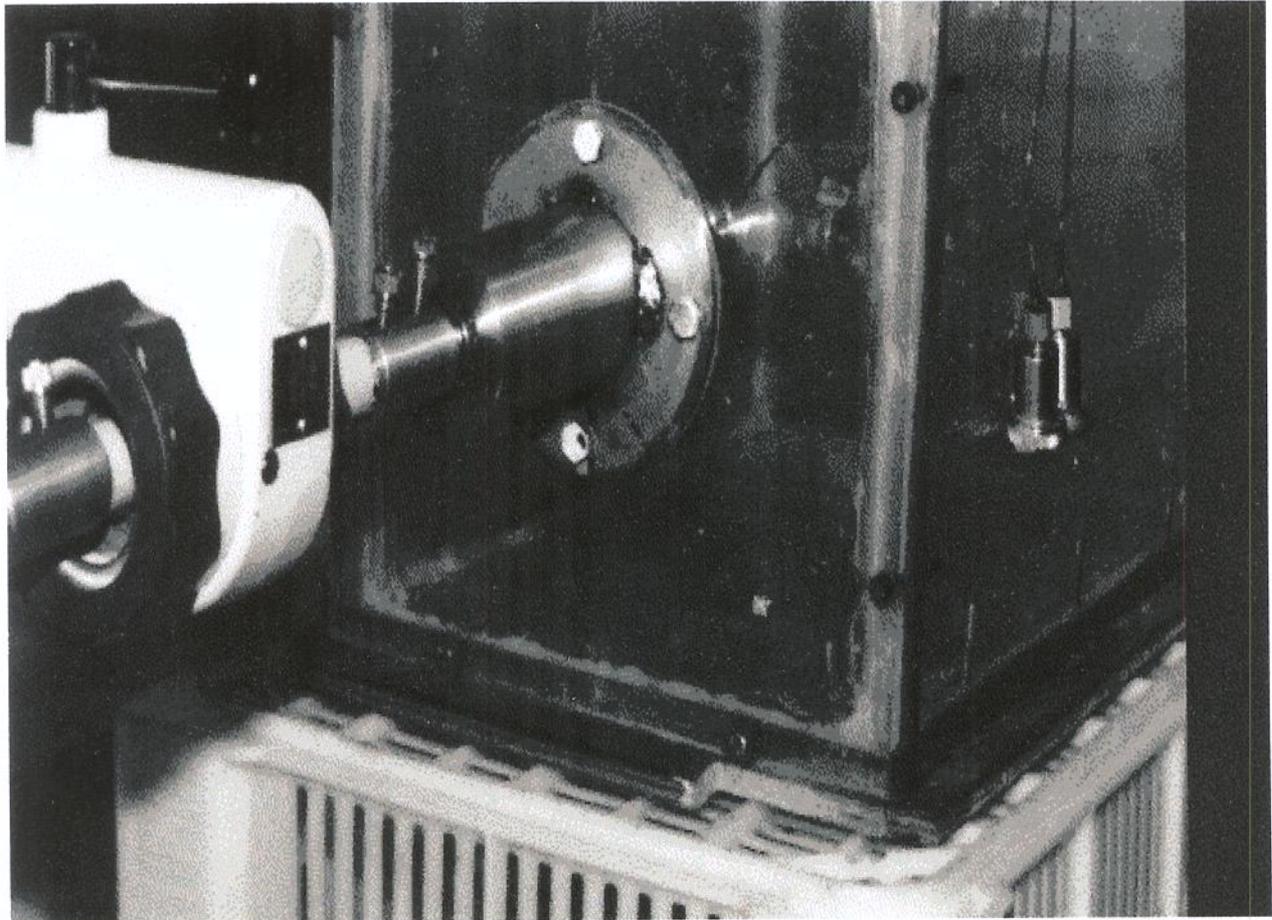


FIGURA 3.1- Vista externa da cuba, peça de aço inoxidável projetada e motor de velocidade variável.

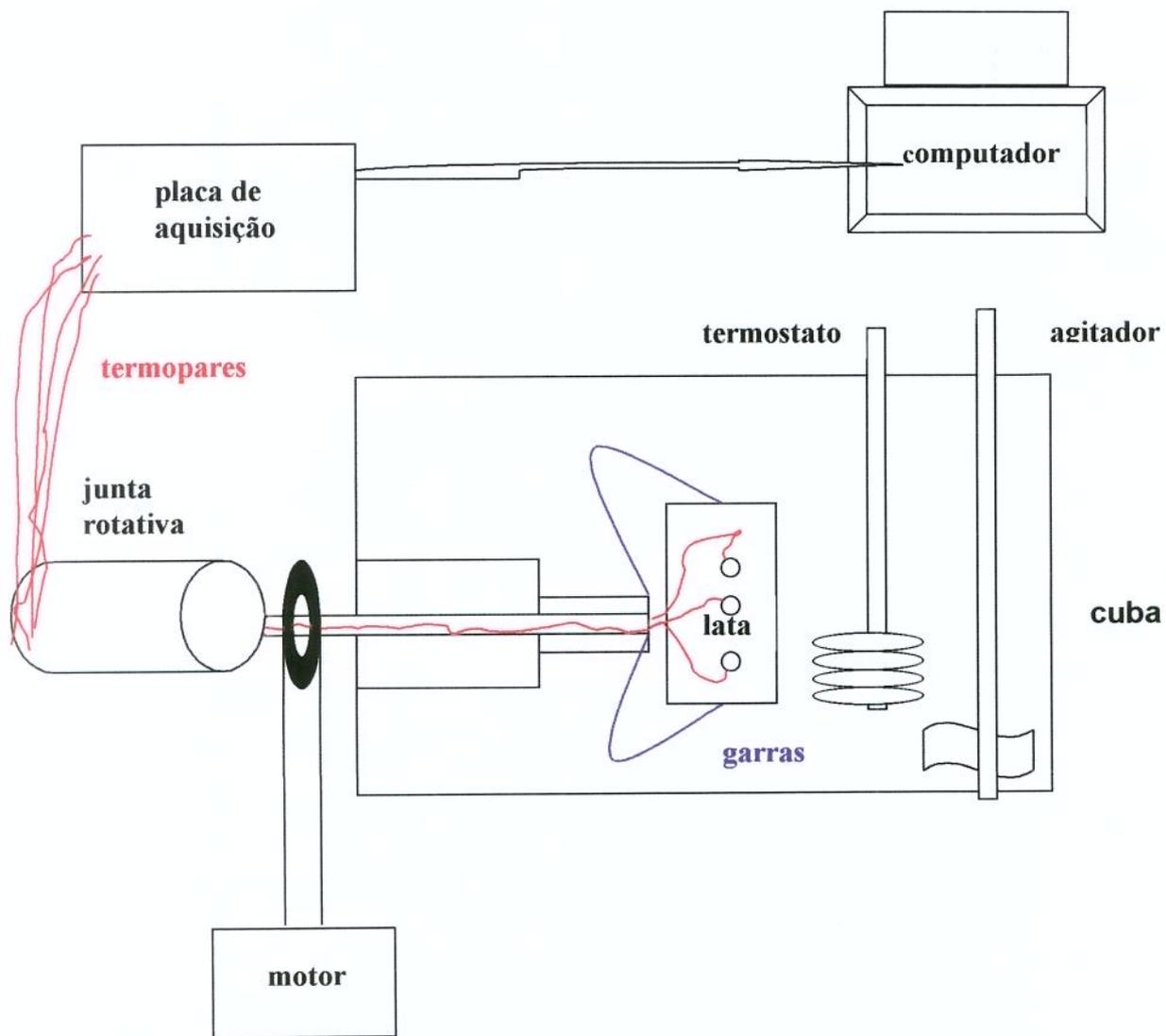


FIGURA 3.2- Esquema ilustrando a cuba e acessórios para experimentos em bancada

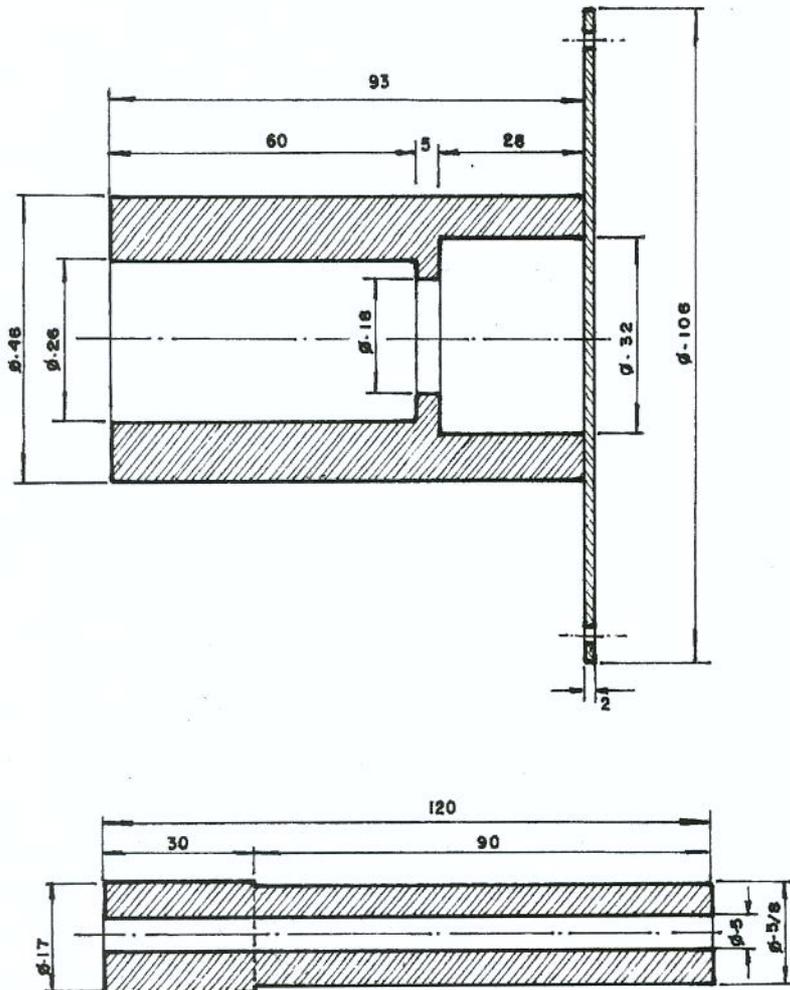


FIGURA 3.3- Desenho geométrico do conjunto, em aço inoxidável, projetado para a agitação das latas. As dimensões estão em milímetros:

3.3-CARACTERIZAÇÃO DAS ESFERAS

3.3.1-DETERMINAÇÃO DO DIÂMETRO DAS ESFERAS

Para a determinação do diâmetro foram tomadas ao acaso 25 esferas e utilizou-se um paquímetro Mitutoyo calibrado. Utilizou-se a média das medidas como referência.

3.3.2-DETERMINAÇÃO DA ÁREA SUPERFICIAL DAS ESFERAS

Para determinar a área superficial da esfera foi aplicada a equação (3.1), baseada na medida do diâmetro das mesmas:

$$A_p = \pi D_p^2 \quad (3.1)$$

3.3.3-DETERMINAÇÃO DA MASSA DAS ESFERAS

Para a determinação da massa da esfera foram tomadas ao acaso 50 esferas e a massa total determinada através de uma balança digital semi-analítica digital Metler calibrada. Utilizou-se a média das medidas como referência.

3.3.4-DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE DA ESFERA

A determinação da densidade da esfera foi realizada matematicamente, tendo-se o diâmetro e a massa unitária da mesma.

Sabe-se que

$$\rho_p = \frac{m_p}{V_p} \quad (3.2)$$

Sendo a massa conhecida, o volume da esfera pôde ser determinado matematicamente pela expressão:

$$V_p = \frac{1}{6} \pi D_p^3 \quad (3.3)$$

3.3.5-DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE APARENTE DAS ESFERAS

A densidade aparente das esferas foi verificada em proveta de 250ml, na qual foram dispostas as esferas de polietileno, agitando-as para aumentar a compactação, até completar o volume da proveta. Utilizando-se a relação

$$\rho_{ap} = m_p / V_{ap}, \quad (3.4)$$

onde m = massa de esferas e V_{ap} = volume aparente ocupado pelas esferas na proveta.

A densidade aparente foi calculada através da média de três repetições.

3.3.6-DETERMINAÇÃO DA DIFUSIVIDADE TÉRMICA DAS ESFERAS

A difusividade térmica da esfera foi calculada experimentalmente através de ensaio de penetração de calor nas mesmas. Um termopar tipo T com a junta de medição exposta foi posicionado no centro geométrico da esfera e a mesma foi imersa em um banho térmico em água a 60°C. A temperatura inicial foi de aproximadamente 5°C. Através do valor da velocidade de aquecimento da esfera, calculou-se a difusividade térmica através da seguinte expressão (Ball & Olson, 1957):

$$\alpha_p = 0,233(D_p / 2)^2 / f_h \quad (3.5)$$

onde D_p é o diâmetro da esfera e f_h a velocidade superficial de penetração de calor

3.3.7-VALOR DO C_p DAS ESFERAS

O valor do C_p da esfera foi obtido através dos dados da literatura, uma vez que esta propriedade não apresenta grandes variações para vários tipos de materiais (Hayes, 1992).

3.3.8-DETERMINAÇÃO DA CONDUTIVIDADE TÉRMICA DAS ESFERAS

A condutividade térmica foi obtida matematicamente através da expressão:

$$k_p = \alpha_p \rho_p C_{pp} \quad (3.6)$$

3.4-CARACTERIZAÇÃO DO FLUIDO

As seguintes propriedades da água foram consideradas a partir de fontes teóricas (Hayes, 1992):

- densidade; $\rho_f = 971,8 \text{ kg/m}^3$ a 80°C e $943,1 \text{ kg/m}^3$ a 120°C
- calor específico; $C_{pf} = 4,1830 \text{ J/kg}^\circ\text{C}$
- condutividade térmica; $k_f = 0,6840 \text{ J/kgm}^\circ\text{C}$
- difusividade térmica; $\alpha_f = 1,54\text{E-}7 \text{ m}^2/\text{s}$

O vapor de água, resultante da evaporação do líquido, também teve suas propriedades obtidas a partir da literatura (Hayes, 1992):

- calor específico; $C_{pg} = 1,87\text{E-}3 \text{ J/kg}^\circ\text{C}$
- densidade; $\rho_g = 0,303 \text{ kg/m}^3$ a 80°C e $1,131 \text{ kg/m}^3$ a 120°C
- volume específico; $V_g = 3,301 \text{ m}^3/\text{kg}$ a 80°C e $0,884\text{m}^3/\text{kg}$ a 120°C

3.5-ENCHIMENTO PARA ENSAIOS DE PENETRAÇÃO DE CALOR EM LATAS

Para a lata utilizada, totalmente cheia com esferas de polietileno, podemos definir:

Volume livre = Volume da lata - volume das esferas

$$V_L = (V_{ce} - m_p/\rho_p) \quad (3.7)$$

O volume de líquido adicionado proporcionou um volume-livre correspondente. Neste caso, foi adicionado líquido suficiente para obter-se volumes-livres na lata de 38% (ou 20% da altura interna da lata ocupada pelo líquido) e 23% (ou 50% da altura da lata ocupada pelo líquido).

Quanto à massa de vapor d'água resultante na lata, a mesma dependeu do volume-livre disponível. Considerando-se vácuo absoluto na lata, o volume-livre para vapor pôde ser definido como:

$$\text{volume livre} = \text{volume da lata} - \text{volume das esferas} - \text{volume de líquido} \quad (3.8)$$

Conhecendo-se a densidade do vapor d'água na temperatura de processo (em nosso estudo 80°C e 120°C) e o volume-livre, podemos calcular aproximadamente a máxima massa de vapor no interior da embalagem.

$$m_g = \rho_g V_L \quad (3.9)$$

3.6-CARACTERIZAÇÃO DAS EMBALAGENS

3.6.1-DETERMINAÇÃO DAS DIMENSÕES INTERNAS E EXTERNAS DA EMBALAGEM

As dimensões da embalagem foram obtidas com auxílio de um paquímetro Mitutoyo calibrado. A Figura 3.4, a seguir, apresenta um esquema das posições tomadas como referência na obtenção das dimensões externas da lata na área de recravação.

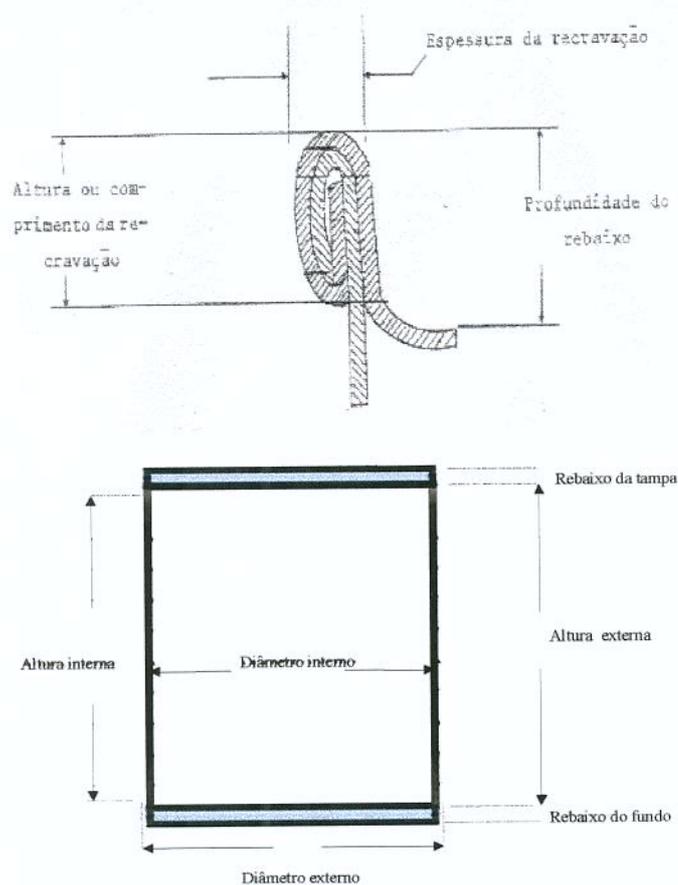


FIGURA 3.4- Corte transversal da lata e dimensões características

3.6.2-DETERMINAÇÃO DO VOLUME INTERNO DA EMBALAGEM

Através das medidas da embalagem, o volume interno da mesma foi obtido pela expressão:

$$V_{ce} = (\pi D_i^2 / 4) L_i \quad (3.10)$$

3.6.3-DETERMINAÇÃO DA ÁREA EXTERNA DA EMBALAGEM

Através das medidas da embalagem, a área externa da mesma foi calculada pela expressão, na qual é considerado o rebaixo da tampa e fundo:

$$A_c = (2\pi D_e^2 / 4) + (\pi D_e (L_e - (r_f + r_t))) \quad (3.11)$$

3.6.4-CONVERSÃO DE DEFORMAÇÃO NA EMBALAGEM E PRESSÃO INTERNA

Para determinar se a embalagem não sofrera nenhum tipo de dano, como perda ou ganho de líquido e perda de vácuo, durante o processamento, foi realizado um ensaio de conversão da deformação da embalagem em função da pressão interna da mesma.

Inicialmente as medidas foram realizadas com um dispositivo especialmente montado para este fim, fixando-se um micrômetro em um suporte, no qual a lata se encaixava. A Figura 3.5 mostra o dispositivo montado. Mediu-se o rebaixo da tampa no momento do fechamento e após modificações na pressão interna, pela introdução de ar na lata com auxílio de um compressor e mangueira plástica conectada à mesma. A pressão interna foi determinada através de uma coluna de mercúrio também conectada à lata. Deste modo, foi determinada a relação entre a pressão interna da lata e sua deformação.

Uma vez determinado os rebaixos previstos para cada nível de vácuo aplicado no momento da recavação, o mesmo foi comparado com o rebaixo ao final do processo. A princípio, no caso de ausência de vazamentos, ambas as medidas deveriam apresentar valores próximos, desde que na mesma temperatura de medição.

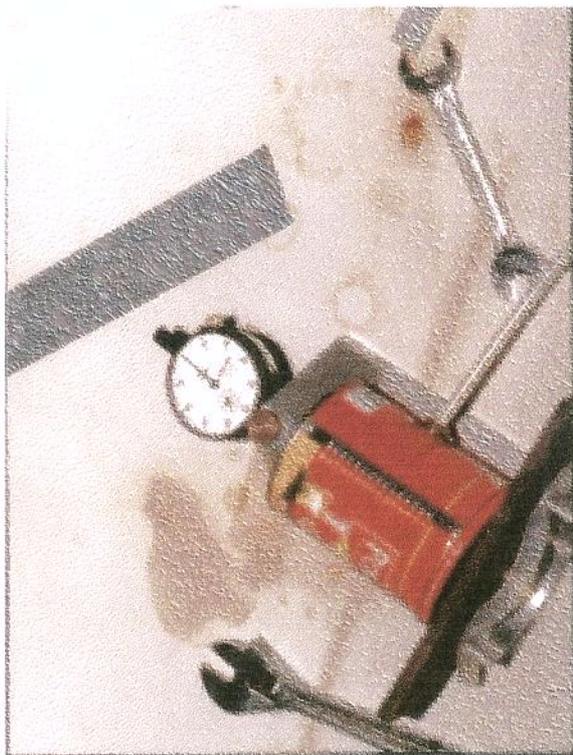


FIGURA 3.5- Dispositivo para conversão da deformação da embalagem em pressão interna

3.6.5- CONTROLE DE QUALIDADE DOS TESTES DE PENETRAÇÃO DE CALOR

Foi observado também que em alguns casos, contrariando as expectativas, testes realizados sob condições semelhantes não apresentavam os resultados previstos, principalmente com relação à velocidade de aquecimento da lata. Uma análise mais criteriosa apontou para as seguintes observações:

1º- Ao se iniciar uma batelada de experimentos, a água do banho térmico era aquecida, da temperatura ambiente (20-25°C) até a temperatura de trabalho (79-80°C). Com essa prática, grande parte do ar dissolvido na água do banho, por ação de forças eletrostáticas, ficava aderido à lata-teste durante os ensaios de penetração de calor. Mesmo nos ensaios agitados o tempo de processo era maior que o previsto, devido a esta camada "isolante". Para solucionar este problema a água utilizada como meio de aquecimento foi inicialmente fervida, parcialmente resfriada até 75-80°C e então adicionada à cuba de trabalho. Ainda, pequena quantidade de agente tensoativo (detergente) foi adicionada à água com o intuito de evitar a adesão de bolhas de ar na superfície da lata;

2º- Outra observação importante foi a formação de pequenas gotículas, no interior da embalagem, antes do início dos testes, causando diferenças entre curvas de penetração de calor para condições semelhantes. Nos casos onde pouco líquido foi adicionado à lata, com o alto vácuo interno, parte do líquido residual entrava em equilíbrio com a atmosfera interna, passando para a fase de vapor, o qual se condensava sobre as esferas de polietileno. Como resultado obtinham-se curvas de aquecimento mais rápido pelo aumento da transferência de calor no produto, através de "pontes" de água para a transferência de calor. O problema foi resolvido agitando-se vigorosamente todas as embalagens antes do início dos testes, desfazendo-se as gotículas de água.

3.7-TRANSFERÊNCIA DE CALOR

3.7.1-ENSAIOS DE PENETRAÇÃO DE CALOR EM BANCADA

Nos ensaios em bancada, foram avaliadas várias condições de processo, alterando a transferência de calor do meio de aquecimento para o produto. A temperatura de processo foi fixada em 80°C e o equipamento foi estabilizado na temperatura de trabalho, de modo a obter-se um *come up time* (CUT) nulo. Como produto foram utilizadas esferas de polietileno com diâmetro aproximado de 11mm. Foi estudado apenas o enchimento máximo da embalagem, de modo que as partículas praticamente não se movimentaram durante os ensaios de penetração de calor.

A temperatura inicial global do produto foi de aproximadamente 5°C, obtendo-se curvas de história térmica numa faixa considerável de temperatura (5 a 80°C). Os ensaios foram conduzidos até que a temperatura do produto atingisse de 1 a 0,1°C abaixo da temperatura de processo, de modo a obter-se dados suficientes para o cálculo dos coeficientes de penetração de calor.

Somente para os ensaios estáticos realizou-se resfriamento das embalagens. Nestes casos, a lata-teste foi transferida imediatamente para outro banho a 5-10°C. Nos ensaios agitados, não houve uma maneira prática e eficiente de realizar a substituição do meio de aquecimento pelo resfriamento, sem interromper a agitação.

As variáveis estudadas foram:

- rotação da lata: foi monitorada a velocidade de rotação do eixo do motor, cujo ajuste foi realizado com auxílio de cronômetros e verificado durante os ensaios;
- vácuo de recravação: o manômetro da recravadeira John Heine foi calibrado contra uma coluna de mercúrio graduada em milímetros e o vácuo efetivo na recravação foi conferido através da altura do rebaixo da tampa. As latas foram recravadas a aproximadamente 5°C;
- volume-livre de líquido: o enchimento do líquido foi calculado de modo a atingir 38 ou 23% de volume-livre na embalagem, em volume.

A princípio, foi efetuado um planejamento fatorial completo, com dois níveis para a variável volume-livre e três níveis para as variáveis vácuo de recravação e rotação, conforme descrito na Tabela 3.1.

TABELA 3.1-Fatores avaliados e seus respectivos níveis no planejamento fatorial:

Ensaio	Vácuo (pol Hg)	Volume-livre (%)	Rotação (RPM)
1	25	38	0
2	12,5	38	0
3	0	38	0
4	25	23	0
5	12,5	23	0
6	0	23	0
7	25	38	16
8	12,5	38	16
9	0	38	16
10	25	23	16
11	12,5	23	16
12	0	23	16
13	25	38	32
14	12,5	38	32
15	0	38	32
16	25	23	32
17	12,5	23	32
18	0	23	32

3.7.2-DETERMINAÇÃO DO PONTO FRIO E PERFIL DE TEMPERATURA

Para determinação do perfil de temperatura interna da embalagem durante os processamentos foram fixados no eixo axial das latas a partir do fundo da lata, 5 termopares para os ensaios estáticos a: 1/5 (localizado na interface líquido/vapor para 38% volume-livre), 1/3 , 1/2 (localizado na interface líquido vapor para 23% de volume-

livre), 2/3 e 3/4 da altura. Nos ensaios sob agitação foram fixados 4 termopares por lata a: 1/5, 1/3, 1/2 e 3/4 da altura.

Desta forma, além do ponto frio, pretendeu-se determinar o perfil de aquecimento da lata durante o processo térmico. A fixação dos termopares às latas foi efetuada através de conectores Ecklund. Os valores de temperatura, medidos pelos termopares, foram adquiridos pela interface conversora de sinal analógico/digital DianaChart, em intervalos de 3 segundos.

3.7.3-DETERMINAÇÃO DO PERFIL DE PRESSÃO INTERNA NA EMBALAGEM

Nos ensaios estáticos, paralelamente ao perfil de temperatura na embalagem, foi determinado também o perfil da pressão interna das mesmas, utilizando-se um transdutor de pressão Ellab PLC 50.

Inicialmente, foi realizada uma calibração do sensor contra uma coluna de mercúrio graduada em milímetros. Para tal, o sensor Ellab e a coluna de mercúrio foram conectadas a uma lata-teste, a qual, por sua vez, estava conectada também a um compressor/bomba de vácuo. Através da bomba, diferentes pressões (positivas e negativas) foram aplicadas ao sistema obtendo-se como resultado as leituras em mm Hg da coluna e aquelas fornecidas pelo sensor Ellab, as quais foram comparadas gerando através de análise de regressão dos dados uma equação de calibração para o mesmo.

Após a calibração do sensor, nos ensaios estáticos, os dados de pressão e temperatura foram adquiridos conjuntamente, na mesma frequência, e armazenados para posterior análise.

Uma análise mais criteriosa da pressão interna das latas através da Lei de Dalton de mistura de gases e pela equação dos gases perfeitos nos permite deduzir ou avaliar a pressão interna das embalagens:

Uma vez que:

$$PV_{ce} = nRT \quad (3.12)$$

temos que, para o caso estudado,

$$(P_{ar} + P_g)V_{ce} = (n_{ar} + n_g)RT \quad (3.13)$$

A massa de ar (m_{ar}) na lata depende do vácuo ($P_{v\u00e1cuo}$) no momento da recravação. Assim, conhecendo-se a pressão atmosférica local (P_{atm}) e o vácuo de recravação, a pressão residual (P_{ar}) pode ser calculada e o volume livre (V_{ce}) conterá uma massa de ar determinada.

$$P_{atm} - P_{vacuo} = P_{ar} = P_{residual} \quad (3.14)$$

$$P_{ar} = n_{ar}RT / V_{ce} \quad (3.15)$$

ou

$$n_{ar} = P_{ar}V_{ce} / RT \quad (3.16)$$

Com relação ao vapor de água no interior da embalagem, assim que a lata é fechada, parte da água tende a evaporar, saturando o ambiente interno da embalagem, nas condições de recravação.

$$V_{ce}\rho_g = m_g \quad (3.17)$$

ou

$$n_g = V_{ce}\rho_g / M_g \quad (3.18)$$

Assim, podemos reescrever a equação da lei de Dalton da seguinte forma:

$$PV_{ce} = \left(\frac{V_{ce}\rho_g}{M_g} + \frac{P_{ar}V_{ce}}{RT} \right) RT \quad (3.19)$$

ou

$$P = \left(\frac{\rho_g RT}{M_g} + P_{ar} \right) \quad (3.20)$$

Portanto, pela equação (3.20), a pressão interna da lata pode ser calculada, teoricamente, em função da temperatura interna e conhecendo-se a pressão residual do ar no momento da recravação. A densidade do ar pouco se modifica com a temperatura e

não foi incluída na equação anterior. Quanto ao vapor d'água, sua densidade varia substancialmente com a temperatura e, deste modo, o termo ρ_g é dependente da temperatura. Neste caso, foi introduzida na equação (3.20) a equação polinomial (3.21) que relaciona a densidade do vapor em g/m^3 e temperatura absoluta em K, modelada entre o intervalo de 10 e 180°C.

$$\rho_g(T) = 1,77\text{E-}9 \cdot T^3 - 1,68\text{E-}6 \cdot T^2 + 5,29\text{E-}4 \cdot T - 5,57\text{E-}2 \quad (3.21)$$

A Figura 3.6 ilustra a dependência da densidade do ar e a densidade do vapor de água (em g/cm^3) com a temperatura (em Kelvin). Estas curvas foram modeladas a partir dos dados descritos por FOUST *et al.* (1982).

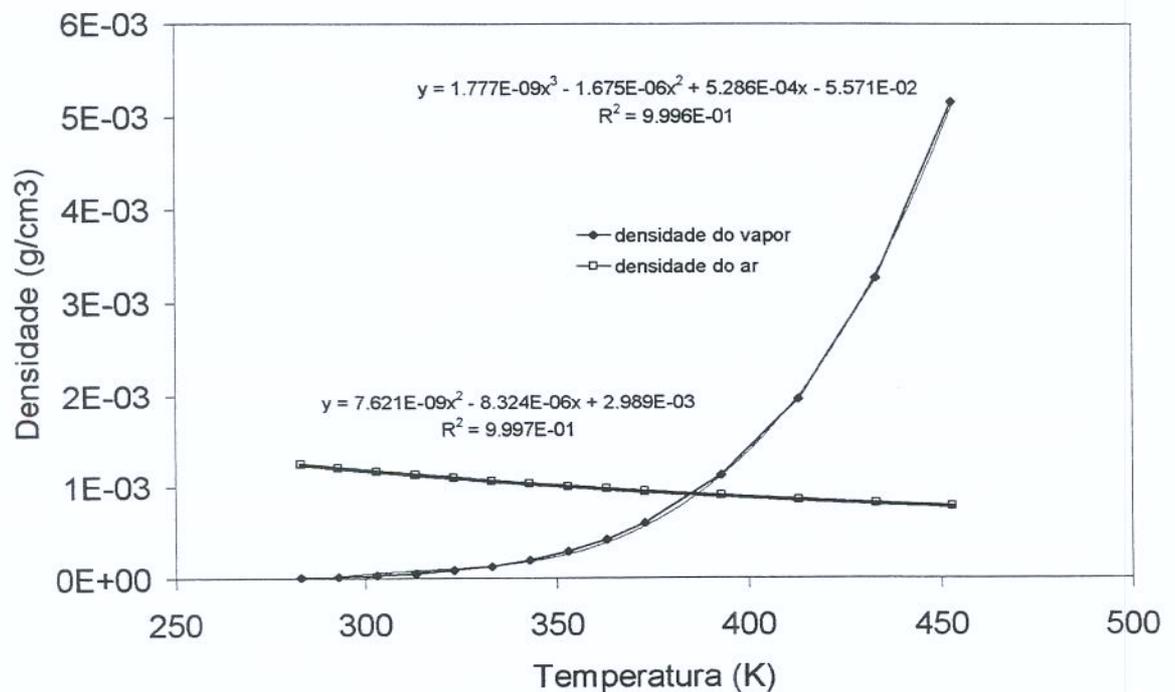


FIGURA 3.6- Relação entre a densidade e a temperatura absoluta para o vapor de água no estado saturado e para o ar.

3.7.4-DETERMINAÇÃO DA TEMPERATURA INTERNA DA ESFERA

Para determinar a temperatura interna da esfera foi utilizado o método da função de transferência em z (Salvadori *et al.*, 1994), principalmente pelo fato dos parâmetros de

penetração de calor, f_h e j_h , não terem sido obtidos, em alguns casos, de forma precisa através de regressões lineares dos dados.

Para um sistema linear, cujas propriedades são constantes no tempo, a relação entre um distúrbio $p(t)$ produzido no sistema e sua resposta $r(t)$ pode ser descrita pela seguinte equação diferencial linear:

$$\left[a_0 \frac{d^n}{dt^n} + a_1 \frac{d^{n-1}}{dt^{n-1}} + \dots + a_n \right] r(t) = \left[b_0 \frac{d^m}{dt^m} + \dots + b_m \right] p(t) \quad (3.22)$$

Levando em consideração que as funções $p(t)$ e $r(t)$ são contínuas, e que os coeficientes a_i e b_i são constantes, a transformada de Laplace da equação (3.22) fica:

$$(a_0 s^n + a_1 s^{n-1} + \dots + a_n) R(s) = (b_0 s^m + b_1 s^{m-1} + \dots + b_m) P(s) \quad (3.23)$$

Este sistema é caracterizado por sua função de transferência, definida pela seguinte equação:

$$F(s) = \frac{R(s)}{P(s)} \quad (3.24)$$

A condição inicial de nulidade para $p(t)$, $r(t)$ e suas derivadas tem de ser assumida no intuito da equação (3.23) ser resolvida.

Se o sinal $p(t)$ é amostrado em intervalos de tempo regulares, sendo Δ o intervalo de amostragem, a função $p^*(t)$ é obtida:

$$p^*(t) = p(t) \delta_{\Delta}(t) = p(t) \sum_{n=0}^{\infty} \delta(t - n\Delta) \quad (3.25)$$

Introduzindo a variável

$$z = e^{\Delta s} \quad (3.26)$$

A transformada em z da função $p(t)$ é definida como:

$$Z[p(t)] = L[p^*(t)] = \sum_{n=0}^{\infty} p(n\Delta) z^{-n} \quad (3.27)$$

A principal vantagem desta transformação é a possibilidade da mesma ser diretamente avaliada, se os valores de $P(t)$ a intervalos de tempo $t=n\Delta$ são conhecidos; e a avaliação da integral que define a transformada de Laplace não é requerida. Porém, deve ser lembrado que a análise através da Transformada de Laplace é tanto contínua como exata, enquanto a transformada em z é descontínua e aproximada, desde que na prática, somente um número finito de termos de uma série infinita é usado, e o perfil do sistema só é conhecido nos tempos $t = n\Delta$.

Assim, para um dado sistema, a função de transferência em z , $F(z)$, é definida pela relação entre a transformada em z da resposta $R(z)$ e do distúrbio $P(z)$, conforme a equação a seguir:

$$F(z) = \frac{R(z)}{P(z)} = \frac{r(0) + r(\Delta)z^{-1} + \dots + r(n\Delta)z^{-n}}{p(0) + p(\Delta)z^{-1} + \dots + p(n\Delta)z^{-n}} \quad (3.28)$$

O modo mais simples de determinar $F(z)$ consiste em medir ou calcular a resposta do sistema a um distúrbio qualquer. O pulso triangular, em dupla rampa, conforme mostrado na Figura 2.2, item 2.8, com altura I e duração de 2Δ , é interessante, pois sua transformada em z tem apenas um único termo, indicado na equação 3.29.

$$P(z) = Iz^{-1} \quad (3.29)$$

Isto significa que a função de transferência em z obtida pelas equações (3.28) e (3.29) pode ser expressa como:

$$F(z) = f_1 + f_2 z^{-1} + f_3 z^{-2} + f_4 z^{-3} + \dots \quad (3.30)$$

Os valores de f_i são chamados de coeficientes da função de transferência e são definidos (para este caso) pela equação:

$$f_i = \frac{r(i\Delta)}{I} \quad (3.31)$$

Após $F(z)$ ser conhecida, a resposta do sistema sujeita a qualquer outro distúrbio pode ser determinada, desde que o sistema seja linear neste intervalo. Rearranjando a equação (3.28), pode ser visto que a transformada em z da resposta é igual ao produto da função de transferência e a transformada em z do distúrbio. Assim, para qualquer distúrbio $e(t)$,

$$S(z) = F(z)E(z) = \sum_{n=0}^{\infty} s(n\Delta)z^{-n} \quad (3.32)$$

O valor da resposta no tempo $t = n\Delta$ será o z^{-n} coeficiente em $S(z)$:

$$S_n = s(n\Delta) = e(0)f_{n+1} + e(\Delta)f_n + e(2\Delta)f_{n-1} + \dots = \sum_{i=0}^n e(i\Delta)f_{n+1-i} \quad (3.33)$$

É importante lembrar que apesar do cálculo da resposta ser simples, a função $s(t)$ pode ser avaliada somente em intervalos constantes Δ . O valor do intervalo também afeta a precisão dos resultados. A princípio, o intervalo deve ser curto comparado ao período do distúrbio externo sob estudo. Do mesmo modo, a precisão do método é afetada pelo número de coeficientes N usados na aproximação da série infinita representada na equação (3.16). Um critério prático é:

$$\sum_{i=1}^N f_i \geq 0,99 \quad (3.34)$$

Como em nosso estudo todos os ensaios de penetração de calor foram efetuados com tempos de amostragem de 3s, seria necessário obter um sinal de pulso triangular com rampas ascendentes e descendentes de 3 segundos cada, observando-se a resposta (temperatura da esfera) a este distúrbio. Estas velocidades de troca de calor são extremamente elevadas, apresentando grande dificuldade para sua aplicação. Observou-se, porém, que um pulso de forma retangular de mesma amplitude com Δ (duração total) de 3s produziu uma excelente aproximação para as condições em estudo. A Figura 3.7 apresenta o pulso retangular, utilizado em nosso estudo, comparado ao triangular.

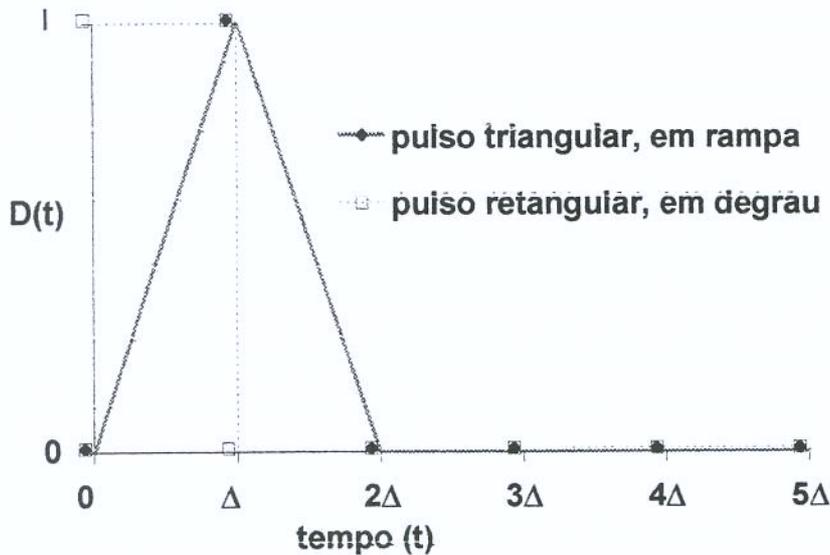


FIGURA 3.7- Pulsos triangular e retangular, representando distúrbios externos ao sistema, de amplitude I e duração de Δ (retangular) ou 2Δ (triangular)

Inicialmente, um termopar tipo T, AWG 28, com junta de medição exposta foi posicionado no centro geométrico de uma das esferas de polietileno. A esfera foi inserida num banho com água resfriada ($1,0$ a $5,0^{\circ}\text{C}$) até que sua temperatura se estabilizasse, próximo à temperatura do banho. A seguir, a esfera sofreu um pulso térmico pela transferência imediata da mesma do banho com água resfriada para outro banho pré-aquecido (75 a 80°C), por 3s (Δ) e, então, imediatamente retornou ao banho resfriado, até que a temperatura interna da esfera se equilibrasse novamente com o banho de resfriamento. Foram monitoradas as temperaturas dos meios de aquecimento, resfriamento e da esfera, simultaneamente, a intervalos de 3 segundos. Foram realizadas quatro repetições do ensaio para determinação dos coeficientes da função de transferência.

A temperatura do banho aquecido funcionou como um distúrbio no sistema, cuja resposta foi a temperatura da esfera. Deste modo, a função de transferência em z pôde ser elaborada.

A fidelidade da função de transferência obtida foi verificada para distúrbios mais complexos, transferindo-se aleatoriamente a esfera com temperatura monitorada de um banho em resfriamento para outro em aquecimento, monitorando-se as temperaturas dos

sistemas. A temperatura real da esfera (medida pelo termopar) foi comparada com aquela obtida teoricamente pela função de transferência, checando sua validade.

O ANEXO 1 apresenta um exemplo da resolução completa e detalhada da função de transferência em z aplicada ao problema descrito.

3.7.5-ENSAIOS DE PENETRAÇÃO DE CALOR NA AUTOCLAVE

A partir dos resultados dos parâmetros de penetração de calor obtidos nos ensaios em bancada, junto ao banho térmico, foram efetuados ensaios para confirmar os resultados obtidos em escala piloto em autoclave rotativa.

Nos ensaios sob agitação foram utilizados 2 termopares por lata, ambos no centro geométrico da embalagem (ponto frio), sendo um monitorando a temperatura do fluido e o outro a partícula. Nos ensaios estáticos, foram utilizados 4 termopares por lata em duas posições: a 1/5 da altura e no centro geométrico, respectivamente o ponto de aquecimento mais rápido e o ponto frio da embalagem. Nas duas posições foram monitoradas as temperaturas do fluido e da partícula. Além destes termopares, um outro sensor foi instalado no nicho da autoclave, medindo a temperatura do meio externo. Os dados de tempo e temperatura de aquisição foram efetuados através da interface DIANACHART a intervalos de 3 segundos.

O número menor de termopares nos ensaios agitados deu-se pela diferença relativamente pequena entre a velocidade de transferência de calor nos pontos de aquecimento mais lento e rápido.

3.7.6-DETERMINAÇÃO DOS COEFICIENTES DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR

Os coeficientes de transferência de calor global e convectivo na superfície da partícula foram calculados tendo-se como base os trabalhos de Stoforos & Merson (1990, 1992, 1995) e Pflug (1965).

O balanço de energia numa lata contendo um produto líquido, imersa num meio de aquecimento qualquer, considerando-se desprezível a resistência da embalagem à transferência de calor ao produto, como ocorre nas latas metálicas, pode ser descrito como:

$$U_o A_c (T_1 - T_f) = (m C_p)_f \frac{dT_f}{dt} \quad (3.35)$$

Neste caso, considerando-se um aquecimento uniforme do líquido, para a condição inicial: em $t=0$, $T=T_0$, o coeficiente global de transferência de calor pode ser dado pela expressão:

$$U_o = \frac{m_f C_{pf}}{A_c t} \ln \frac{T_1 - T}{T_1 - T_0} \quad (3.36)$$

Considerando-se os dados obtidos através da curva de penetração de calor (Yamagata *et al.* 1982),

$$U_o = \frac{2,303 m_f C_{pf}}{f_h A_c} \quad (3.37)$$

No caso de sistemas líquido/particulados, onde as estruturas sólidas estão inteiramente imersas no meio líquido, o balanço de energia fica:

$$U_o A_c (T_1 - T_f) = m_f C_{pf} \frac{dT_f}{dt} + m_p C_{pp} \frac{d \langle T_p \rangle}{dt} \quad (3.38)$$

O último termo da equação anterior é igual ao calor transferido do líquido para a superfície das partículas e, assim, podemos reescrever a equação anterior da seguinte forma:

$$U_o A_c (T_1 - T_f) = m_f C_{pf} \frac{dT_f}{dt} + h_p A_p (T_f - T_{ps}) \quad (3.39)$$

No caso particular de alimentos enlatados sob alto vácuo, devido ao pouco líquido adicionado, poderão existir três frações ou fases distintas no produto: as partículas, o líquido, e o vapor resultante da evaporação do líquido. Como a expressão "alto vácuo" representa aqueles ambientes com vácuo da ordem de 25 pol Hg, a quantidade de ar que permanece na lata é desprezível e foi desconsiderada na análise. Ocorre que parte das partículas fica imersa no líquido e outra parte no vapor, o que se traduz, teoricamente, em regiões com coeficientes de transferência de calor distintos. Geralmente, pouco líquido é adicionado e, assim, a maior parte das partículas fica imersa no vapor.

Em relação ao que foi exposto, duas aproximações foram estudadas, uma para o caso de "solid pack" agitado e outra para o "solid pack" estático.

Solid pack agitado:

Quando o sistema é bem agitado, as frações líquida e gasosa se confundem e, a princípio, as partículas estariam submersas num fluido resultante da mistura do líquido e seu vapor. Nestes casos, a equação anterior fica acrescida da contribuição do vapor:

$$U_o A_c (T_1 - T_{fg}) = m_f C_{pf} \frac{dT_f}{dt} + m_g C_{pg} \frac{dT_g}{dt} + h_p A_p (T_{fg} - T_{ps}) \quad (3.40)$$

ou mais simplesmente:

$$U_o A_c (T_1 - T_{fg}) = ((mC_p)_f + (mC_p)_g) \frac{dT_{fg}}{dt} + h_p A_p (T_{fg} - T_{ps}) \quad (3.41)$$

Onde T_{fg} representa a temperatura do fluido resultante da mistura do líquido e de seu vapor ("pseudo fase").

Como a massa de vapor é insignificante comparada à massa de líquido, podemos simplificar a expressão (3.41), de modo a ficar semelhante à expressão (3.39):

$$U_o A_c (T_1 - T_{fg}) = (mC_p)_f \frac{dT_{fg}}{dt} + h_p A_p (T_{fg} - T_{ps}) \quad (3.42)$$

Os coeficientes de transferência de calor global e convectivo na superfície da partícula podem ser expressos, respectivamente, como:

$$U_o = \frac{m_f C_{pf} (T_{u1} - T_{fgo})}{A_{ce} \int_0^{\infty} (T_1 - T_{fg}) dt} + \frac{m_p C_{pp} (T_{u1} - T_{po})}{A_{ce} \int_0^{\infty} (T_1 - T_{fg}) dt} \quad (3.43)$$

e

$$h_p = \frac{R_p \rho_p C_{pp} (\langle T_{p(tp)} \rangle - T_{po})}{3 \int_0^{\infty} (T_{fg} - T_{ps}) dt} \quad (3.44)$$

Pode-se notar que, neste caso, para a determinação de h_p , existe a necessidade dos dados numéricos de T_{ps} , difíceis de serem obtidos com precisão. Stoforos & Merson (1990) descreveram um método, baseado na transformada de Laplace, capaz de obter os coeficientes de transferência de calor global e da partícula, baseado apenas na temperatura do fluido. Esta aproximação, é bastante engenhosa do ponto de vista matemático, pois é capaz de eliminar o difícil procedimento de medição da temperatura interna de partículas. No entanto, não é totalmente adequada, pois dois parâmetros desconhecidos (U_o e h_p) são estimados a partir de um terceiro valor (variável da transformada de Laplace) e, a princípio, existem várias combinações destes dois parâmetros que podem alcançar a mesma solução.

Solid pack estático:

Quando o processo é estático, as três frações são claramente separadas, pois o líquido se acumula no fundo da lata e o vapor ocupa os espaços entre as partículas. Neste caso, um balanço de energia mais correto seria:

$$U_{fo}A_{cf}(T_1 - T_f) = (mC_p)_f \frac{dT_f}{dt} + (mC_p)_{pf} \frac{dT_{pf}}{dt} \quad (3.45)$$

para a porção das partículas imersas no líquido e

$$U_{go}A_{cg}(T_1 - T_g) = (mC_p)_g \frac{dT_g}{dt} + (mC_p)_{pg} \frac{dT_{pg}}{dt} \quad (3.46)$$

para a porção das partículas imersas no vapor

Como a porção imersa no vapor se aquece mais lentamente, esta é a porção crítica do sistema. A princípio, então, o monitoramento apenas desta porção, por conter o ponto frio do sistema, é necessário e suficiente. Observe que a diferença fundamental entre as equações (3.45) e (3.46) é a área da lata ocupada pelo vapor (A_{cg}) e a área da lata ocupada pelo fluido (A_{cf}). A determinação da área, por sua vez, é dependente do volume-livre na lata.

Para o enchimento com 38% de volume-livre, obtém-se um espaço-livre na lata que corresponde a 80% da altura da mesma. Assim, a área calculada foi:

$$A_{Cg} = (\pi D_e^2 / 4) + (\pi D_e (L_e - (r_f + r_t))) * 0,80 \quad (3.47)$$

e

$$A_{Cf} = (\pi D_e^2 / 4) + (\pi D_e (L_e - (r_f + r_t))) * 0,20 \quad (3.48)$$

Os coeficientes de transferência de calor na fase de vapor, nestes casos, foram calculados no ponto de aquecimento mais lento, pelas equações a seguir, que são modificações das equações (3.43) e (3.44).

$$U_{g_o} = \frac{m_g C_{pg} (T_{u1} - T_{go})}{A_{cg} \int_0^{\infty} (T_1 - T_g) dt} + \frac{m_p C_{pp} (T_{u1} - T_{po})}{A_{cg} \int_0^{\infty} (T_1 - T_g) dt} \quad (3.49)$$

e

$$h_{pg} = \frac{R_p \rho_p C_{pp} (<T_{p(tp)}> - T_{po})}{3 \int_0^{\infty} (T_g - T_{ps}) dt} \quad (3.50)$$

Os coeficientes de transferência de calor na fase de líquido, por outro lado, foram calculados no ponto de aquecimento mais rápido, pelas equações a seguir:

$$U_{f_o} = \frac{m_f C_{pf} (T_{u1} - T_{fo})}{A_{cf} \int_0^{\infty} (T_1 - T_f) dt} + \frac{m_p C_{pp} (T_{u1} - T_{po})}{A_{cf} \int_0^{\infty} (T_1 - T_f) dt} \quad (3.51)$$

e

$$h_{pf} = \frac{R_p \rho_p C_{pp} (<T_{p(tp)}> - T_{po})}{3 \int_0^{\infty} (T_f - T_{ps}) dt} \quad (3.52)$$

Observa-se que nas equações para determinação do coeficiente global de transferência de calor (3.43, 3.49 e 3.51) têm-se, no denominador, a integral no tempo da diferença entre a temperatura do meio de aquecimento e a temperatura interna do fluido

na lata (T_{fg} , T_f ou T_g), facilmente determinada em todos os casos. Em função disso, estes valores tendem a ser bem estimados.

Com relação aos valores dos coeficientes de transferência de calor na superfície das partículas, valor de h , o mesmo já não pode ser afirmado. No denominador das expressões (3.44), (3.50) e (3.52) está a integral no tempo da diferença entre a temperatura do fluido (T_{fg} , T_f ou T_g) e a temperatura na superfície da partícula. Na verdade, a temperatura na superfície da partícula não foi determinada, mas sim a temperatura próxima ao seu centro geométrico. Assumir a temperatura no centro da esfera para determinar o valor de h só seria possível nos casos onde a resistência interna à transferência de calor fosse pequena ($Biot < 0,1$), pois assim, a diferença entre a temperatura no centro e na superfície seriam desprezíveis, o que conduziria a resultados bem estimados.

Em nosso estudo foi realizada uma solução relativamente mais simples para a determinação da temperatura da superfície da partícula, baseada nas funções de transferência:

- Inicialmente, a partir da temperatura do fluido (distúrbio), foi possível medir a temperatura no centro da partícula (resposta ao distúrbio).
- Em seguida, calculamos o valor de Biot, para cada condição de ensaio, a partir das soluções numéricas para temperaturas transientes em esferas descritas por Pflug (1965). A Tabela 3.2 apresenta a relação da expressão ($f_h \alpha^4 / D_p^2$) em função de Biot.
- Quando $Biot < 0,1$, os valores de h puderam ser obtidos através das equações (3.44), (3.50) e (3.52). De qualquer modo, foram comparados com aqueles oriundos da Tabela 3.2.
- Quando $Biot > 0,1$ utilizou-se a Tabela 3.2.
- Para os ensaios realizados em autoclave, onde os valores da temperatura no centro das esferas foi medido através de sensores, o mesmo raciocínio foi aplicado, apenas utilizando-se tanto os dados reais como aqueles preditos pela função de transferência em z .

TABELA 3.2- Soluções numéricas para esferas (Pflug, 1965):

Biot	$f\alpha 4/D_p^2$	J
0,00013	5756,46273	1,000040
0,00030	2558,42788	1,000090
0,00053	1439,11568	1,000160
0,00083	912,03404	1,000250
0,00120	639,60697	1,000360
0,00241	318,69690	1,000723
0,00404	190,29629	1,001211
0,00608	126,34212	1,001824
0,00855	89,94473	1,002563
0,01082	71,06744	1,003245
0,02264	34,06191	1,006781
0,03883	19,91856	1,011620
0,05950	13,05320	1,017781
0,08476	9,21034	1,02583
0,12298	6,39607	1,036586
0,22303	3,59779	1,06847
0,35791	2,30259	1,104494
0,53346	1,59902	1,153260
0,75853	1,17479	1,212969
1,13096	0,84576	1,304219
1,77705	0,60555	1,439317
2,81653	0,45483	1,600330
4,79541	0,35411	1,775242
10,49531	0,28348	1,930778
13,33971	0,27191	1,954322
18,13822	0,26104	1,973801
28,03952	0,25080	1,988439
60,83910	0,24116	1,997426
99,40785	0,23806	1,999022
122,72711	0,23715	1,999356
160,32505	0,23624	1,999621
231,11014	0,23533	1,999817
413,75948	0,23443	1,999943
1972,55075	0,23354	1,999997

4- RESULTADOS

4.1- MONTAGEM DO EQUIPAMENTO PARA TESTES-PILOTO EM BANCADA

Uma visão geral do Equipamento montado, com a cuba, agitador, motor de rotação, junta rotativa, placa de aquisição de dados e demais acessórios pode ser visualizada nas Figuras 4.1, 4.2 e 4.3.

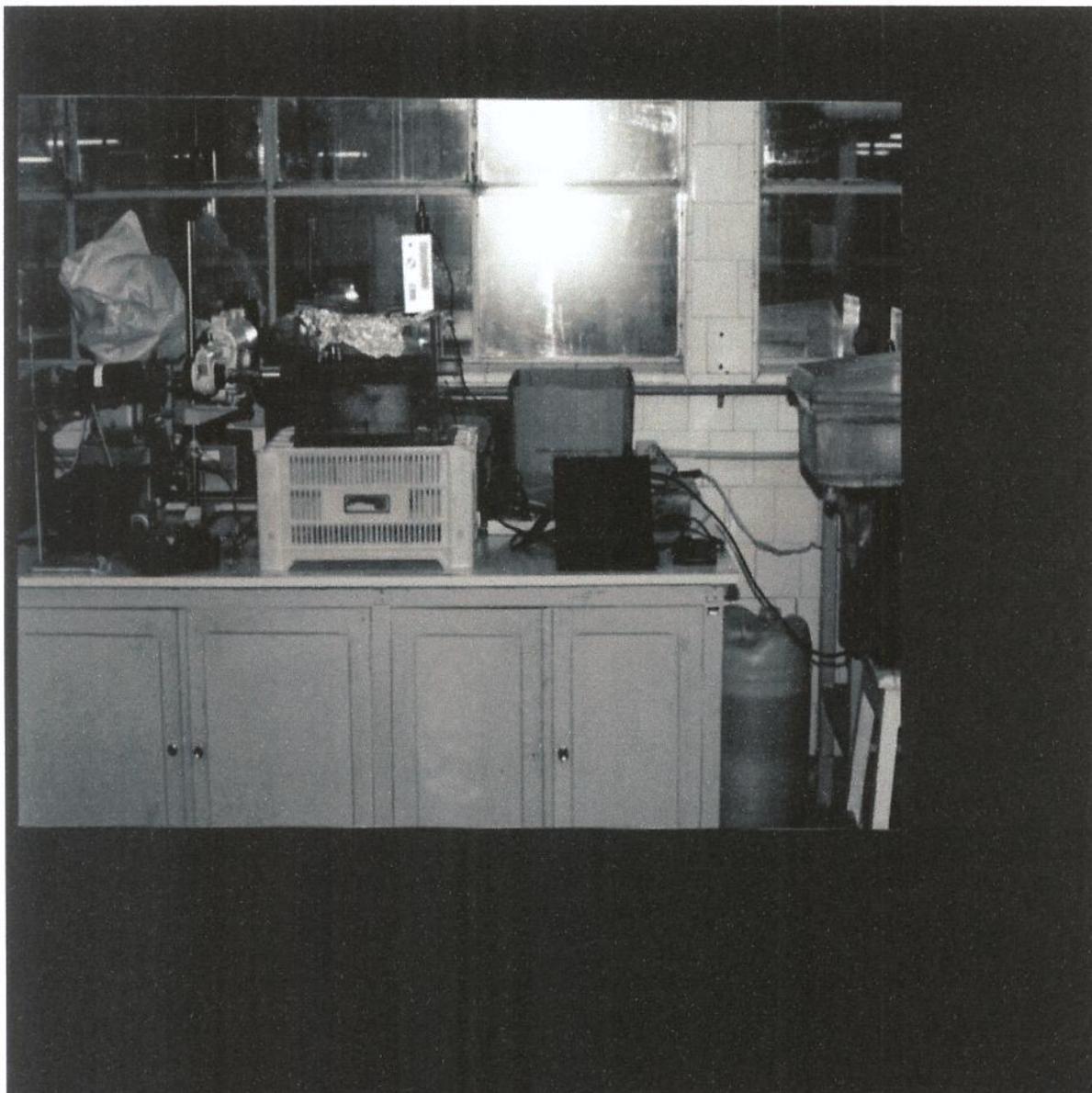


FIGURA 4.1- Vista geral do equipamento.

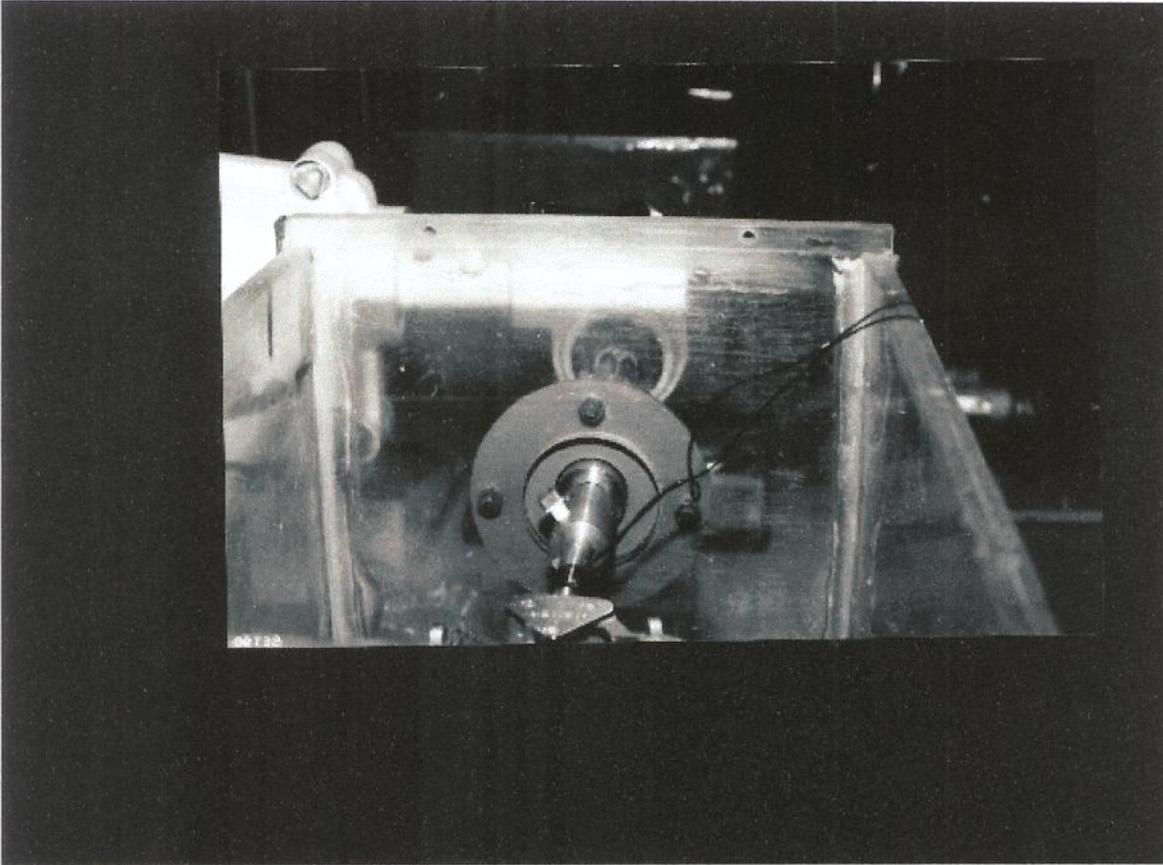


FIGURA 4.2- Vista interna da cuba.

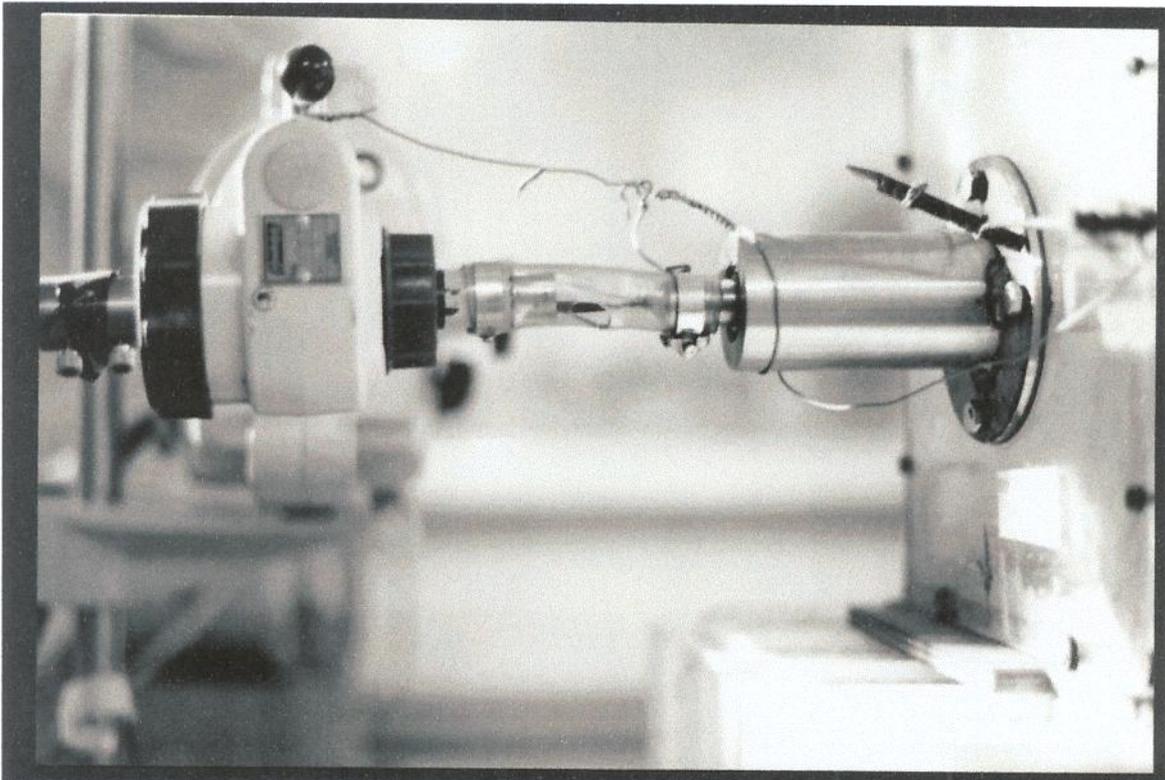


FIGURA 4.3- Detalhe do sistema de transmissão de potência do eixo do motor ao dispositivo de rotação.

A conexão entre o eixo do dispositivo e o motor de tração foi feita utilizando-se uma mangueira flexível, evitando-se, deste modo, perdas de potência e desgaste das vedações pelo não-alinhamento das partes móveis. Este detalhe pode ser observado na Figura 4.3.

4.2- CARACTERIZAÇÃO DAS ESFERAS

4.2.1- DETERMINAÇÃO DO DIÂMETRO DAS ESFERAS

Diâmetro medido: $\varnothing = 1,085\text{cm} \pm 0.008\text{cm}$

4.2.2- DETERMINAÇÃO DA MASSA DAS ESFERAS

50 esferas distintas tomadas ao acaso (três repetições); massa total: $23,01\text{g} \pm 0,05$

$m_e = 0,46\text{g}$

4.2.3- DETERMINAÇÃO DO VOLUME DAS ESFERAS

O volume da esfera, determinado pela equação (3.3): $V_p = \frac{1}{6} \pi D_p^3$, foi de:

$V_p = 0,669\text{cm}^3$

4.2.4.- DETERMINAÇÃO DA ÁREA SUPERFICIAL DAS ESFERAS

A área superficial das esferas foi determinado pela equação (5.1): $A_p = \pi D_p^2$

Seu valor foi de $A_p = 3,698 \text{ cm}^2$

4.2.5- DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE DAS ESFERAS

A densidade das esferas foi determinada pela equação (5.2): $\rho_p = \frac{m_p}{V_p}$

$\rho_p = 0,46\text{g}/0,669\text{cm}^3$, ou $\rho_p = 0,69\text{g}/\text{cm}^3$

4.2.6- DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE APARENTE DAS ESFERAS

A densidade aparente das esferas, determinada pela equação (5.4): $\rho_{ap}=m_p / V_{ap}$, foi de:

$$m_p = (92,80 + 93,96 + 93,38)g/3 = 93,38g$$

$$V_{ap} = 250cm^3$$

$$\rho_{ap} = 0,37g/cm^3$$

4.2.7- DETERMINAÇÃO DA DIFUSIVIDADE TÉRMICA DAS ESFERAS

A difusividade térmica da esfera foi calculada através de ensaio de penetração de calor. Para os testes realizados obtiveram-se valores descritos na Tabela 4.1. A Figura 4.4 apresenta os resultados dos testes 1 e 2 de penetração de calor.

TABELA 4.1- Valores de fh obtidos durante os teste de penetração de calor em esfera

Teste	fh (s)	r ²	jh
1	30,2	0,9996	0.80
2	29.8	0,9996	0.79
Média	30.0	-	0.80

Utilizando-se a relação de Ball & Olson (1957), descrita pela equação (5.5): $\alpha_p = 0,233(D_p / 2)^2 / fh$, e aplicando-se o valor médio de fh = 30,0s obteve-se um valor de $\alpha_p = 2,29E-7m^2/s$ para esta propriedade. A difusividade térmica das esferas de polietileno foi considerada constante, ou seja, independente da localização do sensor de medida e da temperatura.

A equação (4.1), a seguir, apresenta a relação do valor de j em relação à posição de medida para esferas (Ball & Olson, 1957), para valores de Biot elevados (Pflug *et al*, 1965):

$$j = 0,63662 \frac{r}{x} \operatorname{sen}\left(\frac{\pi x}{r}\right) \quad (4.1)$$

Onde r é a medida do raio da esfera e x é a posição, na esfera, medida a partir do centro, quando x = 0, posição desejada pelo sensor de temperatura.

O valor de j_h médio de 0,80 foi diferente do valor teórico de $j_h=2$ para sólidos esféricos. Para o caso em questão, o valor de $j = 0,80$, significaria que a posição real da medida estava 3,6mm distante do centro. Visualmente, isto não foi observado, o que leva a supor que a dimensão reduzida da esfera e a incapacidade do aquisitor de dados em perceber as primeiras leituras de temperatura na esfera, a intervalos menores que 3 segundos, contribuíram para este resultado.

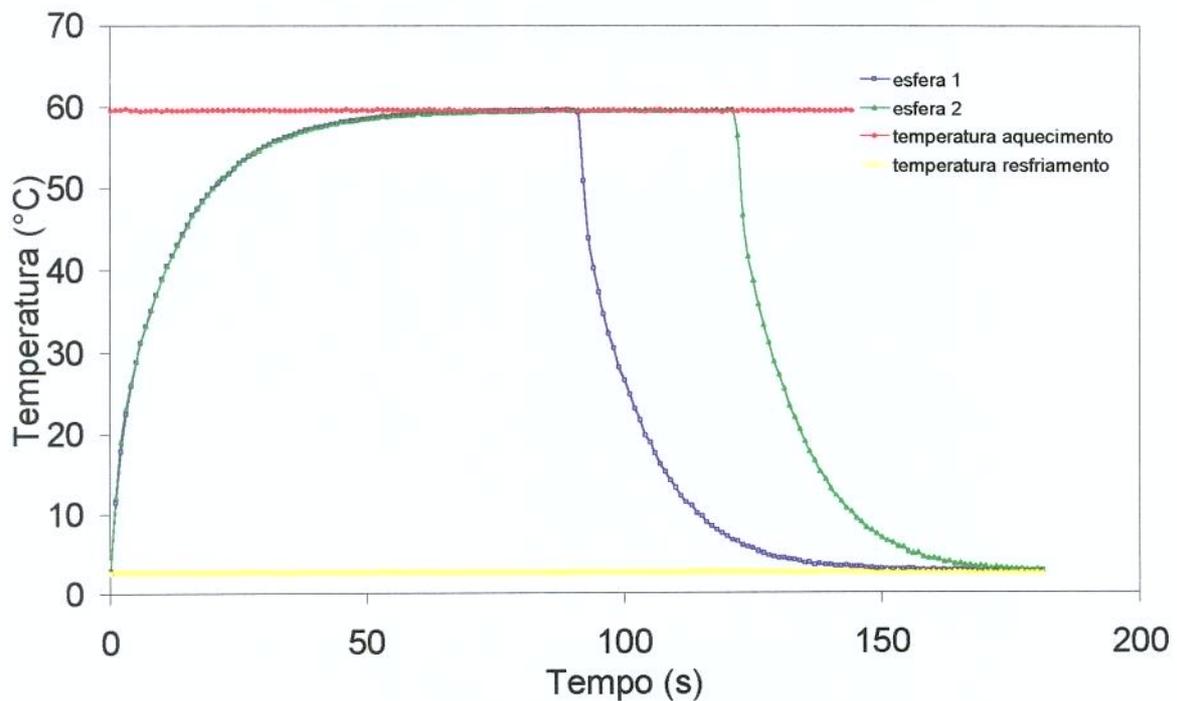


FIGURA 4.4- Ensaio de penetração de calor na esfera para cálculo da difusividade térmica

4.2.8- VALOR DO C_p DAS ESFERAS

O valor do C_p da esfera de PEAD obtido através dos dados da literatura (Hayes, 1992) foi: $C_{p_p} = 2,303 \text{ kJ/kg}^\circ\text{C}$

4.2.9- DETERMINAÇÃO DA CONDUTIVIDADE TÉRMICA DAS ESFERAS

A condutividade térmica, calculada matematicamente através da equação (2.6):

$$K_p = \alpha_p \rho_p C_{p_p}, \text{ foi de } K_p = 0,314 \text{ W/m}^\circ\text{C}.$$

A Tabela 4.2 apresenta resumidamente as propriedades térmicas das esferas estudadas, bem como os valores teóricos (Hayes, 1997) esperados para materiais semelhantes.

TABELA 4.2- Propriedades térmicas de materiais plásticos.

Material	Condutividade térmica W/m°C	Calor específico kJ/kg°C	Densidade g/cm ³	Difusividade térmica m ² /s
Polietileno de alta densidade	0,485	2,303	0,961	2,19E-7
Polietileno de baixa densidade	0,329	2,303	0,929	1,54E-7
Material das esferas estudadas	0,314*	2,303**	0,688	2,35E-7

* Cálculo teórico pela equação (2.6)

** Considerado valores encontrados na literatura para materiais semelhantes

Analisando os resultados da Tabela 4.2 observa-se que o material das esferas estudadas apresenta um valor de difusividade térmica semelhante ao relatado na literatura para o polietileno de alta densidade. Esta propriedade, determinada experimentalmente, é fundamental na velocidade de aquecimento das esferas. A densidade das esferas também foi determinada experimentalmente, porém, quando comparada com os valores encontrados na literatura para o polietileno, tanto de alta como baixa densidade, esta propriedade mostrou-se bastante inferior. Este valor da densidade colaborou com o baixo valor da condutividade térmica, determinada matematicamente, uma vez que são diretamente proporcionais. Quanto ao valor do calor específico, esta propriedade não varia muito com materiais plásticos semelhantes e, desta forma, acreditamos que seu valor não está muito longe do real.

Comparada a gêneros alimentícios, o valor da condutividade térmica para a esfera em estudo (0,314W/m°C) é semelhante a valores já relatados na literatura (Woodams & Nowrey, 1968) para ervilhas (0,311W/m°C) e brócolis em pedaços (0,381W/m°C).

4.3- CARACTERIZAÇÃO DAS EMBALAGENS

4.3.1- DETERMINAÇÃO DAS DIMENSÕES DA EMBALAGEM

As dimensões da embalagem, obtidas com auxílio de um paquímetro Mytutoio calibrado, estão apresentadas na Tabela 4.3.

TABELA 4.3- Dimensões da lata modelo 73x95

Dimensão Nominal	Dimensão Real (mm)
Espessura tampa - e_t	0.25 ± 0.01
Espessura fundo - e_f	0.25 ± 0.01
Espessura corpo - e_c	0.23 ± 0.01
Diâmetro interno - D_i	73.00 ± 0.19
Diâmetro externo - D_e	73.30 ± 0.10
Altura interna - L_i	$87,8 \pm 0.13$
Altura externa - L_e	94.40 ± 0.11
Rebaixo da tampa - r_t	3.50 ± 0.03
Rebaixo do fundo - r_f	3.10 ± 0.02

4.3.2- DETERMINAÇÃO DO VOLUME INTERNO DA EMBALAGEM

Através das medidas internas da embalagem seu volume foi calculado utilizando-se a equação (5.10): $V_{CE} = (\pi D_i^2 / 4) L_i$

$$V_{in} = 367,5\text{cm}^3$$

4.3.3- DETERMINAÇÃO DA ÁREA EXTERNA DA EMBALAGEM

Através das medidas externas da embalagem sua área foi calculada pela equação (3.11): $A_C = (2\pi D_e^2 / 4) + (\pi D_e (L_e - (r_f + r_t)))$

$$A_c = 286,6\text{cm}^2$$

4.4- ENCHIMENTO PARA ENSAIOS DE PENETRAÇÃO DE CALOR EM LATAS

Para a lata utilizada totalmente cheia com as esferas de diâmetro 1,085cm podemos descrever, segundo a equação (3.7):

$$\text{Volume livre} = \text{Volume da lata} - \text{volume das esferas}$$

Pela densidade aparente das esferas (equação 3.4), obtém-se a massa das mesmas na lata:

$$m_p = (V_{\text{total}} * \rho_{\text{ap}}) = 367,5 * 0,37 = 136,0\text{g}$$

O volume das esferas obtém-se pela equação (3.2) da densidade:

$$V_p = (m_p / \rho_p) = 197,7\text{cm}^3$$

$$\text{Volume livre máximo} = (367,5 - 197,7) = 169,8\text{cm}^3$$

Desse modo, para a lata empregada foi possível acomodar, com agitação, aproximadamente 136g de esferas, sendo esse o enchimento total da embalagem, utilizado em todos os ensaios.

O volume de líquido adicionado proporcionou um volume-livre correspondente. Neste caso, foi verificado que adicionando-se 30ml de água foi obtido um volume-livre na lata de aproximadamente 38% ou um espaço-livre de 80% com relação à altura interna da lata ocupada pelo líquido, o que caracteriza um produto convencional tipo "solid pack".

$$\text{Volume-livre} = (169,8-30)/367,5 \quad \times 100\% \quad = 38,0\%$$

Já para se obter um volume-livre de aproximadamente 23% (ou um espaço-livre de 50% com relação à altura interna da lata ocupada pelo líquido) foram necessários 85ml de água.

$$\text{Volume-livre} = (169,8-85)/367,5 \quad \times 100\% \quad = 23,1\% \text{ ou } \sim 23\%$$

Quanto à massa de vapor d'água na lata, dependeu do volume-livre disponível. Considerando-se vácuo absoluto na lata:

$$\text{Volume-livre} = \text{volume da lata} - \text{volume das esferas} - \text{volume de líquido}$$

$$\text{Para 38\% de volume-livre, Volume-livre} = 367,5 - 136/0,688 - 30 = 139,8\text{ml}$$

$$\text{Para 23\% de volume-livre, Volume-livre} = 367,5 - 136/0,688 - 85 = 84,8\text{ml} \quad .$$

A 80°C o valor de ρ_g é de aproximadamente 0,303kg/m³, (Hayes, 1992). Assim, obtivemos $m_g=4,2359E-5$ kg para 38% de volume-livre e $m_g=2,5694E-5$ kg para 23% de volume-livre.

A 120°C o valor de ρ_g é de aproximadamente 1,131kg/m³ (Hayes, 1992). Assim, obtivemos $m_g=1,5811E-4$ kg para 38% de volume-livre e $m_g=9,5909E-5$ kg para 23% de volume-livre.

A massa de vapor na lata depende da pressão interna da mesma e, portanto, estes valores são aproximados, porém suficientes para indicar uma relação cerca de 1000 vezes maior da massa de água na forma líquida com seu vapor, dentro da lata.

TABELA 4.4- Relação de enchimento nos ensaios utilizados:

volume-livre (%)	espaço-livre (mm)	quantidade de esferas adicionada (kg)	quantidade de água adicionada (l)	Quantidade de vapor gerada (kg)
38	70	0,136	0,030	4,2359E-5*
				1,5811E-4**
23	44	0,136	0,085	2,5694E-5*
				9,5909E-5**

*80°C; ** 120°C

4.5- CONVERSÃO DE DEFORMAÇÃO NA EMBALAGEM E PRESSÃO INTERNA

A relação entre a deformação da embalagem e a pressão aplicada é apresentada na Tabela 4.5 a seguir. A partir destes resultados foi possível observar se as latas processadas não sofreram qualquer tipo de dano, provocando vazamento ou perda de vácuo durante os ensaios. Aquelas latas cujas medidas de deformação não corresponderam à pressão interna desejada foram rejeitadas na análise dos cálculos dos coeficientes de transferência de calor. Este procedimento garantiu a qualidade dos resultados obtidos.

TABELA 4.5- Relação entre deformação e pressão interna da embalagem.

Pressão na coluna (mm Hg)	Deformação (mm)
0	-0,05
-50	-0,23
-100	-0,41
-150	-0,55
-200	-0,69
-250	-0,79
-300	-0,90
-350	-1,00
-380	-1.03
50	0,24
100	0,56
150	0,91
200	1,20
250	1,38
300	1,53

4.6- TRANSFERÊNCIA DE CALOR

4.6.1- ENSAIOS DE PENETRAÇÃO DE CALOR EM BANCADA

Nos ensaios em bancada, foram avaliadas várias condições de processo, alterando a velocidade de transferência de calor, do meio de aquecimento para o produto.

A seqüência de Figuras a seguir, 4.5 a 4.40, mostra na ordem dos ensaios de 01 a 18, as curvas de História Térmica (temperatura em função do tempo) e as curvas de Penetração de Calor ($\log(T_1-T)$ em função do tempo), ambas para cada condição do estudo.

A Tabela 4.6, a seguir, resume as condições de cada teste e suas respectivas figuras. As notações “termopar a 1/5h, 1/3h, 1/2h, 2/3h e 3/4h” referem-se à localização do termopar com base na altura da lata.

TABELA 4.6- Testes realizados e suas respectivas variáveis resumidas:

Teste #	RPM	Vácuo	Volume-livre %	Figura #	Tipo
1	0	25	38	4.5	história térmica
1	0	25	38	4.6	penetração de calor
2	0	12,5	38	4.7	história térmica
2	0	12,5	38	4.8	penetração de calor
3	0	0	38	4.9	história térmica
3	0	0	38	4.10	penetração de calor
4	0	25	23	4.11	história térmica
4	0	25	23	4.12	penetração de calor
5	0	12,5	23	4.13	história térmica
5	0	12,5	23	4.14	penetração de calor
6	0	0	23	4.15	história térmica
6	0	0	23	4.16	penetração de calor
7	16	25	38	4.17	história térmica
7	16	25	38	4.18	penetração de calor
8	16	12,5	38	4.19	história térmica
8	16	12,5	38	4.20	penetração de calor
9	16	0	38	4.21	história térmica
9	16	0	38	4.22	penetração de calor
10	16	25	23	4.23	história térmica
10	16	25	23	4.24	penetração de calor
11	16	12,5	23	4.25	história térmica
11	16	12,5	23	4.26	penetração de calor
12	16	0	23	4.27	história térmica
12	16	0	23	4.28	penetração de calor
13	32	25	38	4.29	história térmica
13	32	25	38	4.30	penetração de calor
14	32	12,5	38	4.31	história térmica
14	32	12,5	38	4.32	penetração de calor
15	32	0	38	4.33	história térmica
15	32	0	38	4.34	penetração de calor
16	32	25	23	4.35	história térmica
16	32	25	23	4.36	penetração de calor
17	32	12,5	23	4.37	história térmica
17	32	12,5	23	4.38	penetração de calor
18	32	0	23	4.39	história térmica
18	32	0	23	4.40	penetração de calor

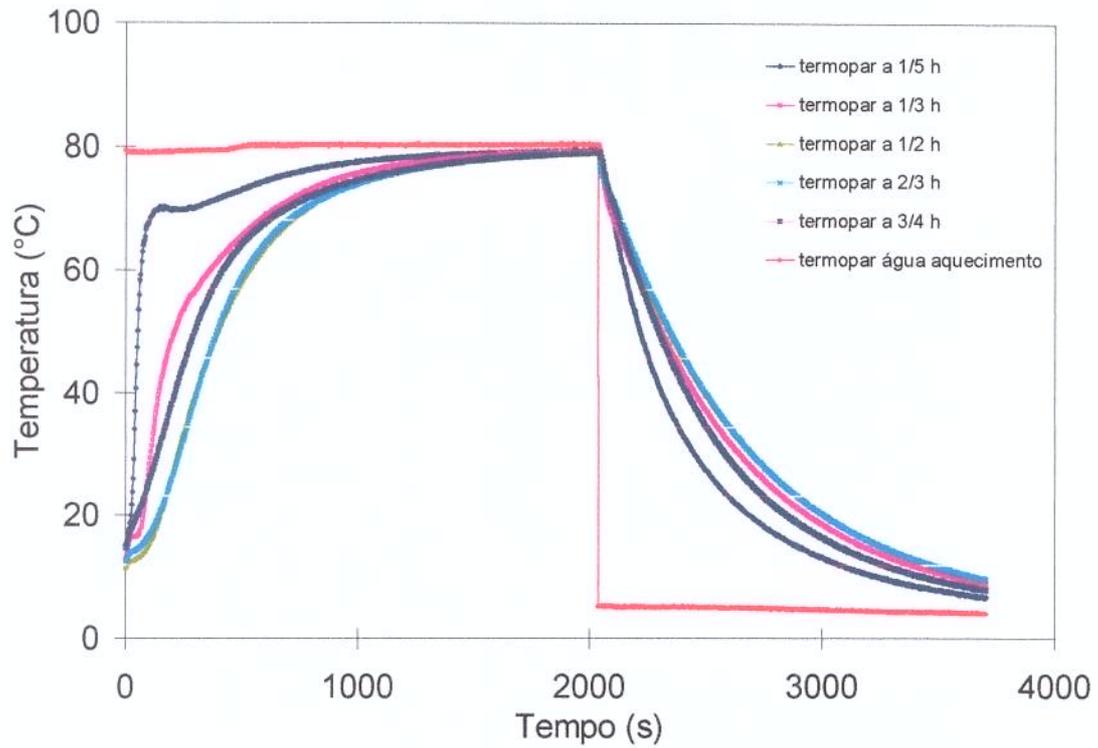


FIGURA 4.5a- História térmica: ensaio estático, sob vácuo de 25 pol de Hg e volume-livre de 38%.

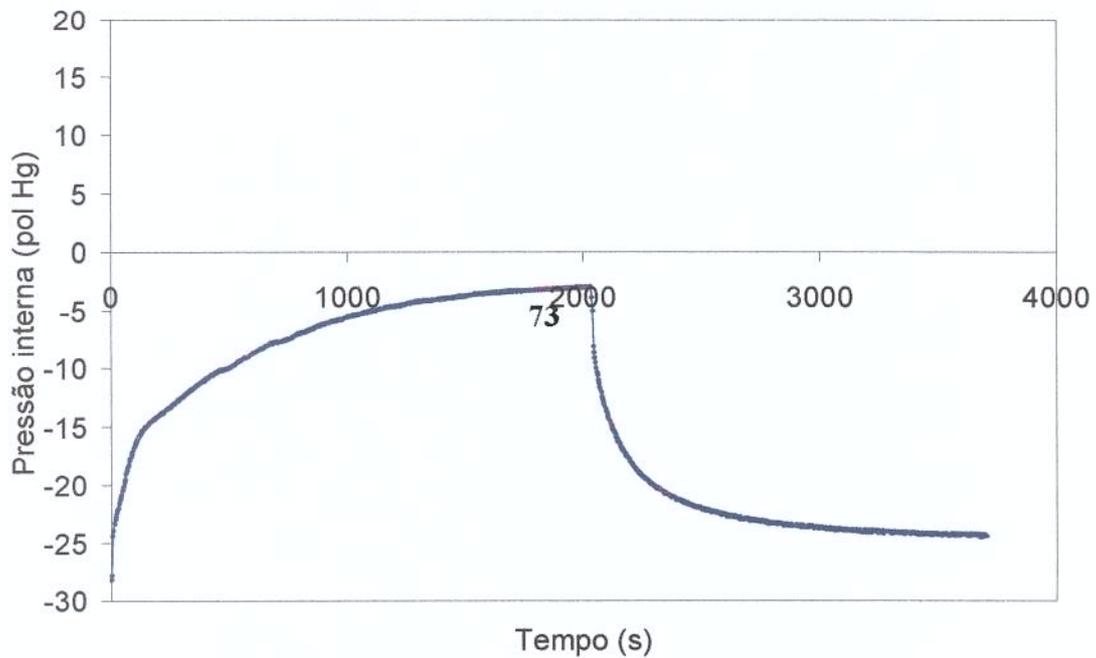


FIGURA 4.5b- História de pressão: ensaio estático, sob vácuo de 25 pol de Hg e volume-livre de 38%.

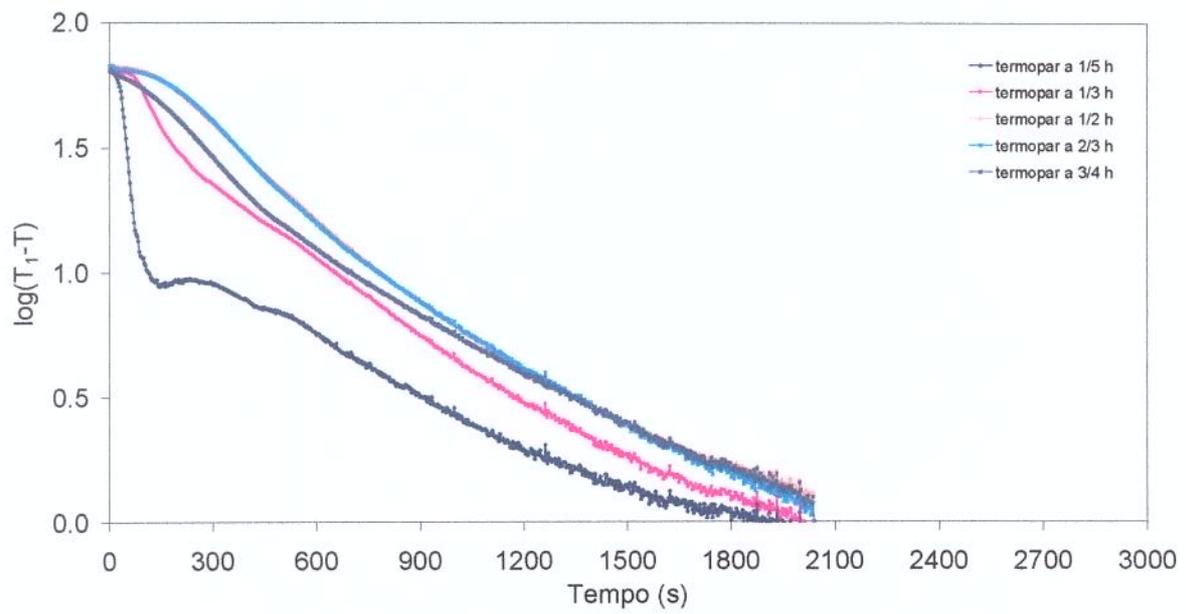


FIGURA 4.6- Curvas de penetração de calor: ensaio estático, sob vácuo de 25 pol de Hg e volume-livre de 38%.

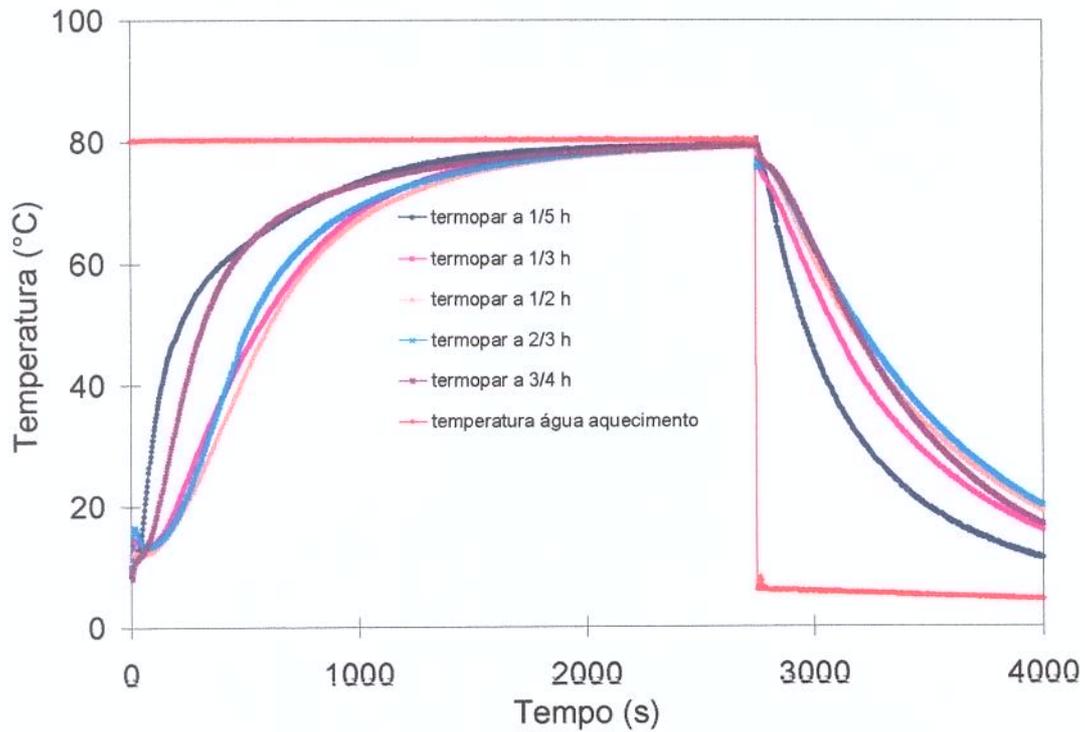


FIGURA 4.7a- História Térmica: ensaio estático, sob vácuo de 12,5 pol de Hg e volume-livre de 38%.

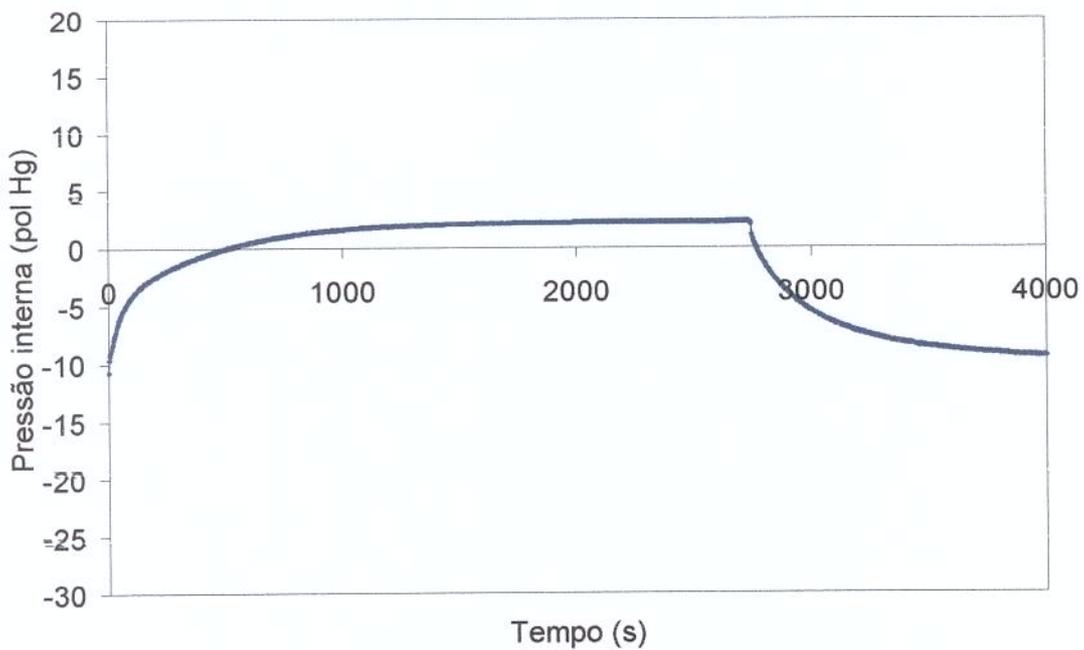
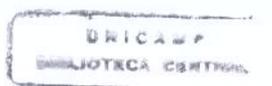


FIGURA 4.7b- História de pressão: ensaio estático, sob vácuo de 12,5 pol de Hg e volume-livre de 38%.



UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO CIRCULANTE

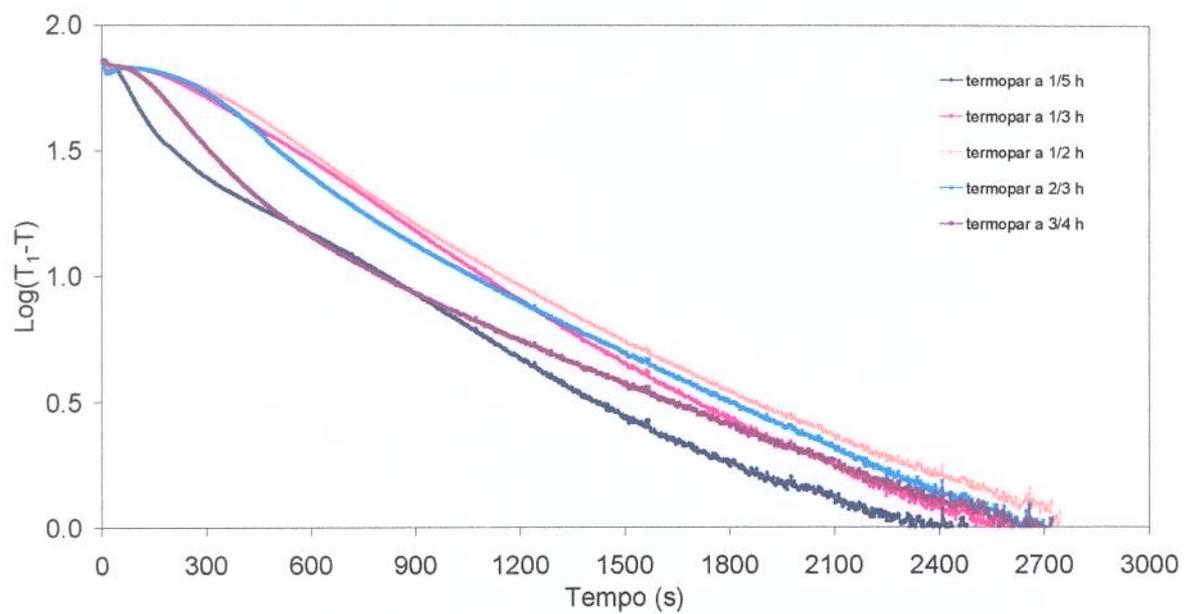


FIGURA 4.8- Curvas de penetração de calor: ensaio estático, sob vácuo de 12,5 pol de Hg e volume-livre de 38%.

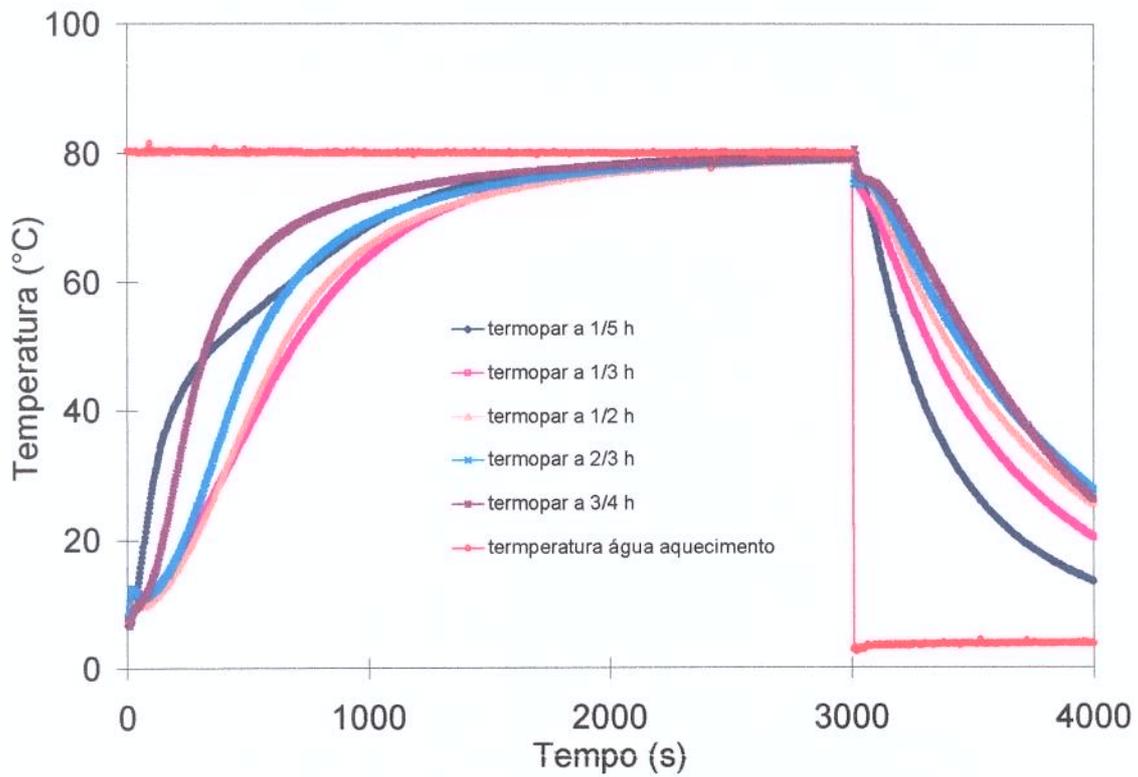


FIGURA 4.9a- História térmica: ensaio estático, sem vácuo e volume-livre de 38%.

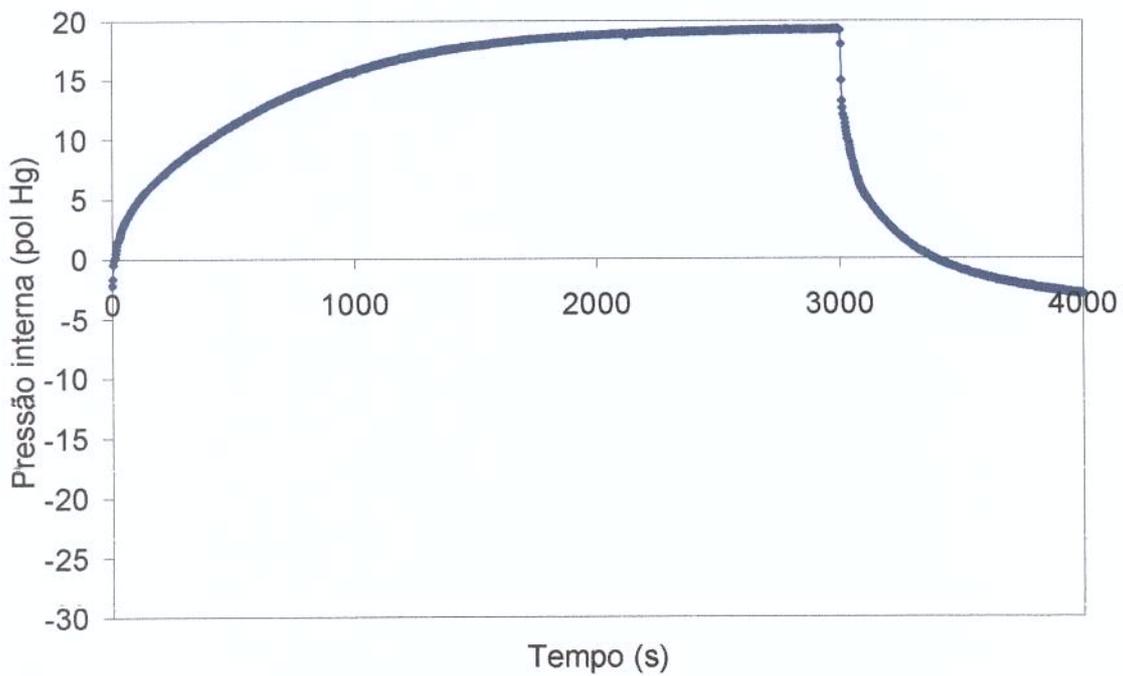


FIGURA 4.9b- História de pressão: ensaio estático, sem vácuo e volume-livre de 38%.

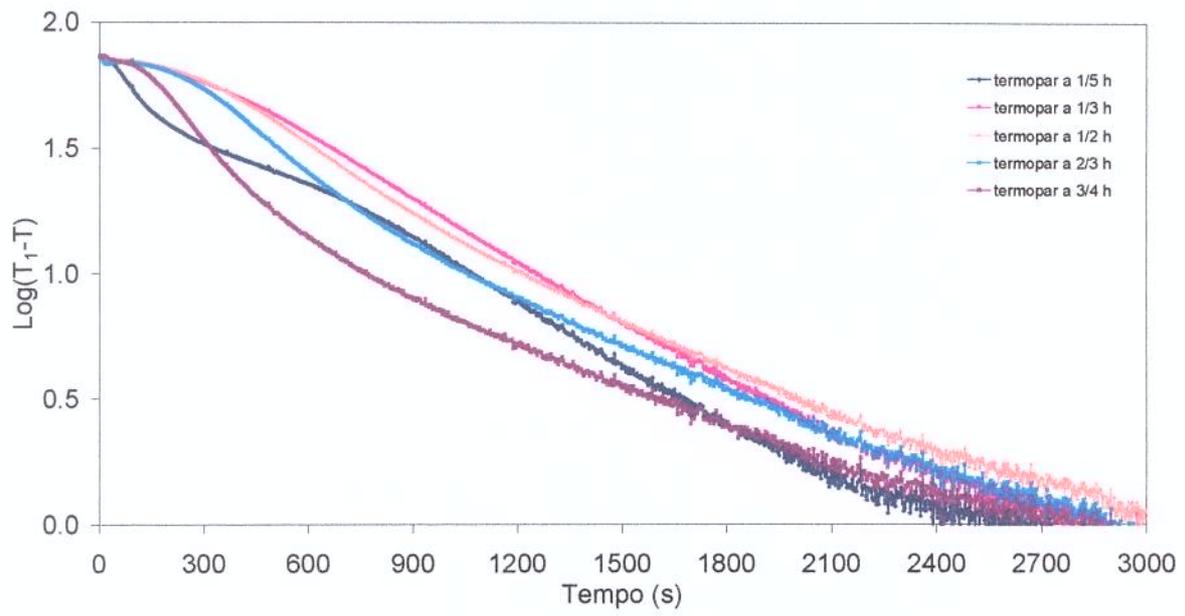


FIGURA 4.10- Curvas de penetração de calor: ensaio estático, sem vácuo e volume-livre de 38%.

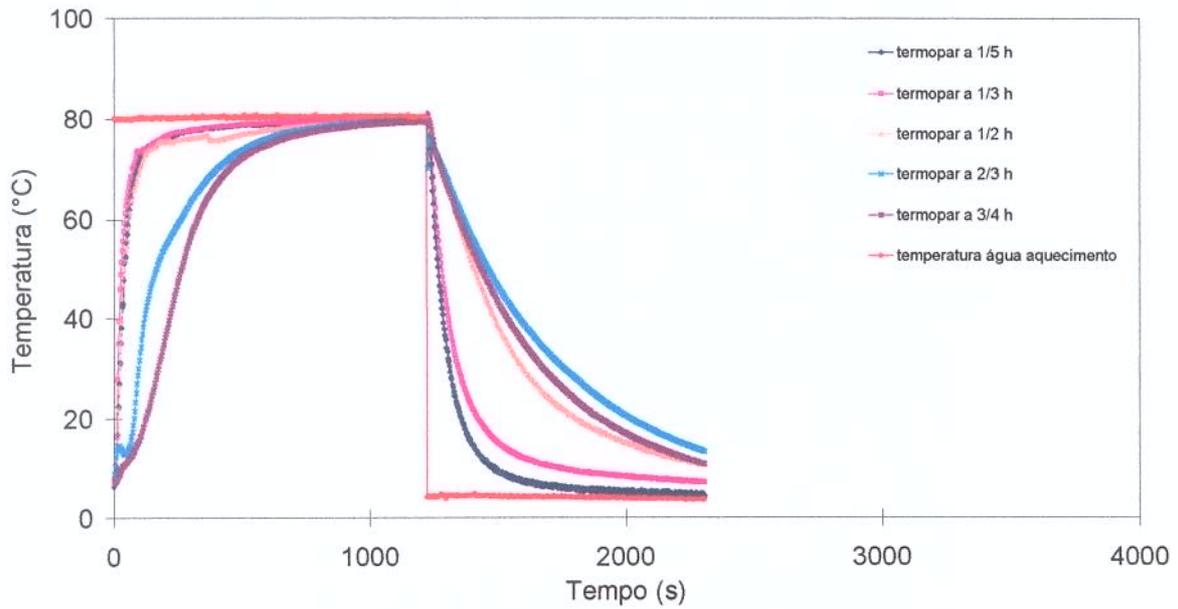


FIGURA 4.11a- História térmica: ensaio estático, sob vácuo de 25 pol de Hg e volume livre de 23%.

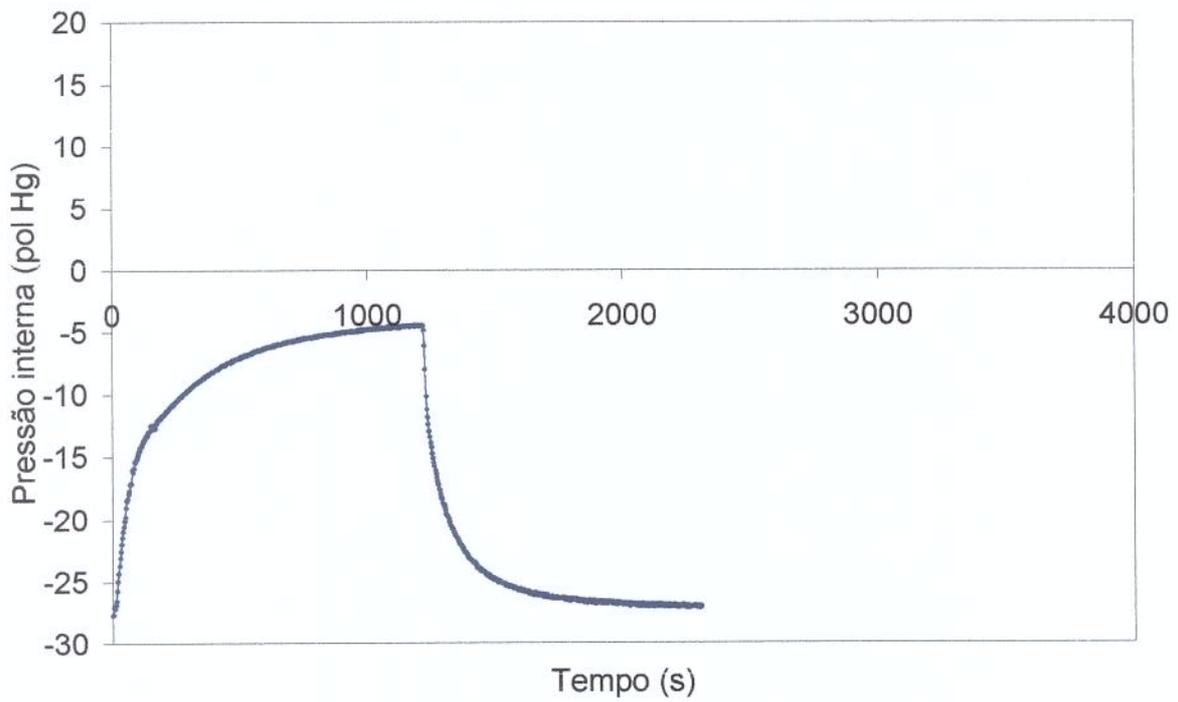


FIGURA 4.11b- História de pressão: ensaio estático, sob vácuo de 25 pol de Hg e volume livre de 23%.

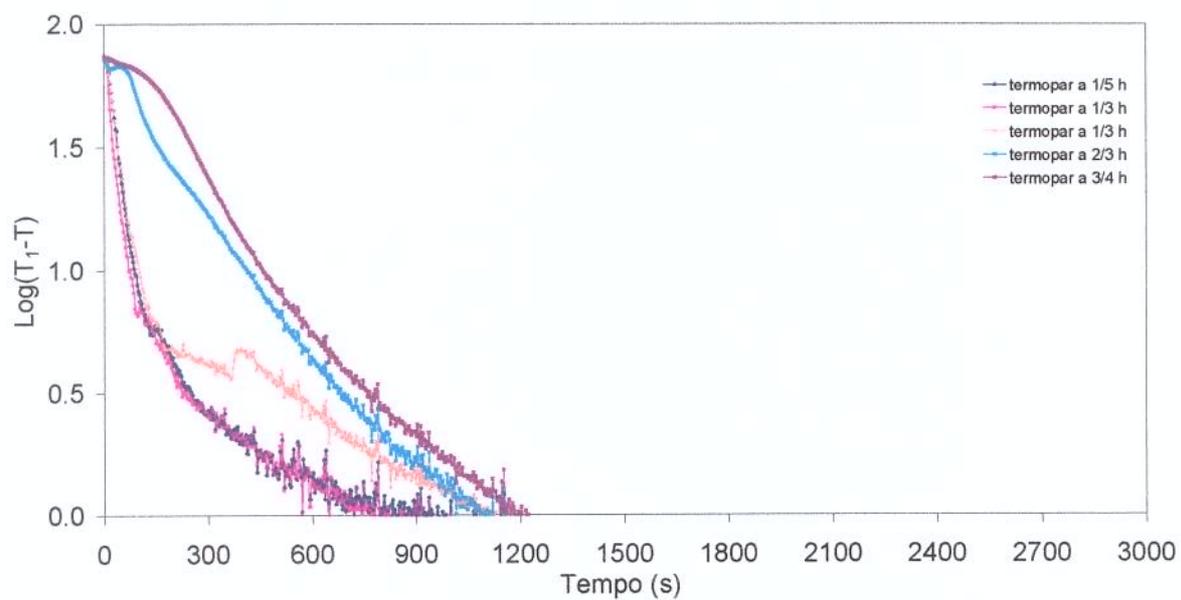


FIGURA 4.12- Curvas de penetração de calor: ensaio estático, sob vácuo de 25 pol de Hg e volume-livre de 23%.

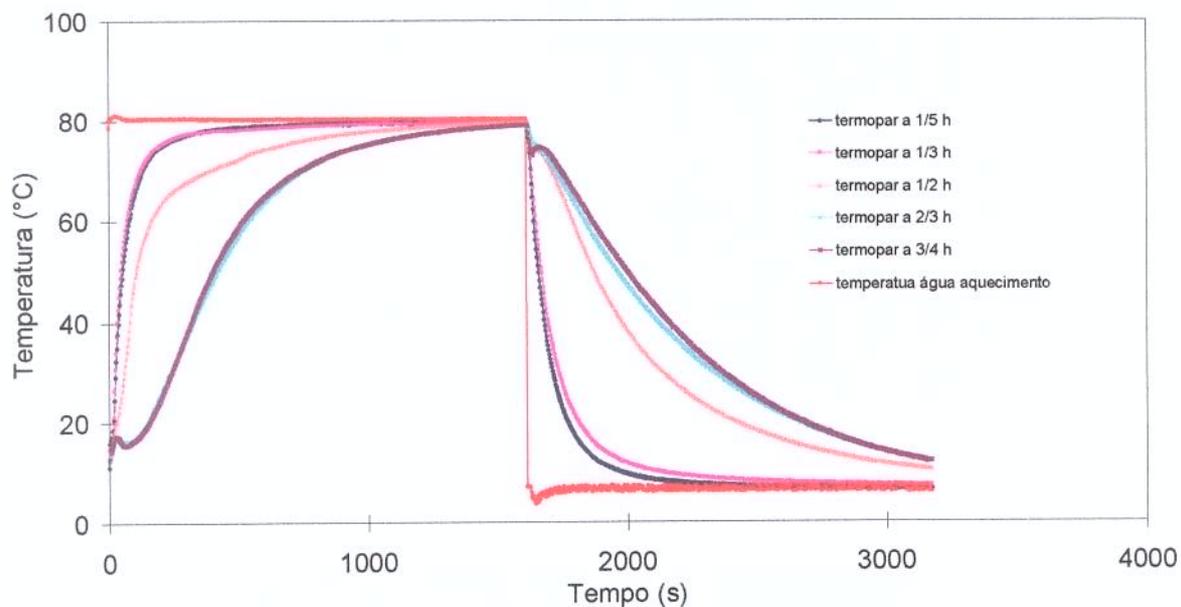


FIGURA 4.13a- História térmica: ensaio estático, sob vácuo de 12,5 pol de Hg e volume-livre de 23%.

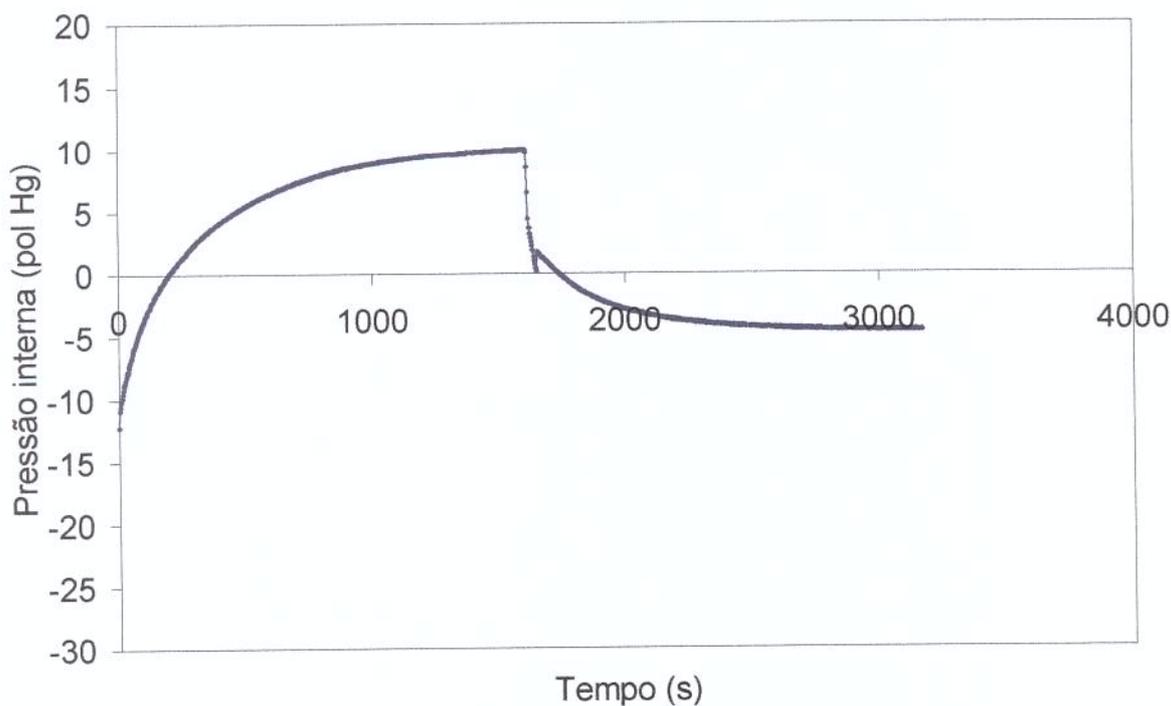


FIGURA 4.13b- História de pressão: ensaio estático, sob vácuo de 12,5 pol de Hg e volume-livre de 23%.

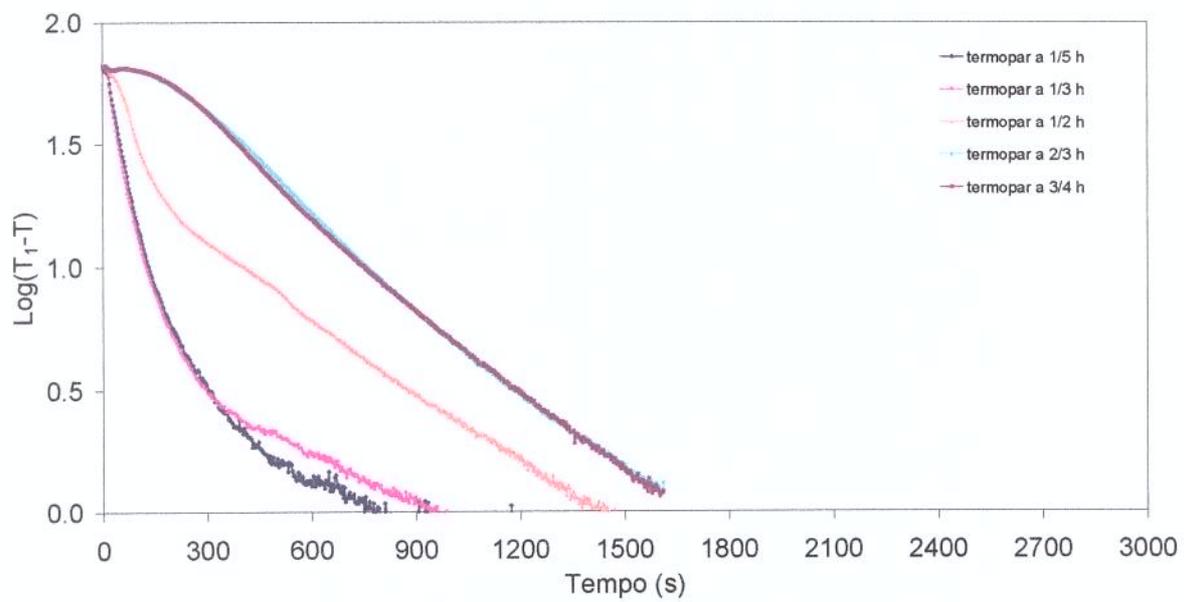


FIGURA 4.14- Curvas de penetração de calor: ensaio estático, sob vácuo de 12,5 pol de Hg e volume-livre de 23%.

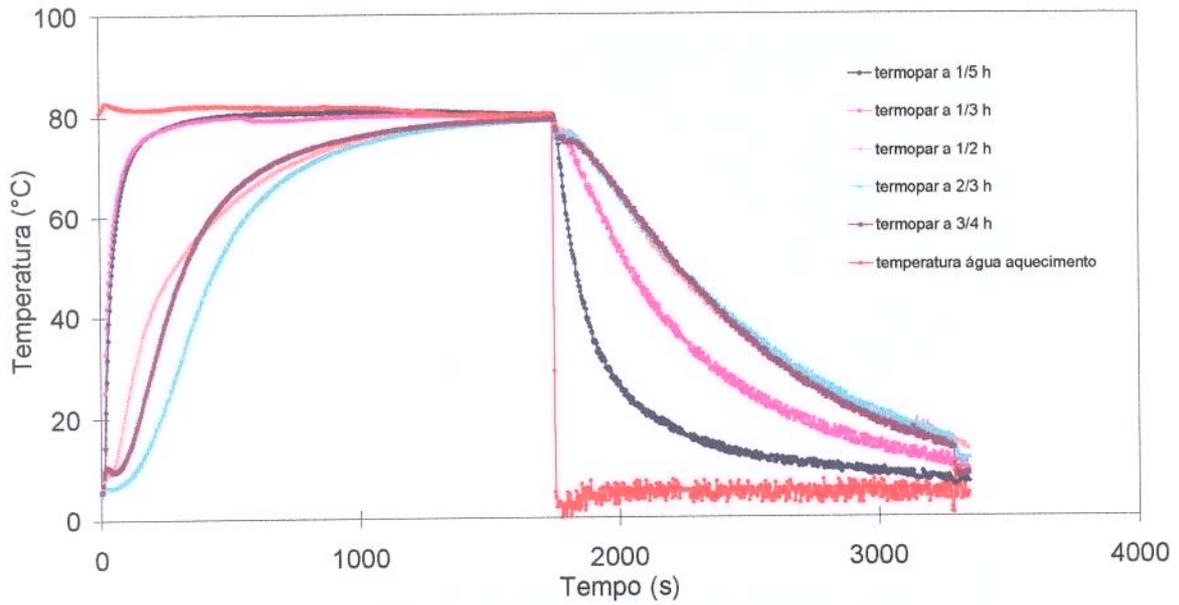


FIGURA 4.15a- História térmica: ensaio estático, sem vácuo e volume-livre de 23%.

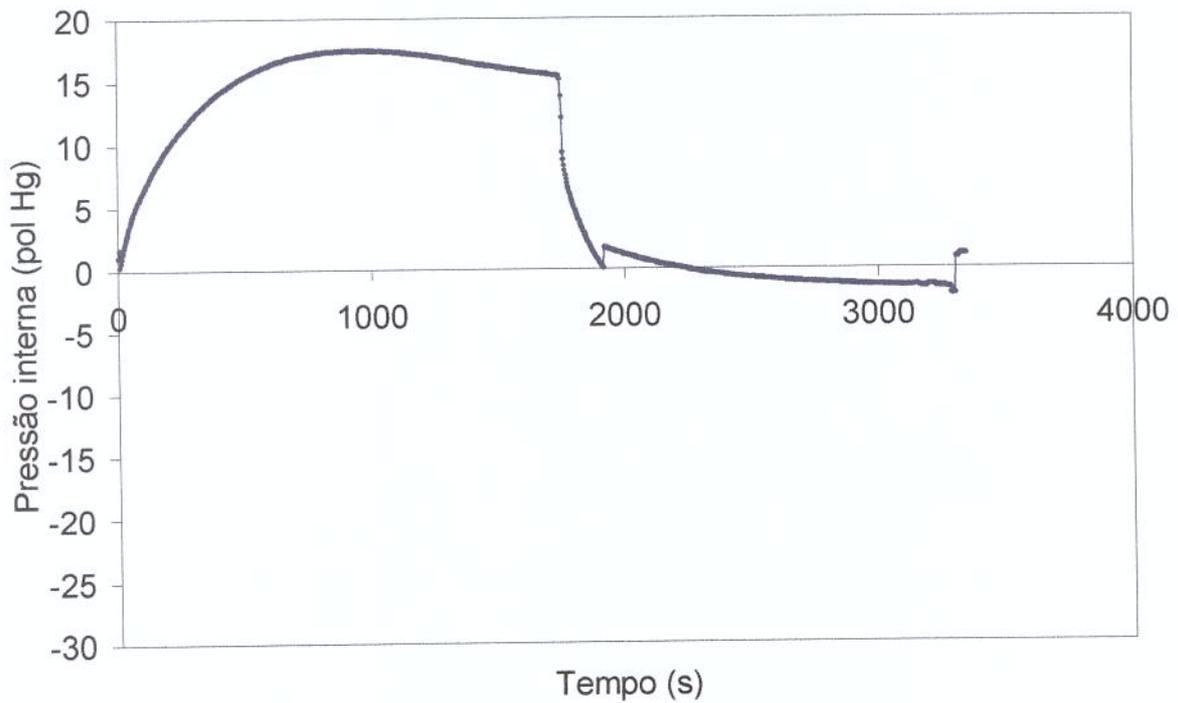


FIGURA 4.15b- História de pressão: ensaio estático, sem vácuo e volume-livre de 23%.

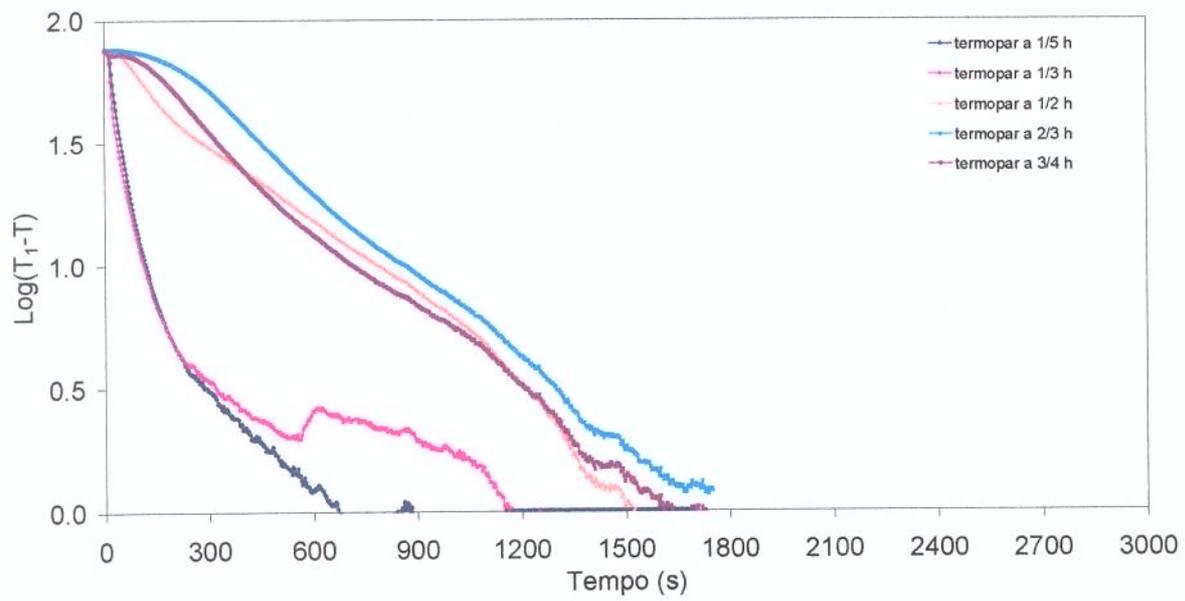


FIGURA 4.16- Curvas de penetração de calor: ensaio estático, sem vácuo e volume-livre de 23%.

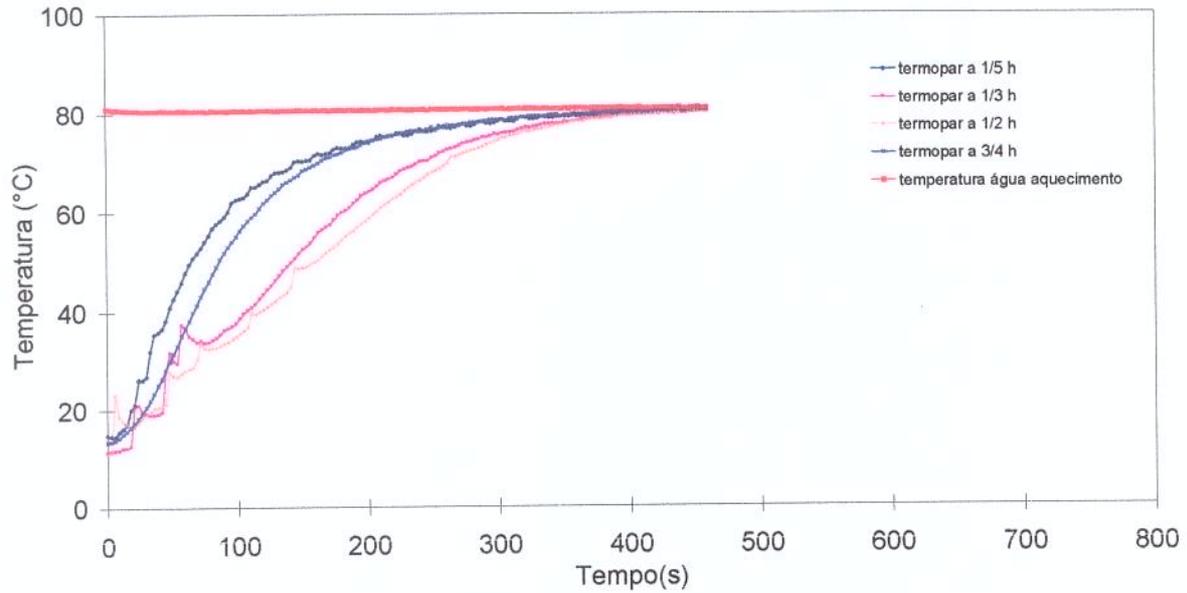


FIGURA 4.17- História térmica: ensaio sob agitação de 16 rpm, vácuo de 25 pol de Hg e volume-livre de 38%.

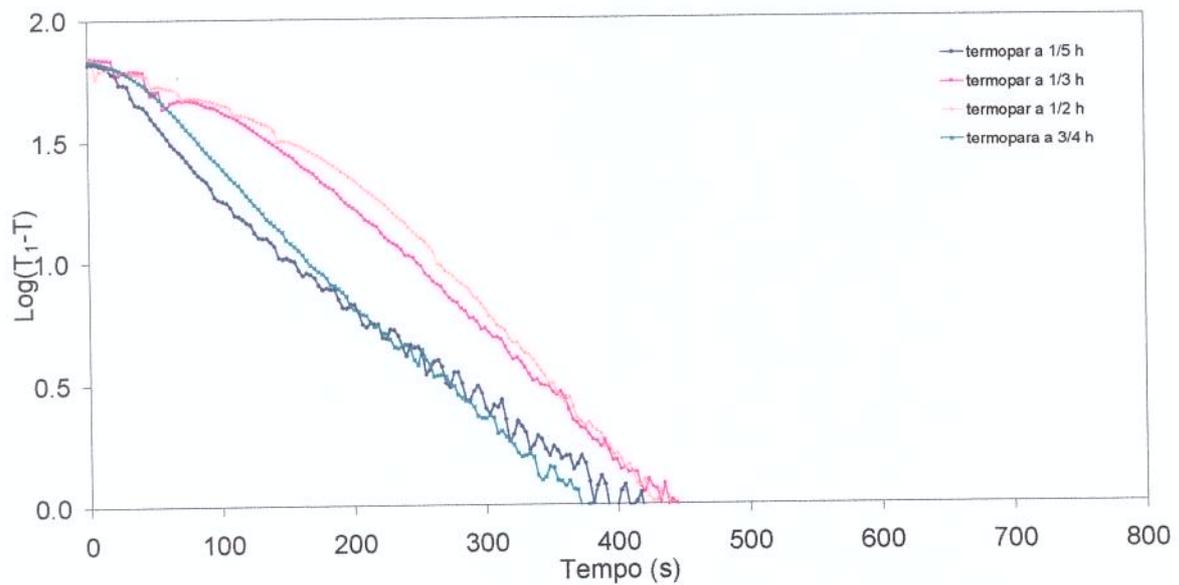


FIGURA 4.18- Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 16 rpm, vácuo de 25 pol de Hg e volume-livre de 38%.

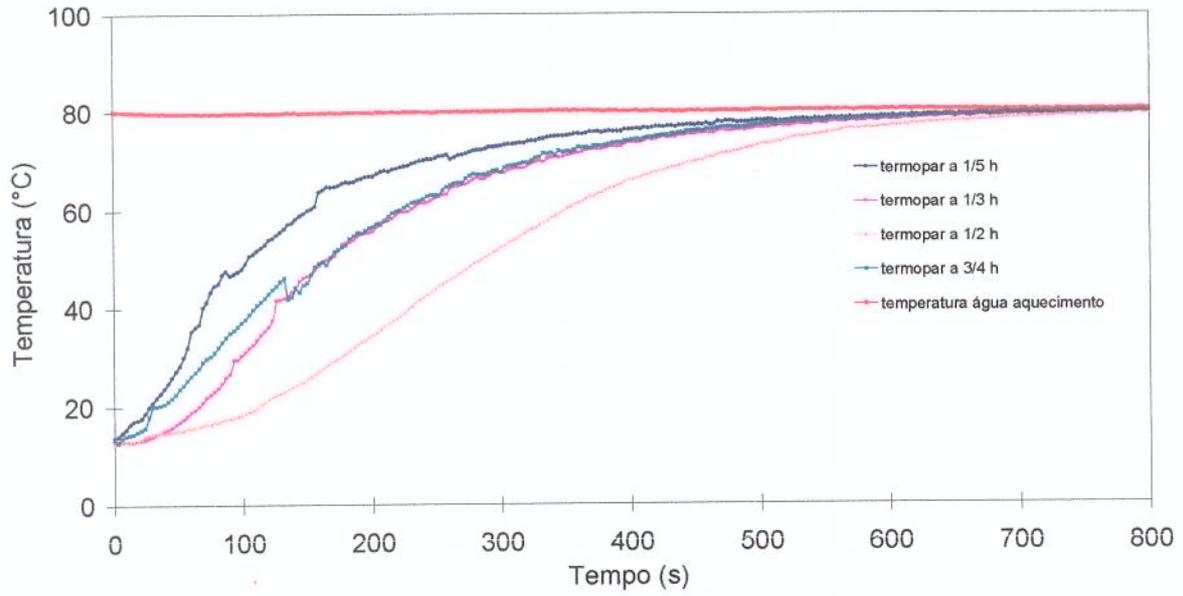


FIGURA 4.19- História térmica: ensaio sob agitação de 16 rpm, vácuo de 12,5 pol de Hg e volume-livre de 38%.

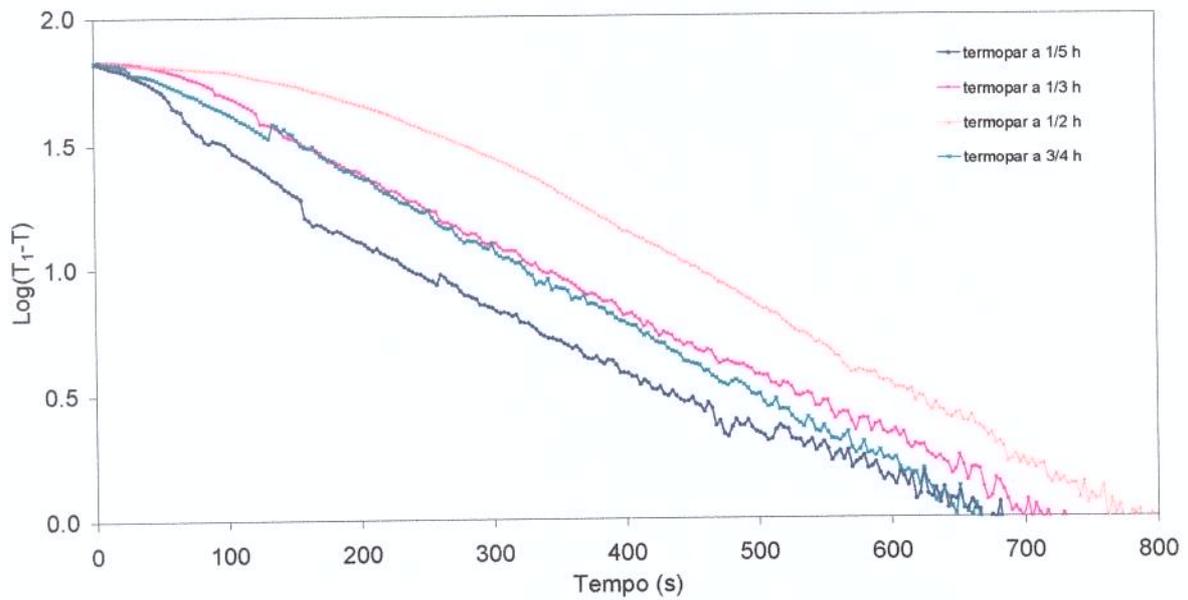


FIGURA 4.20- Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 16 rpm, vácuo de 12,5 pol de Hg e volume-livre de 38%.

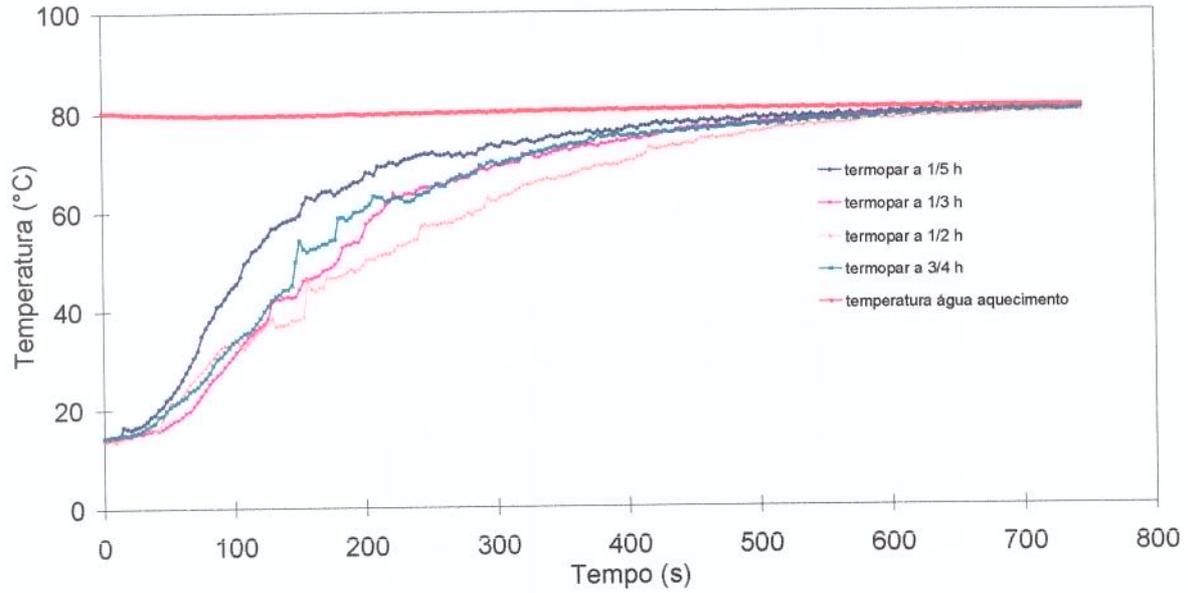


FIGURA 4.21- História térmica: ensaio sob agitação de 16 rpm, sem vácuo e volume-livre de 38%.

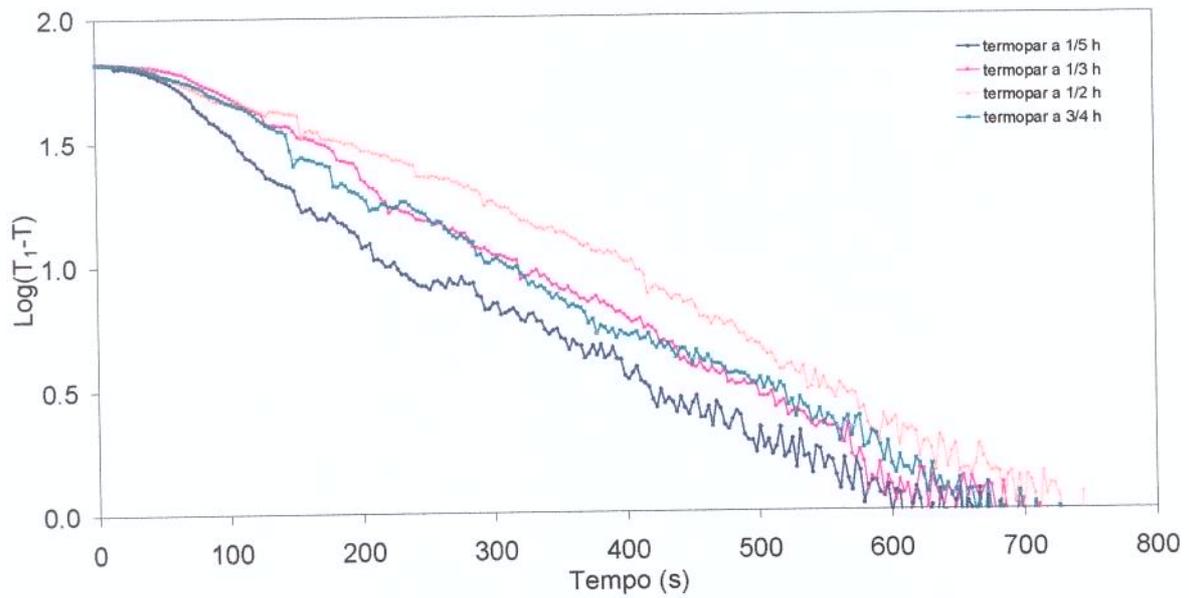


FIGURA 4.22- Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 16 rpm, sem vácuo e volume-livre de 38%.

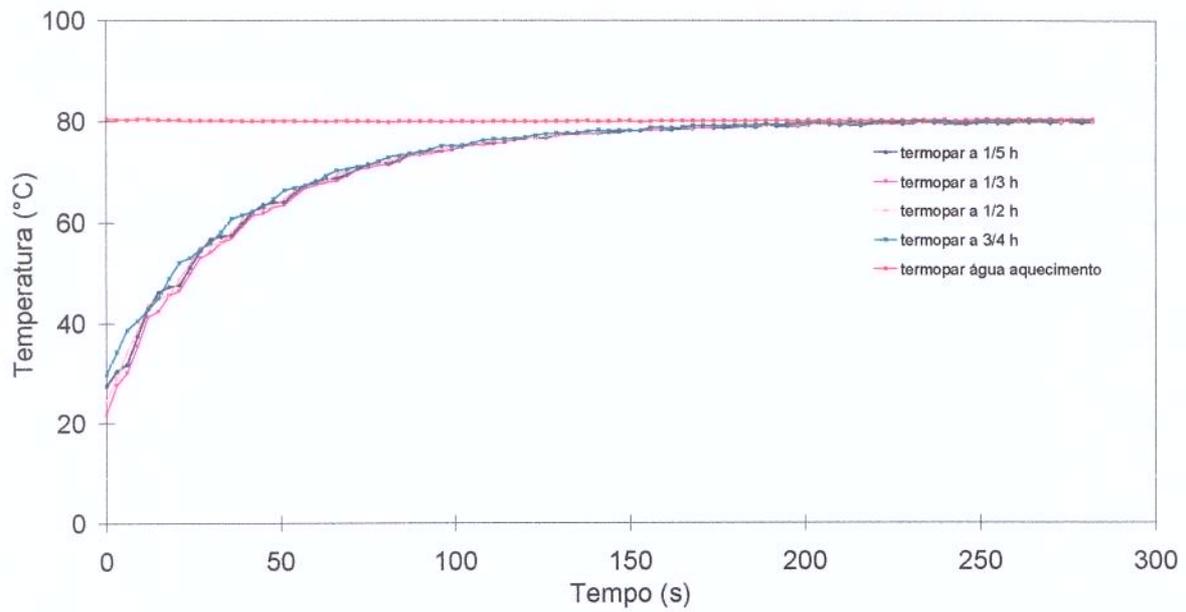


FIGURA 4.23- História térmica: ensaio sob agitação de 16 rpm, vácuo de 25 pol de Hg e volume-livre de 23%.

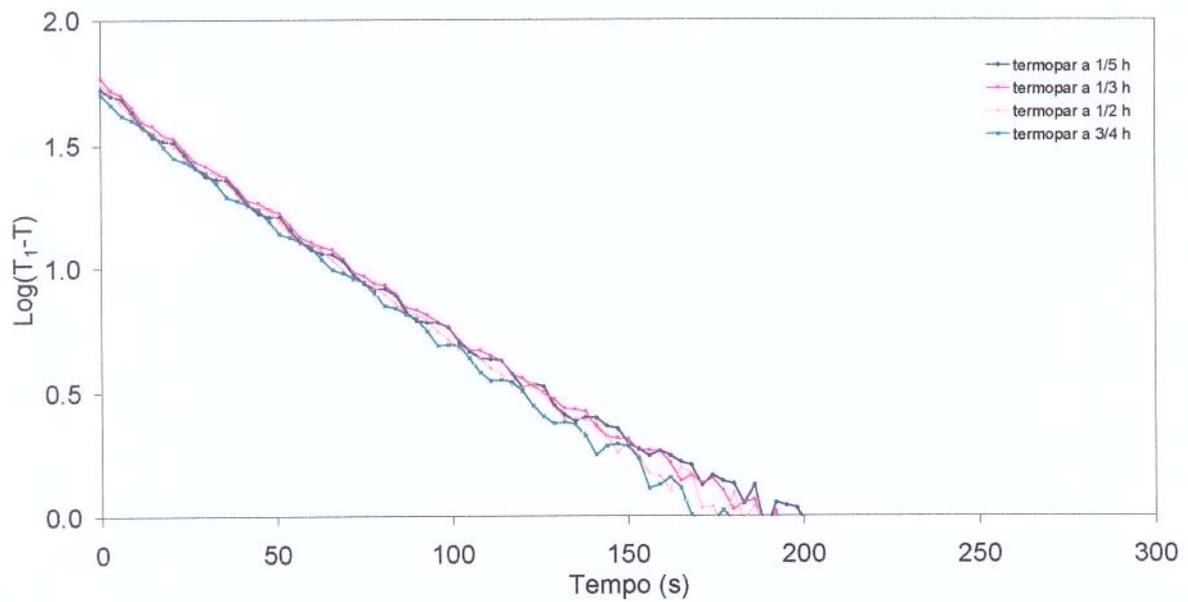


FIGURA 4.24- Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 16 rpm, vácuo de 25 pol de Hg e volume-livre de 23%.

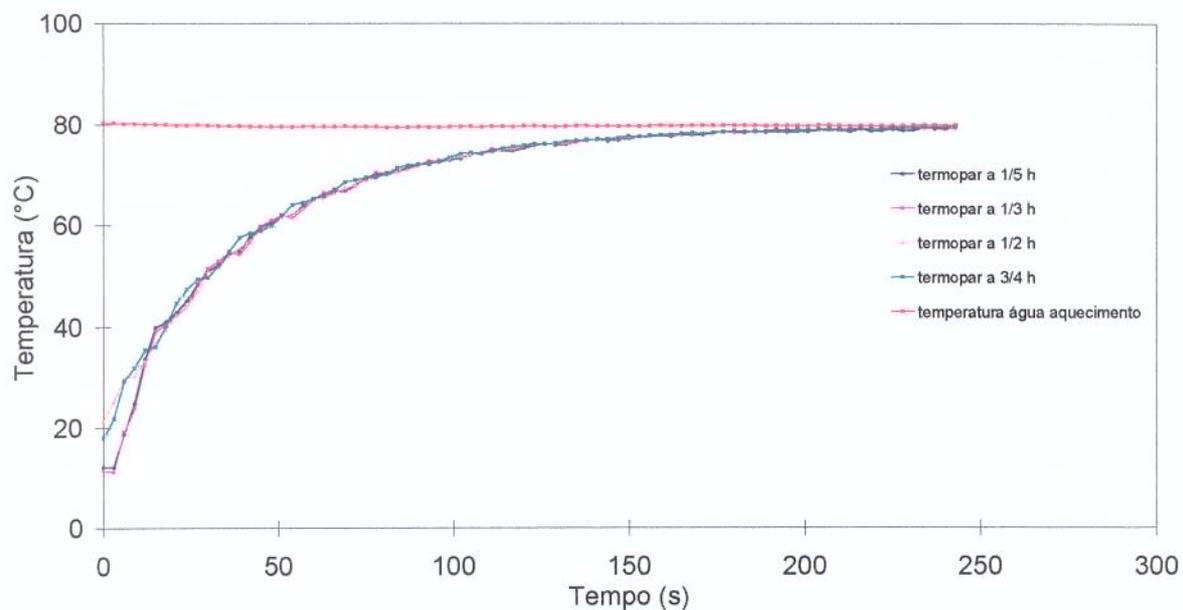


FIGURA 4.25- História térmica: ensaio sob agitação de 16 rpm, vácuo de 12,5 pol de Hg e volume-livre de 23%.

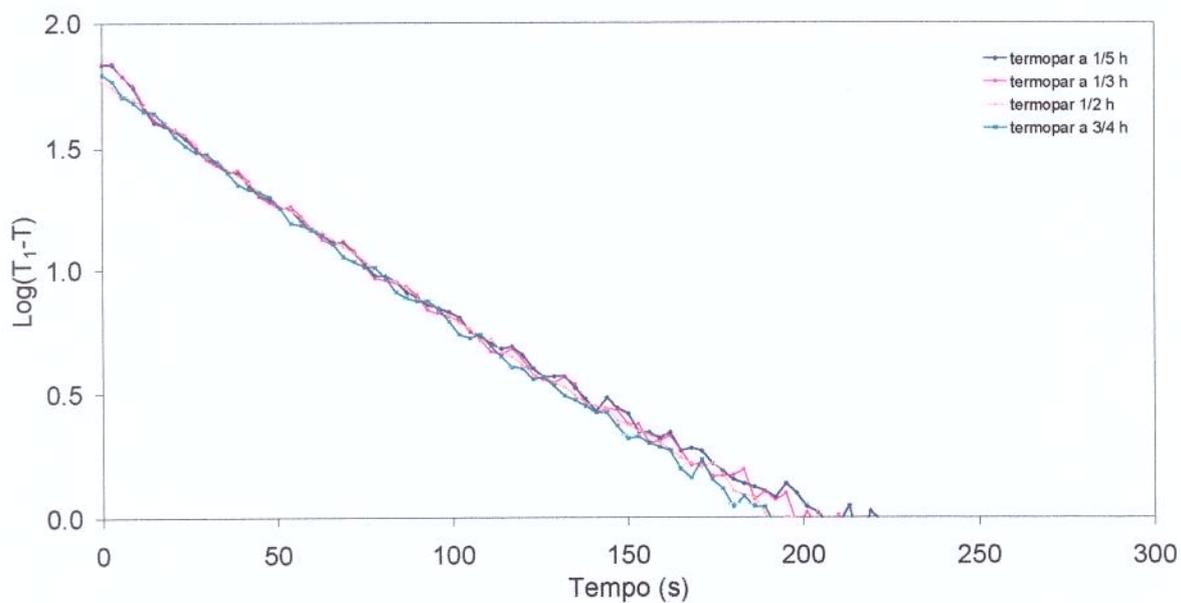


FIGURA 4.26- Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 16 rpm, vácuo de 12,5 pol de Hg e volume-livre de 23%.

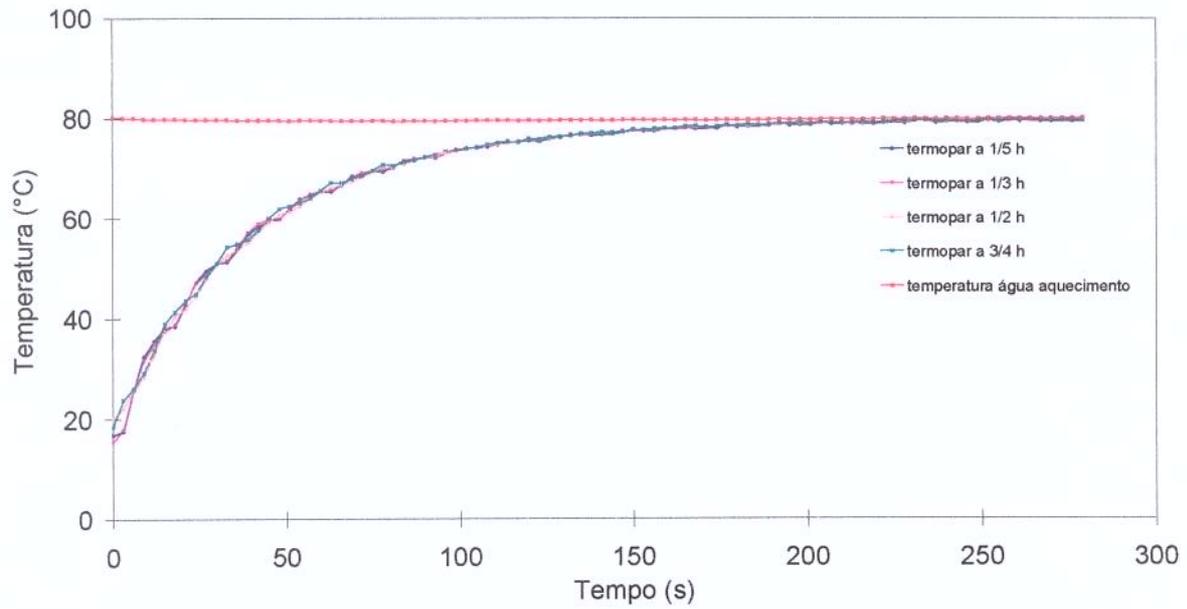


FIGURA 4.27- História térmica: ensaio sob agitação de 16 rpm, sem vácuo e volume-livre de 23%.

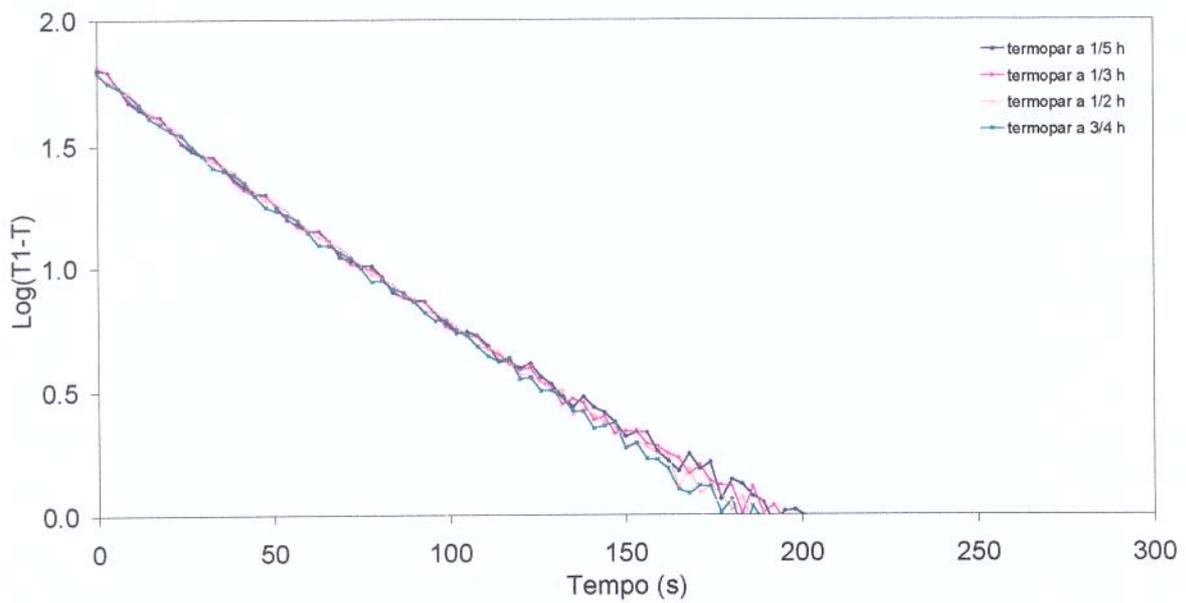


FIGURA 4.28- Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 16 rpm, sem vácuo e volume-livre de 23%.

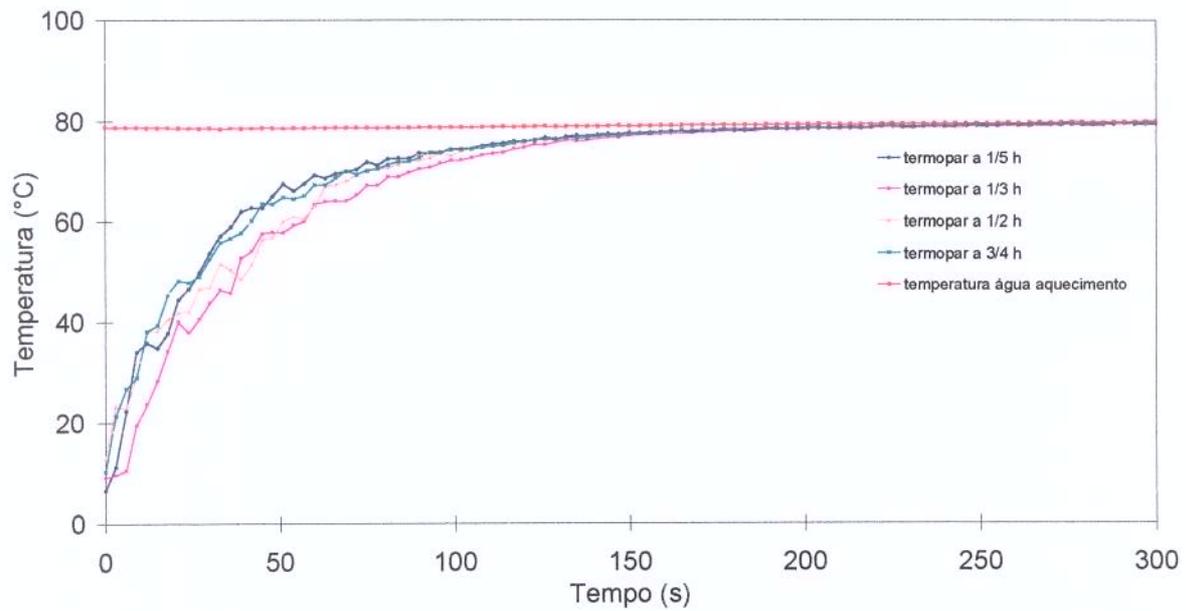


FIGURA 4.29- História térmica: ensaio sob agitação de 32 rpm, vácuo de 25 pol de Hg e volume-livre de 38%.

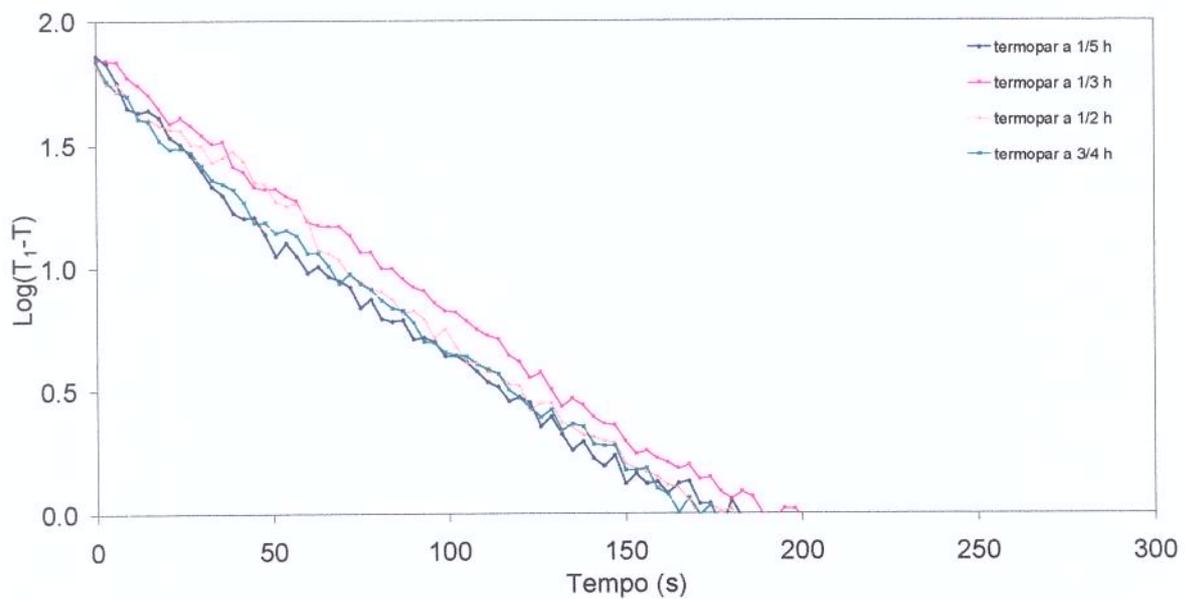


FIGURA 4.30- Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 32 rpm, vácuo de 25 pol de Hg e volume-livre de 38%.

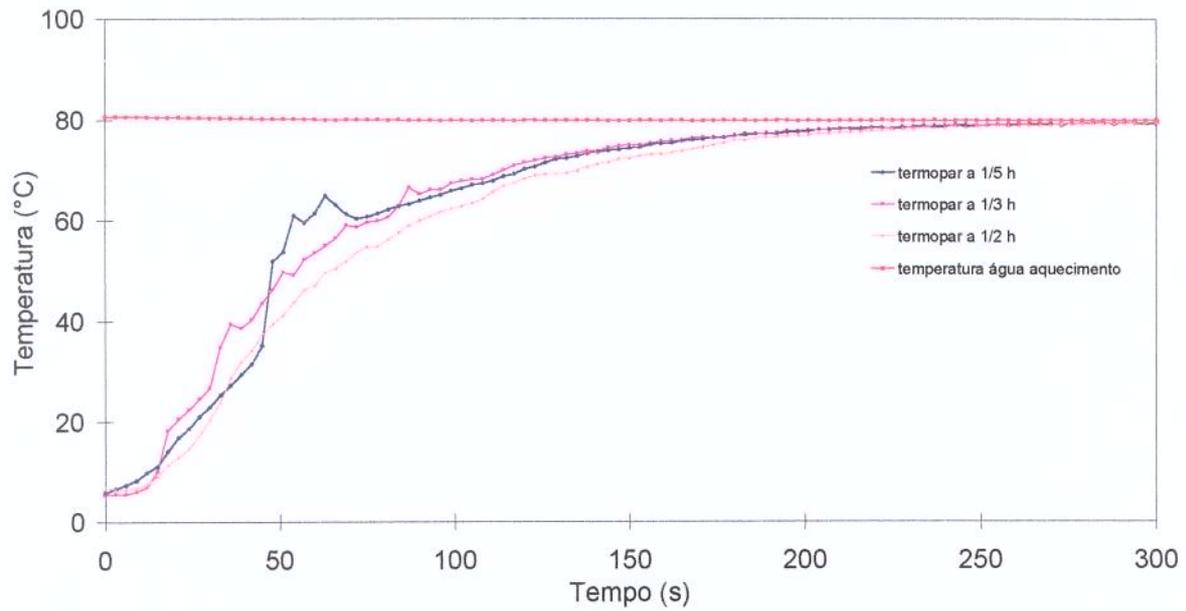


FIGURA 4.31- História térmica: ensaio sob agitação de 32 rpm, vácuo de 12,5 pol de Hg e volume-livre de 38%.

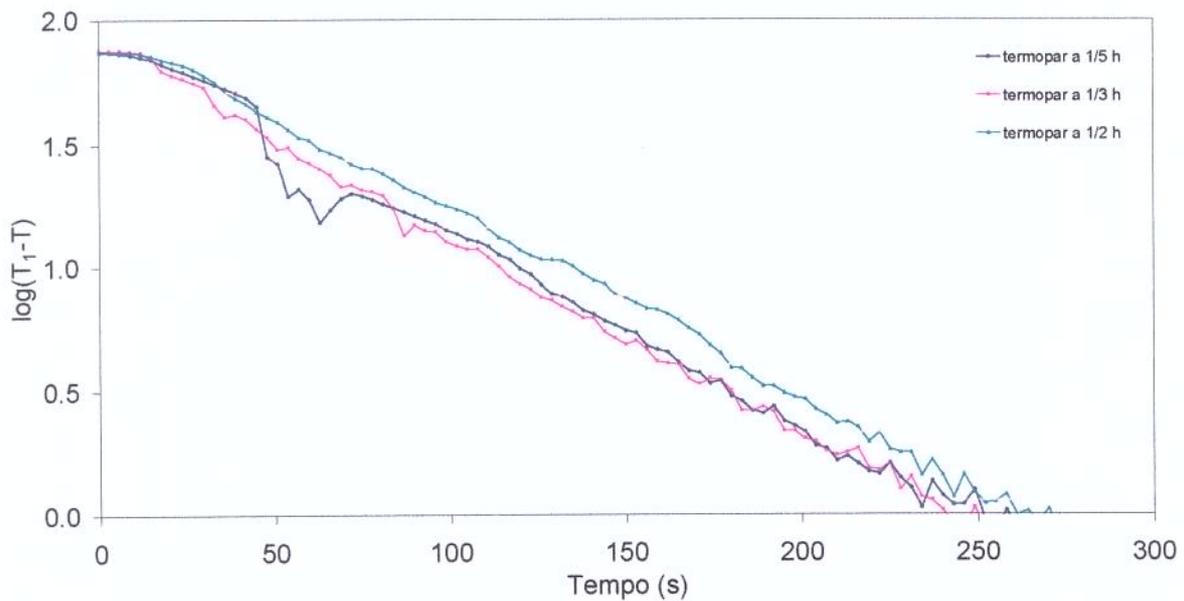


FIGURA 4.32- Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 32 rpm, vácuo de 12,5 pol de Hg e volume-livre de 38%.

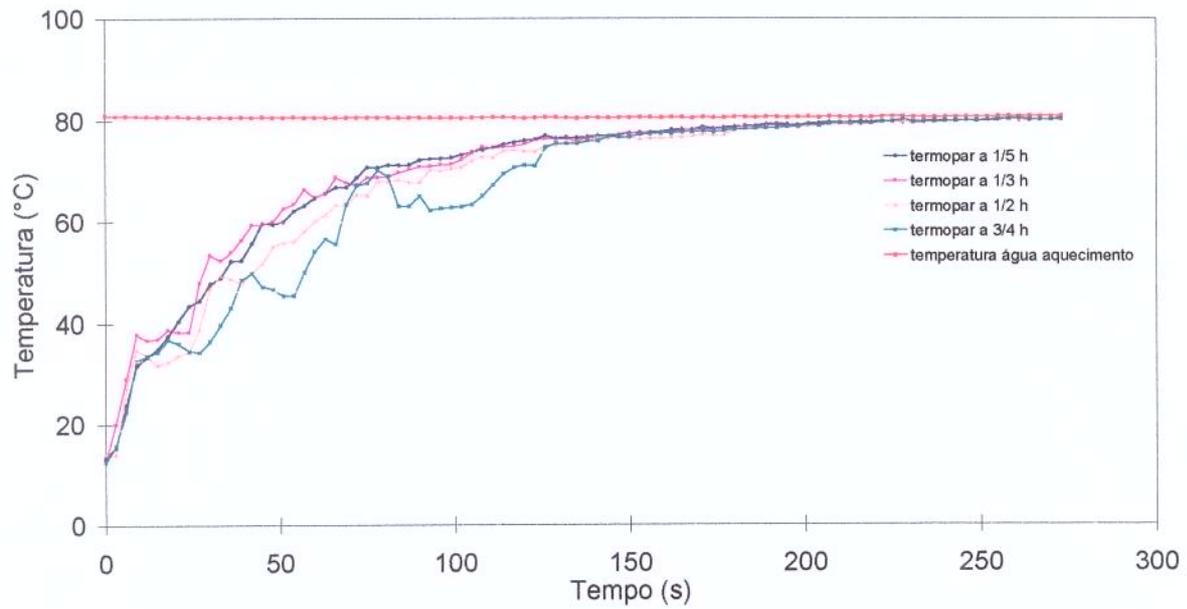


FIGURA 4.33- História térmica: ensaio sob agitação de 32 rpm, sem vácuo e volume-livre de 38%.

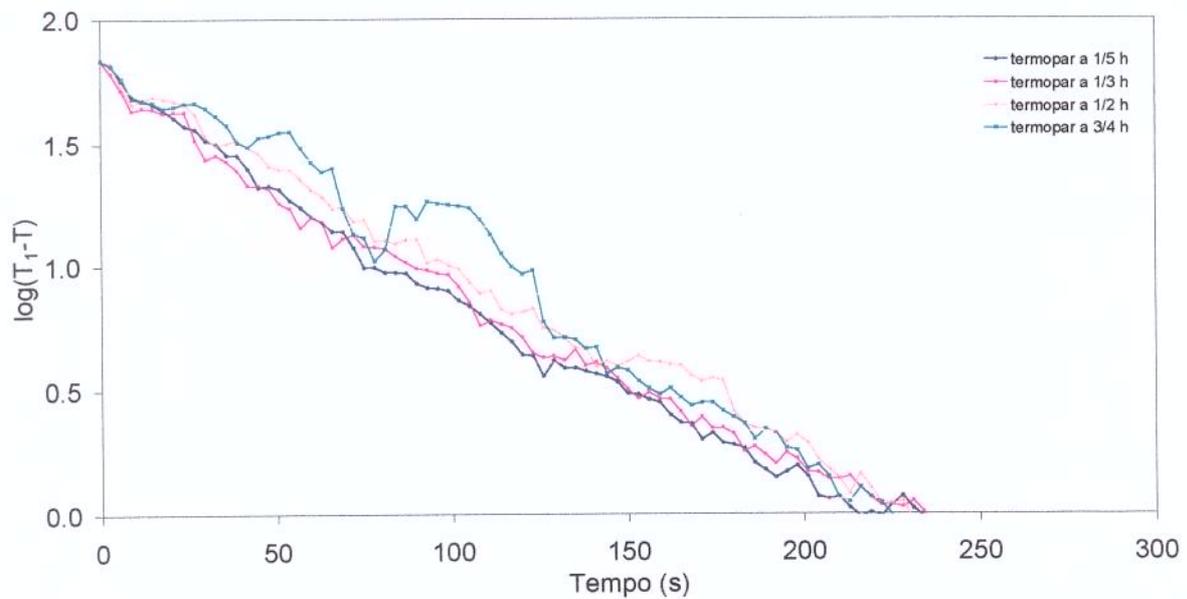


FIGURA 4.34- Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 32 rpm, sem vácuo e volume-livre de 38%.

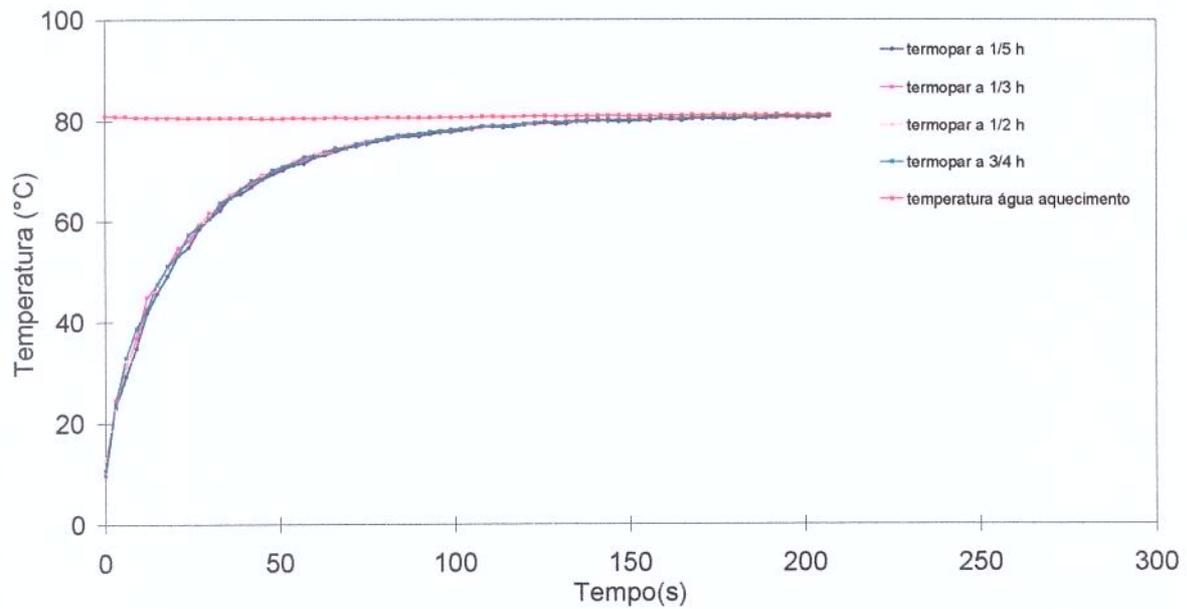


FIGURA 4.35- História térmica: ensaio sob agitação de 32 rpm, vácuo de 25 pol de Hg e volume-livre de 23%.

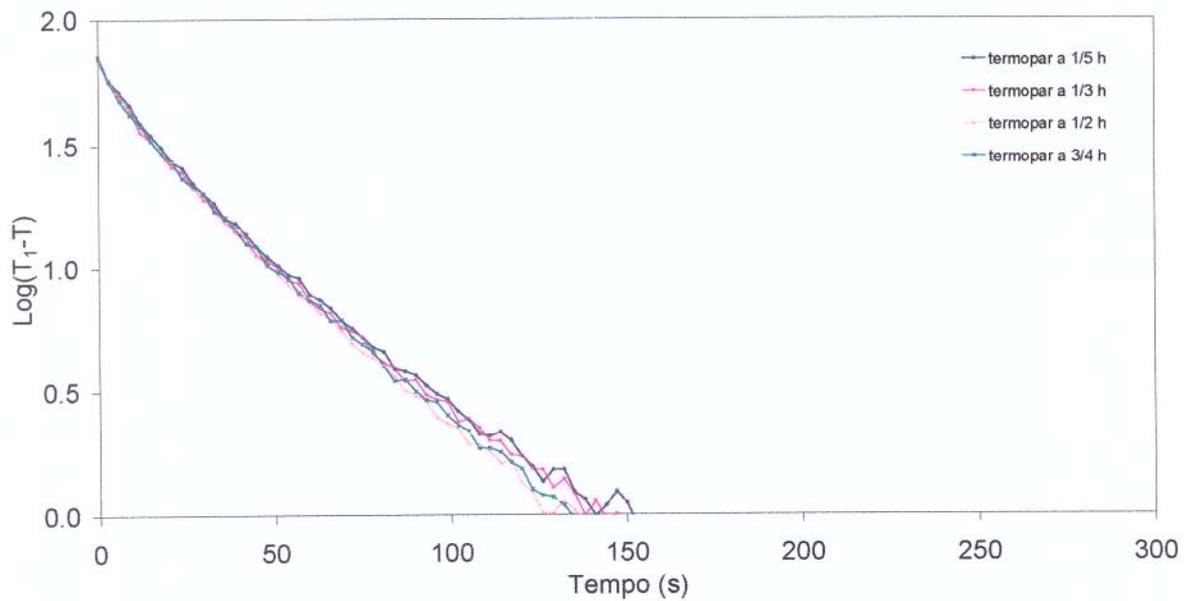


FIGURA 4.36- Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 32 rpm, vácuo de 25 pol de Hg e volume-livre de 23%.

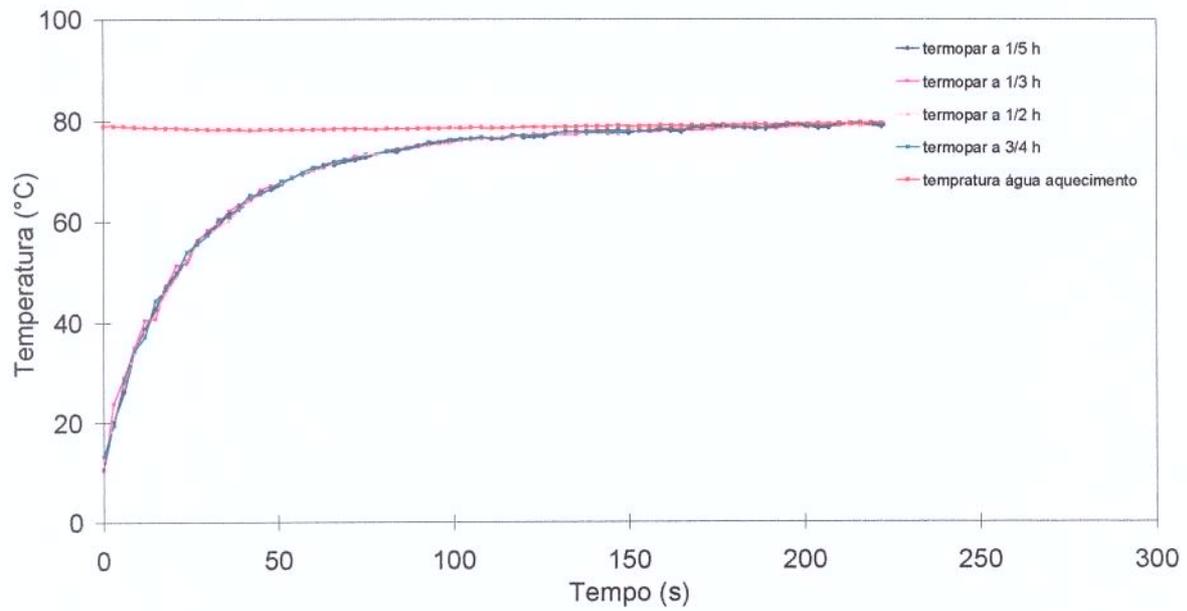


FIGURA 4.37- História térmica: ensaio sob agitação de 32 rpm, vácuo de 12,5 pol de Hg e volume-livre de 23%.

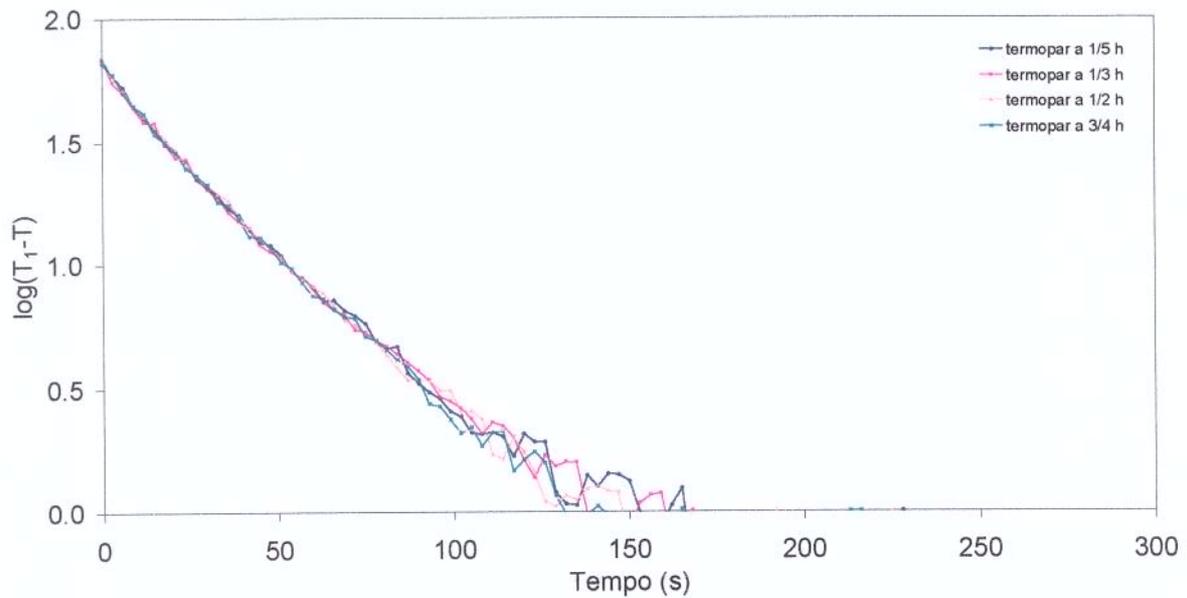


FIGURA 4.38- Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 32 rpm, vácuo de 12,5 pol de Hg e volume-livre de 23%.

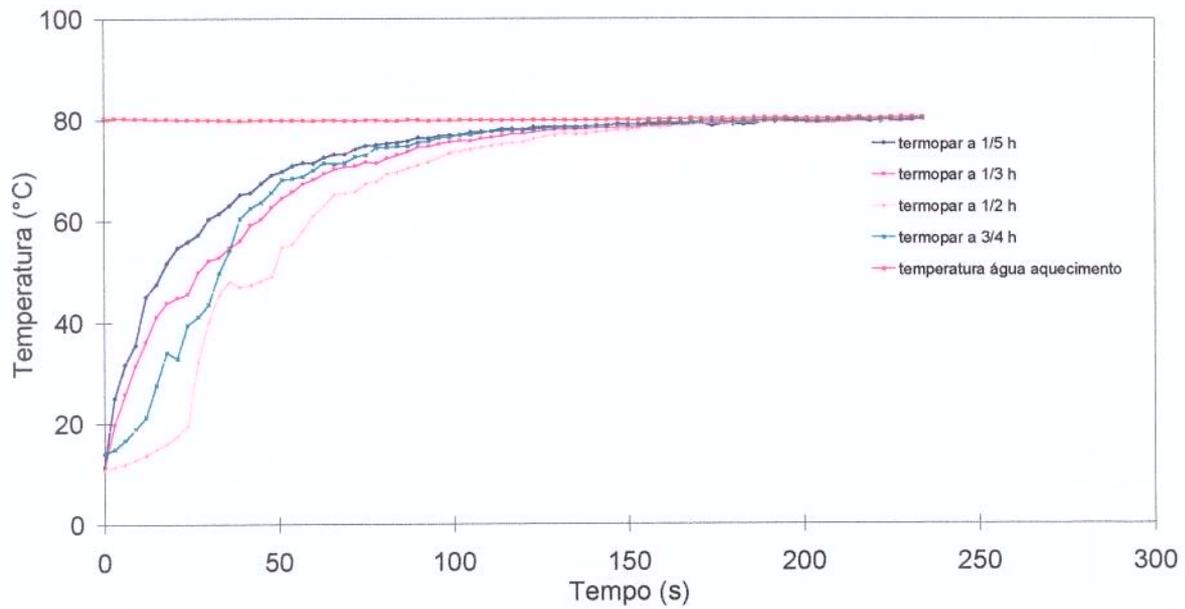


FIGURA 4.39- História térmica: ensaio sob agitação de 32 rpm, sem vácuo e volume-livre de 23%.

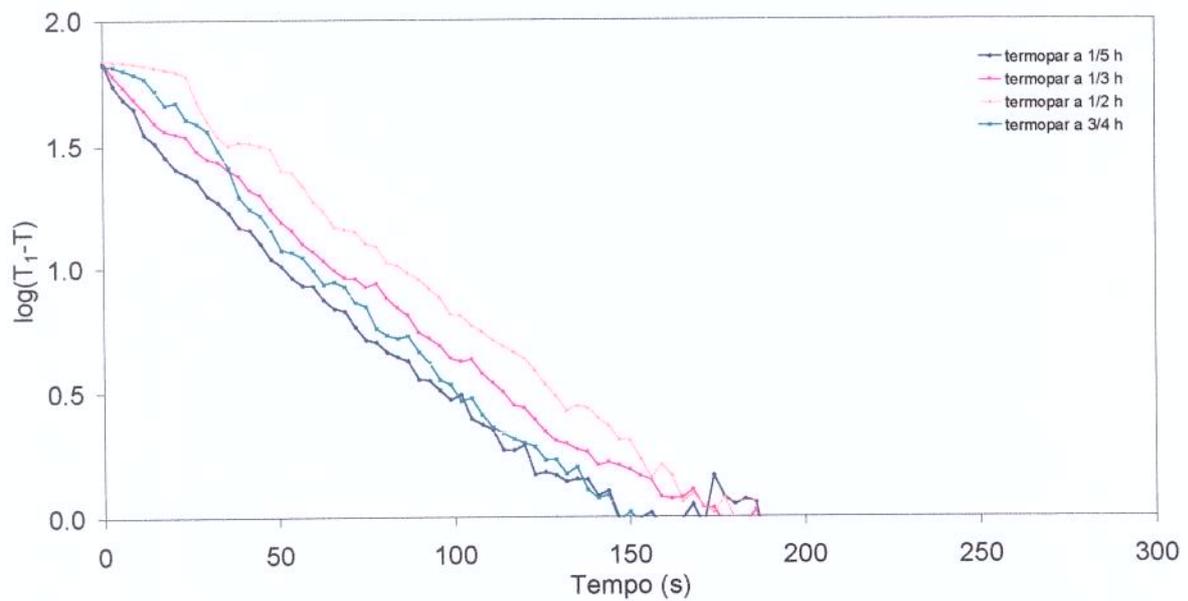


FIGURA 4.40- Curvas de penetração de calor: ensaio sob agitação de 32 rpm, sem vácuo e volume-livre de 23%.

4.6.2- DETERMINAÇÃO DOS PONTOS FRIOS E QUENTES

O ponto frio das latas processadas variou conforme os parâmetros de processo. As Tabelas 4.7 e 4.8 apresentam, respectivamente para os processos estáticos e agitados, a localização dos pontos de aquecimento mais lento e mais rápido.

Nos ensaios estáticos, devido às curvas quebradas de aquecimento, esta determinação baseou-se nos valores dos parâmetros de transferência de calor e, principalmente, na análise visual das curvas de penetração de calor (Figuras: 4.6, 4.8, 4.10, 4.12, 4.14, 4.16). A localização do ponto frio variou principalmente com o volume-livre. Para o volume-livre de 38%, o ponto frio localizou-se a 2/3 da altura (ensaio 1) ou no centro geométrico da lata (ensaios 2 e 3). Isto ocorreu devido à transferência de calor nestas regiões proceder, principalmente, pela condensação do vapor sobre as partículas, o que só foi possível no momento em que o líquido entrou em ebulição. Para este enchimento a região de aquecimento mais rápido estava imersa no líquido, a 1/5 da altura. Quando o volume-livre foi de 23%, o ponto frio localizou-se logo acima da camada de líquido, a 2/3 (ensaios 5 e 6) ou 3/4 (ensaio 4) da altura. Nestes ensaios, o ponto de aquecimento mais rápido também se localizou no fundo da lata, a 1/5 da altura, em função das correntes de convecção do líquido nesta região.

Nos ensaios agitados, a análise dos pontos frios e quentes foi realizada utilizando-se o critério de Pflug e Zechman (1994), pelo qual adotou-se o intervalo de $(T_1 - T)$ de 40°C a 4°C para a obtenção do parâmetro f_h . Nestes ensaios, a diferença de temperatura entre os diversos pontos de medição ficou aparentemente desprezível, o que pode ser demonstrado pela grande uniformidade entre os valores de f_h , calculados nas diversas posições. De qualquer modo, os pontos de aquecimento mais rápido e mais lento estão indicados na Tabela 4.8, baseados nos valores de f_h .

Os valores de j_h entre 1 e 2 eram esperados, indicando fenômenos de transferência de calor com comportamento intermediário entre a convecção e a condução pura. No entanto, vários valores de j_h foram inferiores a 1, o que poderia ser explicado pelo efeito combinado da transferência de calor por processos de condução, convecção do líquido e condensação do seu vapor sobre as esferas.

TABELA 4.7- Parâmetros térmicos e coeficientes de correlação para os ensaios estáticos

Teste	Condições	Parâmetros	1/5	1/3	1/2	2/3	3/4	Ponto quente	Ponto frio
1	25 pol Hg, 38% volume- livre estático	f_h	94,3	398,2	799,5	782,1	675,2	1/5	2/3
		j_h	1,65	1,38	1,38	1,43	1,25		
		r^2	0,96	1,00	1,00	0,99	1,00		
		f_{h2}	1396,3	1099,3	1065,8	1087,5	1255,8		
		r^2	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99		
2	12,5 pol Hg, 38% volume- livre estático	f_h	446,6	1124,3	1047,3	935,1	650,4	1/5	1/2
		j_h	1,13	1,38	1,66	1,59	1,34		
		r^2	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00		
		f_{h2}	1323,1	1275,1	1432,6	1506,9	1681,0		
		r^2	0,99	1,00	1,00	1,00	1,00		
3	0 pol Hg, 38% volume- livre estático	f_h	569,1	1202,6	1088,6	1010,7	600,8	1/5	1/2
		j_h	1,08	1,54	1,62	1,40	1,48		
		r^2	1,00	1,00	1,00	0,99	1,00		
		f_{h2}	1223,9	1295,5	1541,2	1640,0	1791,3		
		r^2	1,00	1,00	1,00	1,00	0,99		
4	25 pol Hg, 23% volume- livre estático	f_h	101,7	117,2	118,9	318,3	390,5	1/5	3/4
		j_h	1,02	0,64	0,93	1,37	1,95		
		r^2	0,99	0,96	0,98	0,98	1,00		
		f_{h2}	1174,9	1130,3	1229,6	610,8	626,7		
		r^2	0,88	0,91	0,87	0,99	0,99		
5	12,5 pol Hg, 23% volume- livre estático	f_h	158,6	160,0	229,4	792,1	706,4	1/5	2/3
		j_h	0,98	0,92	1,36	1,55	1,70		
		r^2	0,99	0,98	0,99	1,00	1,00		
		f_{h2}	1479,7	1468,3	953,5	871,3	888,7		
		r^2	0,94	0,99	1,00	1,00	1,00		
6	0 pol Hg, 23% volume- livre estático	f_h	143,9	176,1	869,6	698,3	621,1	1/5	2/3
		j_h	0,90	0,63	0,92	1,85	1,43		
		r^2	0,99	0,98	0,99	1,00	1,00		
		f_{h2}	770,1	1868,6	763,1	850,4	893,6		
		r^2	0,99	0,58	0,98	0,99	0,99		

TABELA 4.8- Parâmetros térmicos e coeficientes de correlação para ensaios agitados

Teste	Condições	Parâmetros	1/5	1/3	1/2	3/4	Ponto quente	Ponto frio
7	25 pol Hg, 38% volume-livre 16 rpm	f_h	212,6	209,8	208,9	177,0	3/4	1/5
		j_h	0,88	2,08	2,58	1,22		
		r^2	0,99	1,00	0,98	1,009		
8	12,5 pol Hg, 38% volume-livre 16 rpm	f_h	332,5	360,8	340,9	341,6	1/2	1/3
		j_h	0,84	1,27	3,05	1,32		
		r^2	0,99	1,00	1,00	1,00		
9	0 pol Hg, 38% volume-livre 16 rpm	f_h	331,7	334,3	382,9	344,2	1/5	1/2
		j_h	0,84	1,37	1,54	1,55		
		r^2	1,00	0,99	0,99	0,99		
10	25 pol Hg, 23% volume-livre 16 rpm	f_h	105,0	103,2	101,5	99,9	3/4	1/5
		j_h	0,89	0,86	0,87	0,93		
		r^2	1,00	1,00	1,00	1,00		
11	12,5 pol Hg, 23% volume-livre 16 rpm	f_h	107,2	104,6	104,1	103,6	3/4	1/5
		j_h	0,81	0,82	0,98	0,89		
		r^2	1,00	1,00	1,00	1,00		
12	0 pol Hg, 23% volume-livre 16 rpm	f_h	101,9	101,6	100,4	100,6	1/2	1/5
		j_h	0,90	0,87	0,97	0,91		
		r^2	1,00	1,00	1,00	1,00		
13	25 pol Hg, 38% volume-livre 32 rpm	f_h	91,7	100,1	88,9	94,7	1/5	1/3
		j_h	0,70	0,96	1,01	0,76		
		r^2	0,98	0,99	0,98	0,99		
14	12,5 pol Hg, 38% volume-livre 32 rpm	f_h	146,9	124,1	138,9	-	1/3	1/5
		j_h	0,80	1,08	1,21	-		
		r^2	0,95	1,00	1,00	-		
15	0 pol Hg, 38% volume-livre 32 rpm	f_h	107,6	120,2	118,8	121,7	1/5	3/4
		j_h	0,89	0,76	0,98	1,16		
		r^2	0,99	0,98	0,99	0,85		
16	25 pol Hg, 23% volume-livre 32 rpm	f_h	74,1	74,6	70,9	72,5	1/2	1/3
		j_h	0,73	0,69	0,75	0,73		
		r^2	1,00	1,00	1,00	1,00		
17	12,5 pol Hg, 23% volume-livre 32 rpm	f_h	75,9	75,2	71,8	74,4	1/2	1/5
		j_h	0,77	0,76	0,85	0,80		
		r^2	0,99	0,99	1,00	0,99		
18	0 pol Hg, 23% volume-livre 32 rpm	f_h	79,2	86,8	89,6	70,0	3/4	1/2
		j_h	0,69	0,89	1,28	1,18		
		r^2	1,00	0,99	0,99	0,97		

A Figura 4.41 apresenta, para os ensaios agitados, uma comparação entre os valores médios de f_h e seus desvios padrão, obtidos para as posições monitoradas em cada ensaio. Na abscissa estão os ensaios realizados (ensaios 7 a 18) nas condições indicadas na Tabela 4.8. Na ordenada estão os valores médios de f_h entre todas as posições monitoradas na lata, somado e subtraído de seu desvio padrão.

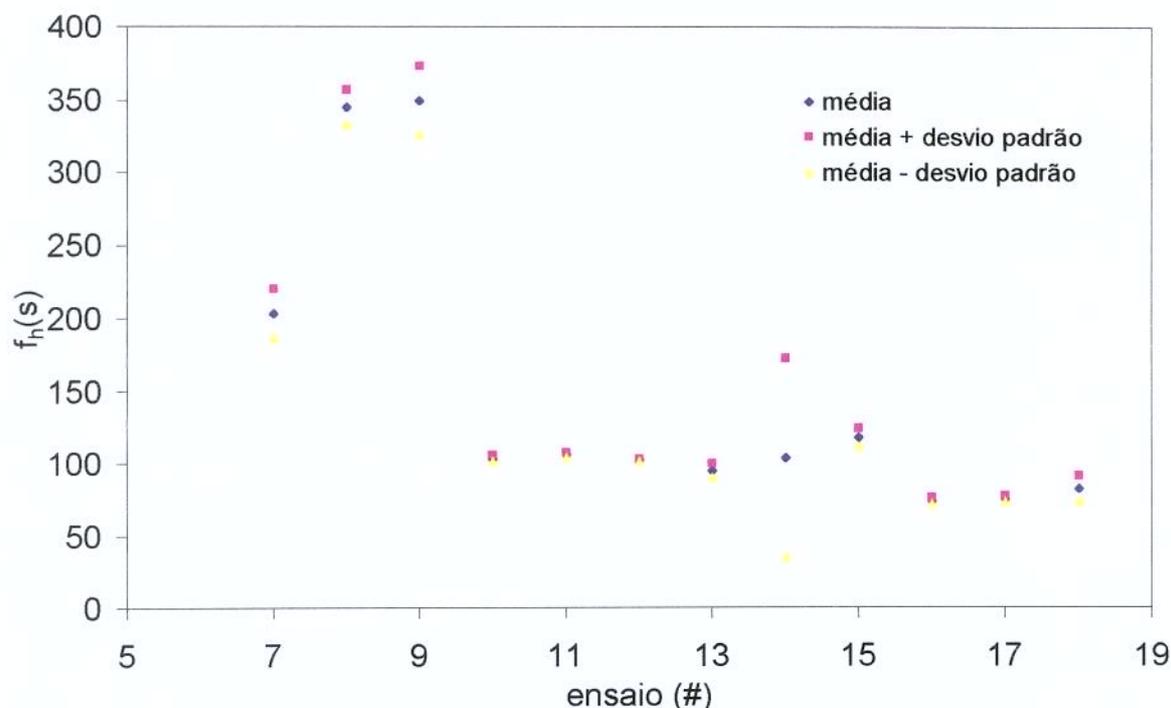


FIGURA 4.41- Valores médio e desvio padrão entre as posições de monitoramento de temperatura nas latas para os ensaios agitados.

Para a faixa apresentada na Figura 4.41, compreendendo o valor médio ± 1 desvio padrão, os ensaios 7, 8, 9, 11, 13, 14 e 17 possuem uma posição monitorada cujo resultado caiu fora da faixa em questão. De qualquer modo, todos os ensaios apresentaram valores de f_h numa faixa compreendida pelo valor médio $\pm 1,5$ desvios padrão, o que demonstra uma relativa homogeneidade de valores. Observa-se, ainda, uma maior variação dos valores de f_h nos ensaios realizados com volume livre de 38% (ensaios 7, 8, 9, 13, 14 e 15).

Comparando-se os valores médios de f_h dos ensaios realizados com volume-livre de 38% e 23%, observam-se valores mais baixos de f_h para os ensaios com maior quantidade de líquido, para os mesmos níveis de agitação. Além disso, mantendo-se a

agitação e o volume livre constantes, obtém-se valores médios de f_h menores para os ensaios realizados sob alto vácuo (25 pol Hg). Estes resultados influíram diretamente no cálculo dos coeficientes de transferência de calor.

Posteriormente, para efeito de simplificação nos cálculos dos coeficientes de transferência de calor, fixou-se o centro geométrico das latas como ponto frio tanto nos ensaios agitados como estáticos.

4.6.3- ENSAIOS DE PENETRAÇÃO DE CALOR NA AUTOCLAVE

Após os ensaios realizados em bancada também foram realizados alguns ensaios em autoclave, para observar as curvas de penetração de calor em condições piloto. Os processos foram realizados numa autoclave rotativa, usando água e sobrepressão de vapor, a 120°C. As curvas de penetração de calor para cada ensaio realizado em autoclave estão apresentadas nas Figuras 4.42 a 4.45. A Tabela 4.9 apresenta os parâmetros térmicos para as esferas, durante os ensaios na autoclave, determinados conforme comentários descritos no item 4.8.2. Para efeito de simplificação, nos ensaios estáticos, o ponto quente foi indicado no fundo da lata, a 1/5 da altura. O ponto frio, tanto para os ensaios agitados como estáticos, foi indicado no centro geométrico da lata.

TABELA 4.9- Parâmetros térmicos e coeficientes de correlação para as esferas durante os ensaios na autoclave:

Condições	Parâmetros	no ponto quente (fundo)			no ponto frio (centro)		
		fluido	partícula	predita	fluido	partícula	predita
25 pol Hg, 38% volume-livre estático Fig. 4.42	f_h	203,5	143,9	233,6	988,9	3458,5	1065,2
	j_h	1,36	2,38	1,43	1,05	1,04	1,07
	r^2	0,99	0,93	0,99	0,99	0,96	0,99
	f_{h2}	828,1	718,9	1631,9	797,3	648,9	1245,6
	r^2	0,99	0,99	0,98	1,00	0,99	0,98
25 pol Hg (vazou), 38% volume-livre estático Fig. 4.43	f_h	177,4	229,3	220,7	127,5	138,2	155,6
	j_h	2,18	1,04	1,92	5,33	12,37	4,30
	r^2	1,00	0,96	1,00	0,98	1,00	0,99
	f_{h2}	1022,2	584,3	3439,6	1075,0	864,4	3431,5
	r^2	0,99	0,99	0,93	1,00	0,99	0,98
25 pol Hg, 38% volume-livre 16 rpm Fig. 4.44	f_h				190,9	208,2	219,2
	j_h				3,53	3,08	2,92
	r^2				0,99	0,97	0,99
25 pol Hg, 38% volume-livre 32 rpm Fig. 4.45	f_h				140,8	169,9	172,3
	j_h				1,44	1,16	1,22
	r^2				0,98	0,99	0,99

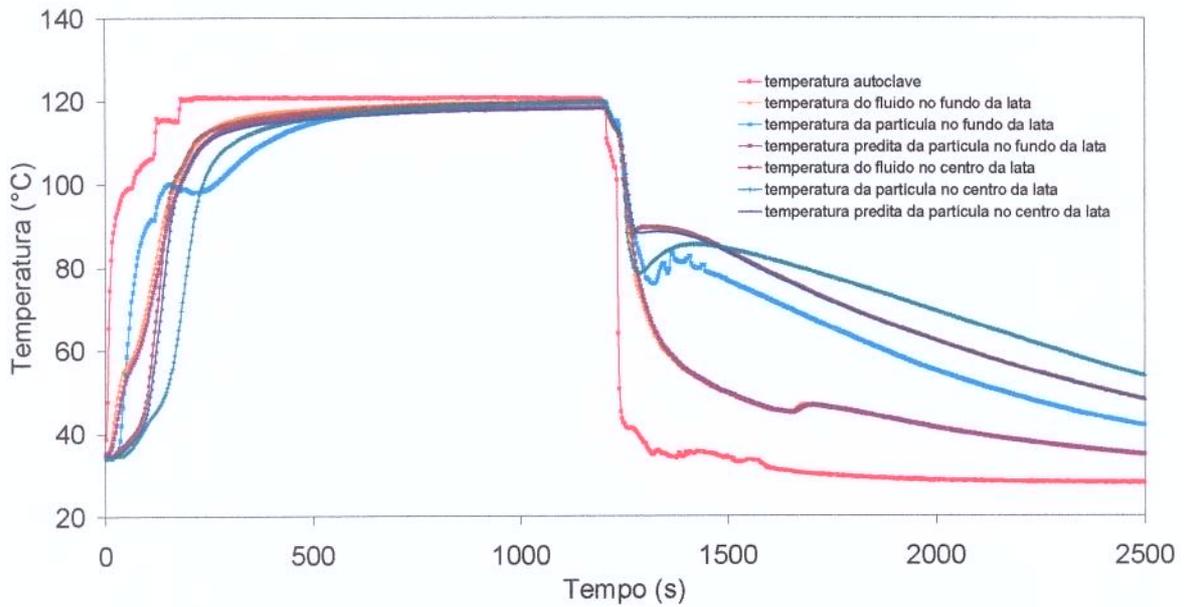


FIGURA 4.42a- História térmica para o ensaio realizado em autoclave, estático, vácuo de 25 pol de Hg e 38% de volume-livre.

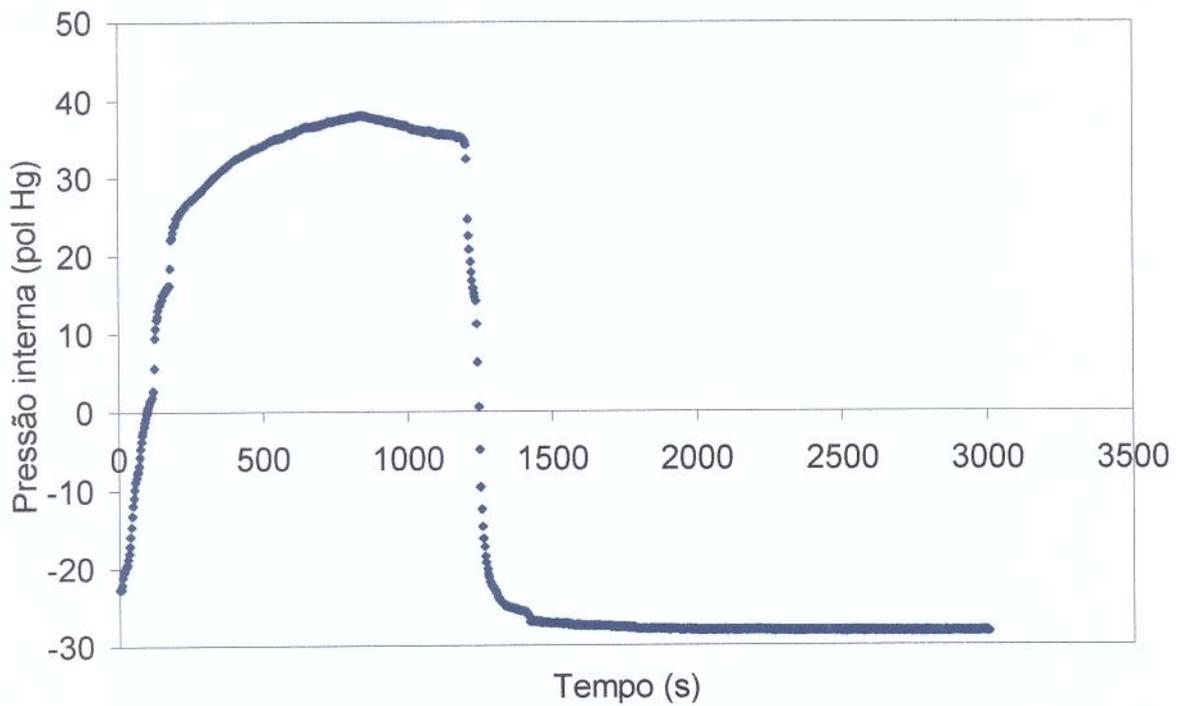


FIGURA 4.42b- História de pressão para o ensaio realizado em autoclave, estático, vácuo de 25 pol de Hg e 38% de volume-livre.

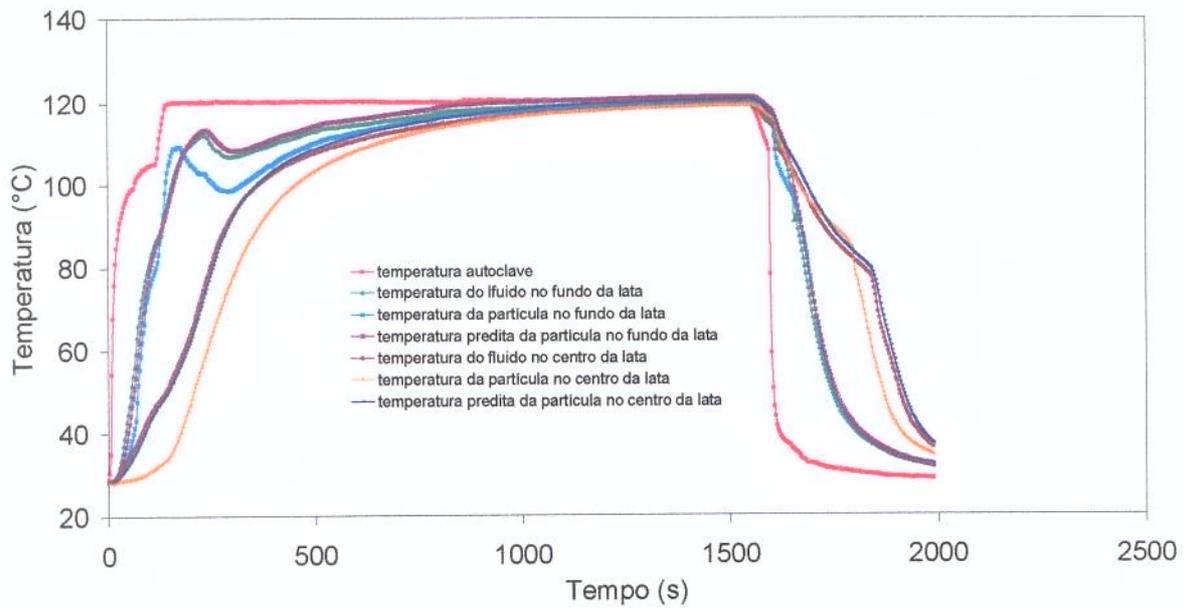


FIGURA 4.43a- História térmica para o ensaio realizado em autoclave, estático, recravado sob vácuo (com posterior “vazamento”) e 38% de volume-livre.

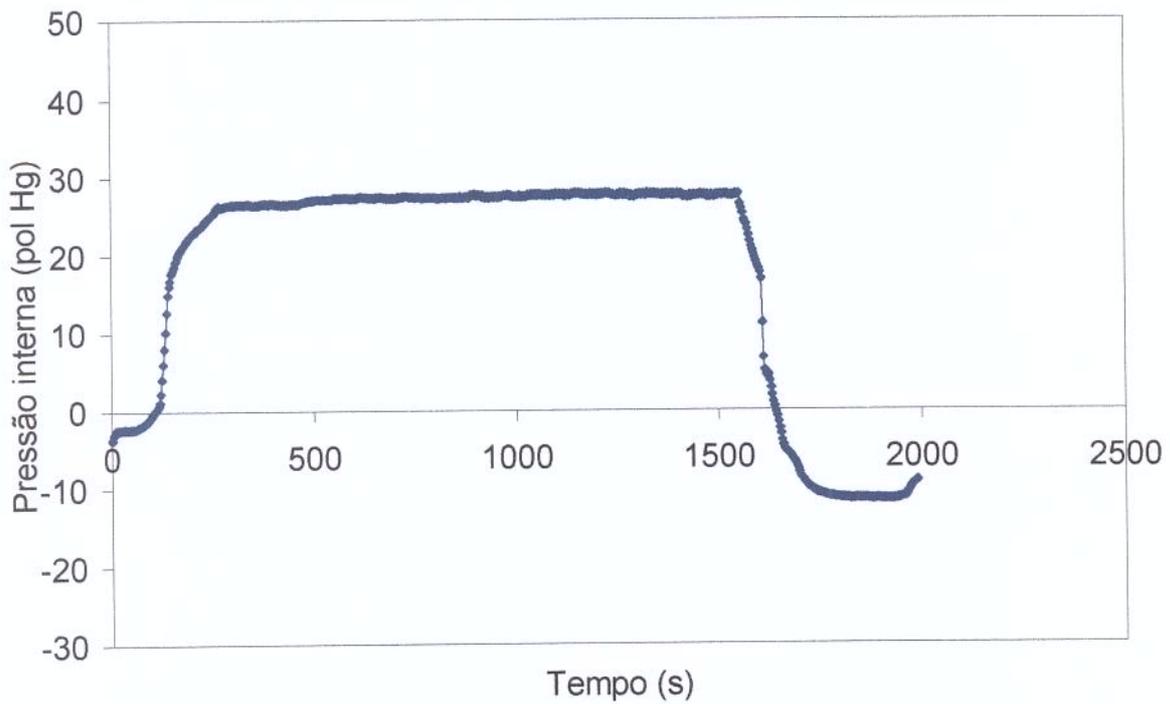


FIGURA 4.43b- História de pressão para o ensaio realizado em autoclave, estático, recravado sob vácuo (com posterior “vazamento”) e 38% de volume-livre.

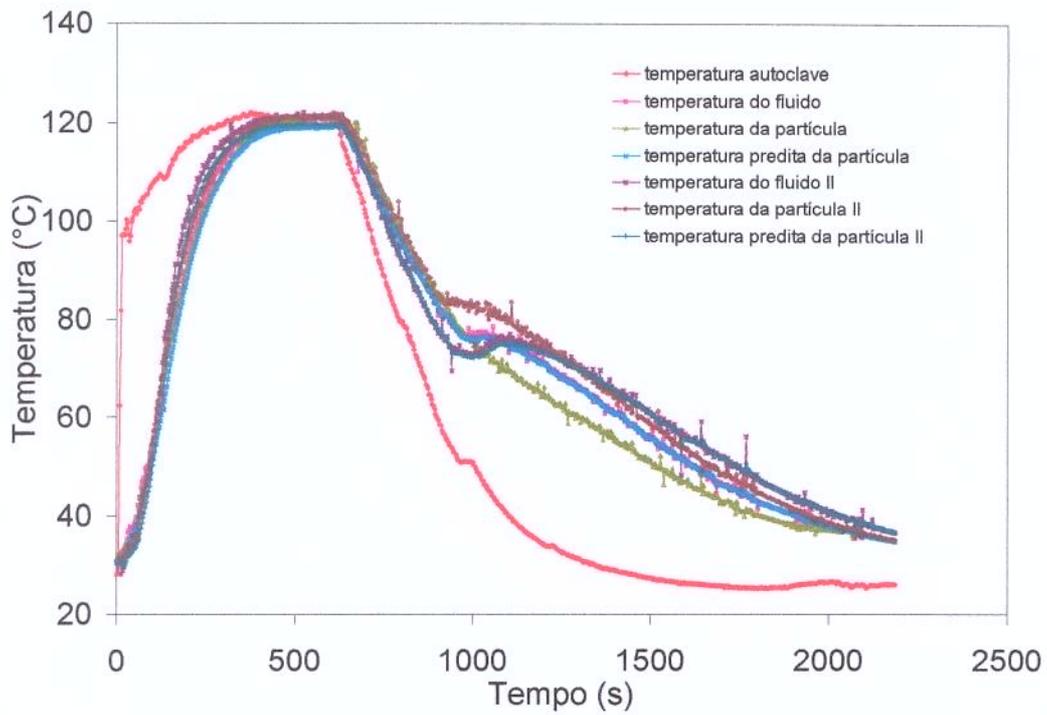


FIGURA 4.44- História térmica para o ensaio realizado em autoclave, a 16 rpm, vácuo de 25 pol de Hg e 38% de volume-livre.

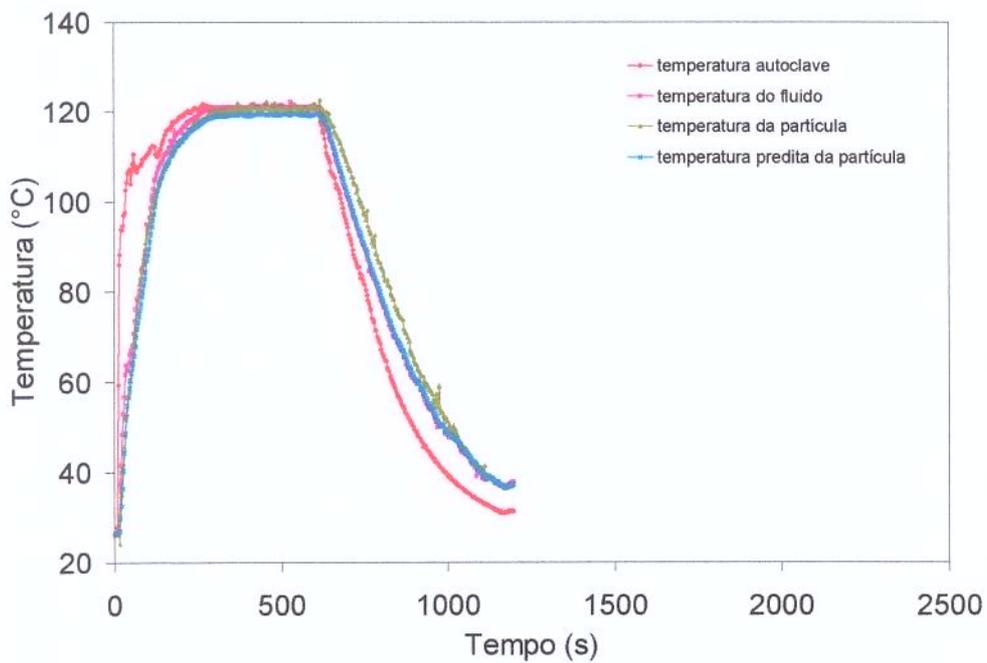


FIGURA 4.45- História térmica para o ensaio realizado em autoclave, a 32 rpm, vácuo de 25 pol de Hg e 38% de volume-livre.

4.6.4- DETERMINAÇÃO DA TEMPERATURA INTERNA DA ESFERA NOS ENSAIOS EM BANCADA

Para determinar a temperatura interna da esfera foi utilizado o método da função de transferência em z. A Figura 4.46 representa a resposta do primeiro dos quatro ensaios realizados para determinação dos coeficientes da função de transferência em z. A Tabela 4.10 representa a média dos coeficientes da função de transferência calculados a partir destes ensaios (ANEXO 1).

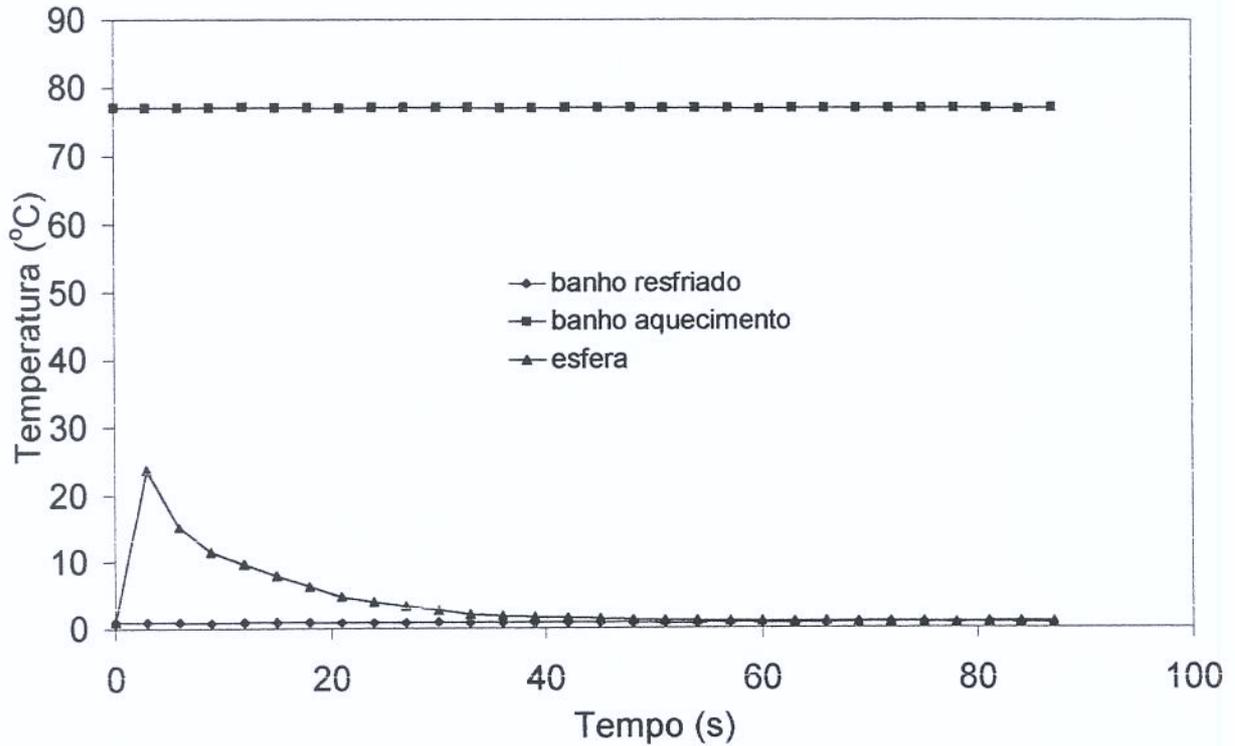


FIGURA 4.46- Resposta da temperatura interna da esfera a distúrbio retangular de amplitude 77°C e duração de 3s.

TABELA 4.10- Valores médios dos coeficientes da função de transferência em z

Coefficiente	Valor	Coefficiente	Valor	Coefficiente	Valor	Coefficiente	Valor
f_0	0.0000	f_8	0.0345	f_{16}	0.0022	f_{24}	-0.0009
f_1^*	0.3258	f_9	0.0259	f_{17}	0.0020	f_{25}	-0.0009
f_2	0.1640	f_{10}	0.0180	f_{18}	0.0011	f_{26}	-0.0010
f_3	0.1251	f_{11}	0.0137	f_{19}	0.0006	f_{27}	-0.0015
f_4	0.1009	f_{12}	0.0101	f_{20}	-0.0006	f_{28}	-0.0007
f_5	0.0796	f_{13}	0.0072	f_{21}	-0.0004	f_{29}	-0.0007
f_6	0.0613	f_{14}	0.0057	f_{22}	-0.0011		
f_7	0.0425	f_{15}	0.0041	f_{23}	-0.0010		

* modificado posteriormente para 0,2858

Restava verificar a confiança na função de transferência quanto à reprodução de outros distúrbios de temperatura. Inicialmente, observou-se que aplicando-se a função obtida, os dados preditos nos patamares de temperatura apresentavam-se ligeiramente acima da temperatura real, o que não é seguro (Figuras 4.47). Para corrigir este problema, o primeiro coeficiente da função de transferência, valor f_1 , foi alterado de modo que os valores preditos de temperatura ficassem abaixo dos valores reais. O valor de f_1 ficou em 0,2857. Os outros coeficientes não foram alterados.

Os resultados do ensaio de validação da função de transferência em z modificada podem ser observados através das Figuras 4.48, 4.49 e 4.50. Observa-se que para vários tipos de distúrbio ocorridos no sistema houve uma aproximação razoável entre a temperatura experimental e a predita pelo modelo da função de transferência em z , principalmente quando a temperatura se estabilizava.

A função de transferência em z assim determinada, denominada de "I", foi utilizada para descrever a temperatura no centro da esfera quando as mesmas estavam imersas no líquido nos ensaios estáticos (ponto quente, no fundo da lata, a 1/5 da altura) e em todos os ensaios agitados (ponto frio, no centro geométrico).

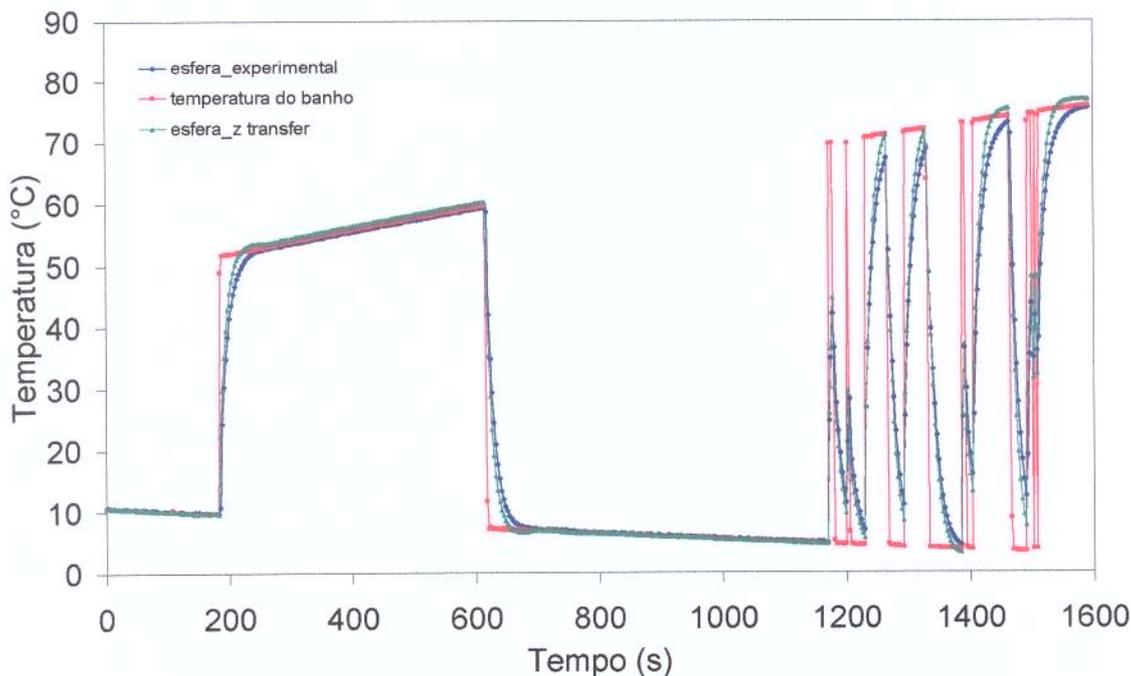


FIGURA 4.47- Resposta da temperatura interna da esfera a distúrbio externo. Coeficiente f_1 da função de transferência em z "original".

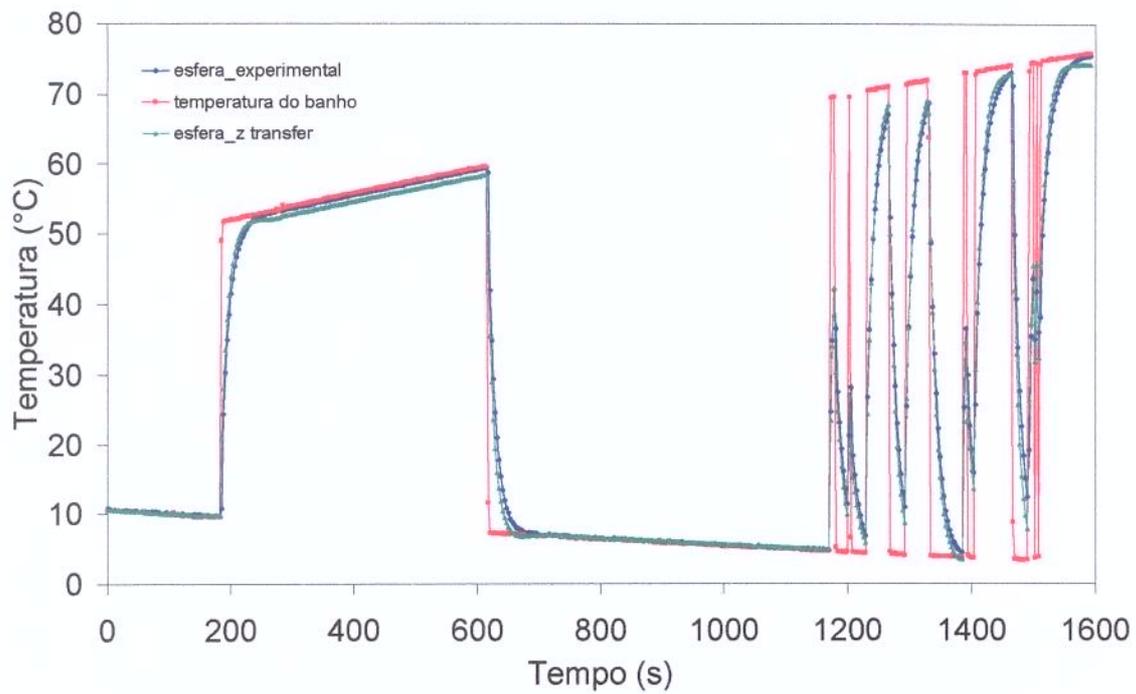


FIGURA 4.48- Resposta da temperatura interna da esfera a distúrbio externo. Coeficiente f_1 da função de transferência em z "corrigido".

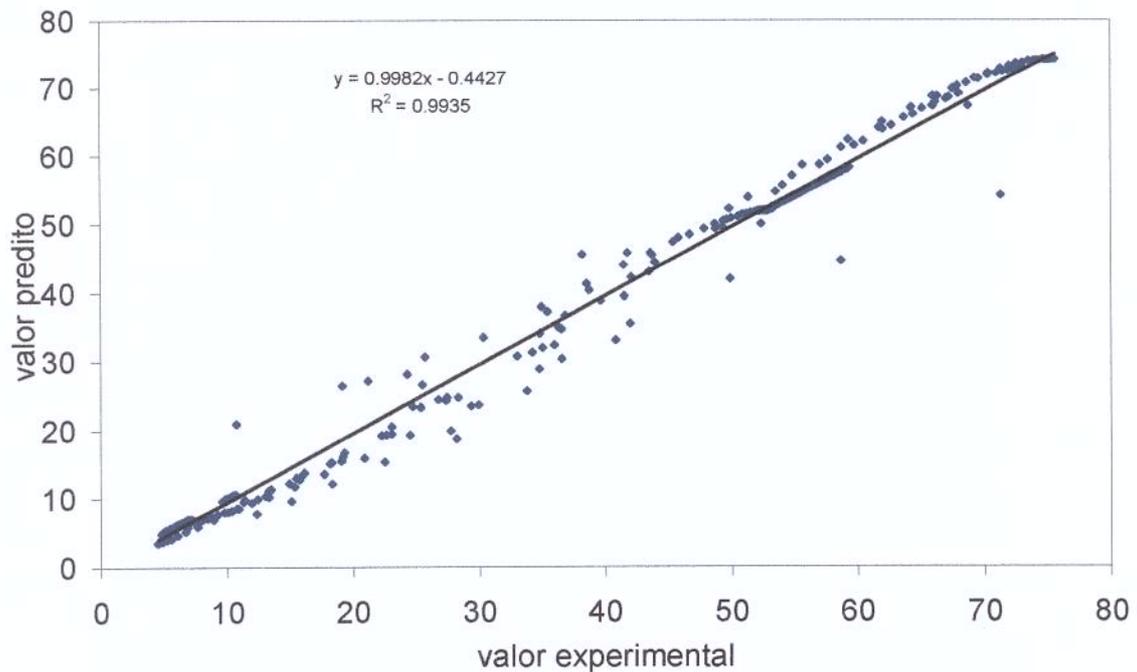


FIGURA 4.49- Resposta da temperatura experimental com relação a resposta predita pelo modelo para os dados da figura 4.43.

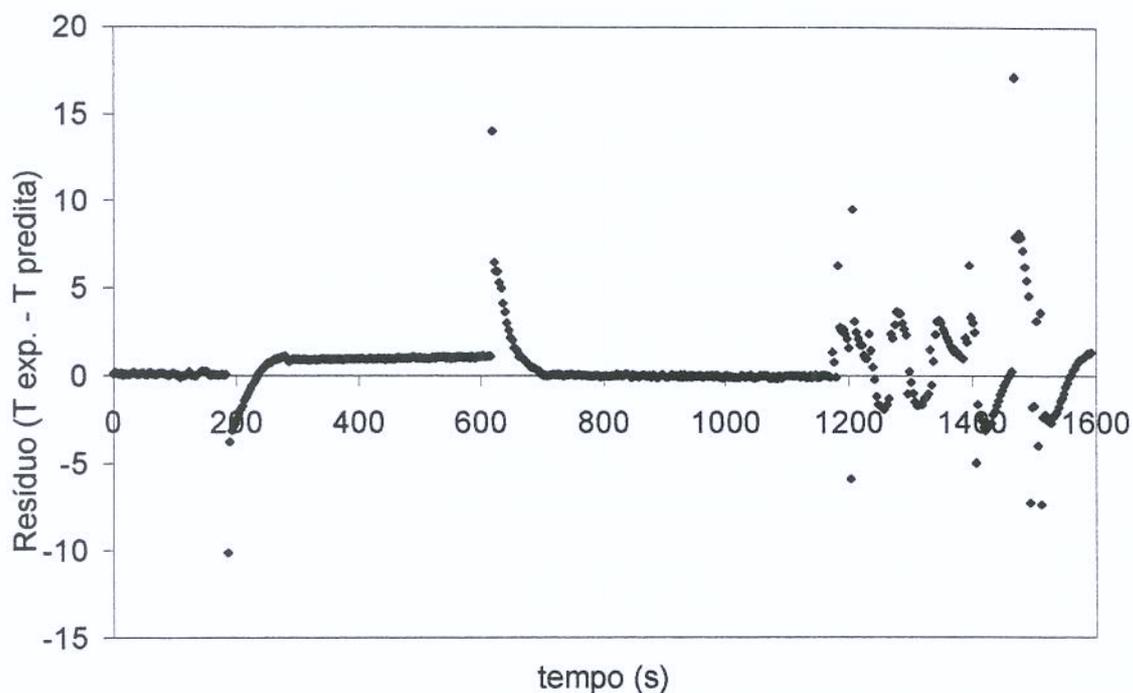


FIGURA 4.50- Gráfico do resíduo da temperatura da esfera real com relação à temperatura predita pelo modelo, para os dados da figura 4.47.

Pela Figura 4.50 observa-se que, principalmente entre 200 e 600 segundos, os valores preditos pela função de transferência em z foram inferiores aos valores reais, monitorados com termopares. A preocupação com este patamar de temperatura faz-se necessário uma vez que este é o perfil padrão da temperatura nos processos de esterilização. Nas mudanças rápidas da temperatura do distúrbio ocorreram as maiores diferenças entre a temperatura predita e a temperatura real, porém, são perfis pouco comuns em processos térmicos em autoclaves.

4.6.5- DETERMINAÇÃO DA TEMPERATURA INTERNA DA ESFERA NOS ENSAIOS NA AUTOCLAVE

Para determinar a temperatura das esferas nos ensaios realizados na autoclave, inicialmente foi utilizada a mesma função de transferência em z , descrita anteriormente. Comparando os resultados preditos com aqueles monitorados com termopares, observou-se que a função de transferência em z "I" foi eficiente apenas nos casos dos ensaios agitados. Porém, nos ensaios estáticos não houve uma boa aproximação. Neste caso, a falta de ajuste ocorreu por diversos fatores:

- a função de transferência em z foi obtida através de um distúrbio em água, mais semelhante ao que ocorre nos ensaios sob agitação
- nos ensaios estáticos existem distintas fases aquosa, de vapor e sua mistura, as quais não foram levadas em consideração durante a elaboração da função de transferência
- os coeficientes de película no momento da elaboração da função de transferência e em sua aplicação não foram necessariamente iguais
- a esfera monitorada pode ter saído de posição durante o teste, dificuldade já relatada na literatura (Ramaswamy *et al.*, 1997)
- a função de transferência foi obtida num intervalo de distúrbio entre 5°C e 80°C, aproximadamente, e então "extrapolada" para uma faixa de temperatura diferente

Tentando resolver este problema, partimos para a elaboração da função de transferência num ambiente mais próximo ao caso dos ensaios estáticos, ou seja, a esfera foi transferida de um banho resfriado para a superfície de evaporação de um béquer com água em ebulição e coberto com papel alumínio, a pressão atmosférica. O mesmo procedimento descrito anteriormente (item 2.2.6.4) foi utilizado e os valores dos coeficientes da função de transferência foram obtidos agora a partir de uma média de seis ensaios semelhantes.

A Tabela 4.11 apresenta os novos valores dos coeficientes da função de transferência, utilizados somente para o caso dos ensaios estáticos.

Ao contrário do que ocorreu no caso anterior, aplicando-se a função obtida através dos coeficientes da Tabela 4.10, os dados preditos mostraram-se abaixo da temperatura real (Figura 4.51). Para corrigir este problema, o primeiro coeficiente da função de transferência, valor f_1 foi elevado de modo que os valores preditos de temperatura

ficassem mais próximos dos valores reais. O valor de f_1 ficou em 0,2300. Todos os outros coeficientes permaneceram inalterados.

TABELA 4.11- Valores médios dos coeficientes da função de transferência em z para penetração de calor em esfera de PEAD, para os ensaios estáticos:

Coeficiente	Valor	Coeficiente	Valor	Coeficiente	Valor
f_0	0.0000	f_8	0.0434	f_{16}	0.0026
f_1^*	0.1847	f_9	0.0333	f_{17}	0.0011
f_2	0.1274	f_{10}	0.0247	f_{18}	0.0005
f_3	0.1056	f_{11}	0.0181	f_{19}	-0.0004
f_4	0.0990	f_{12}	0.0132	f_{20}	-0.0007
f_5	0.0874	f_{13}	0.0099	f_{21}	-0.0010
f_6	0.0717	f_{14}	0.0067	f_{22}	-0.0013
f_7	0.0563	f_{15}	0.0044	f_{23}	-0.0011

* modificado posteriormente para 0,2300

A Figura 4.52 apresenta a fidelidade da função de transferência para distúrbios na condição do ensaio estático, após a alteração do coeficiente f_1 . A flutuação na temperatura do distúrbio é devido à condensação do vapor no sistema, gerando temperatura em torno de 90°C, o que indica a presença de ar. A dificuldade em reconstituir este sistema, como ocorre de fato no interior das latas, deve ter contribuído para a menor fidelidade da função de transferência nestes casos.

Pelas Figuras 4.53 e 4.54 observa-se que durante o pequeno patamar de temperatura, próximo a 80 segundos e temperatura próxima a 80°C, o valor predito pela função de transferência em z apresenta o menor resíduo e, em geral, os valores predito são inferiores aos valores reais, monitorados com termopares. A preocupação com este patamar de temperatura faz-se necessário uma vez que é o perfil padrão da temperatura nos processos de esterilização.

A função de transferência em z assim determinada, denominada de "II", foi utilizada para descrever a temperatura no centro da esfera nos ensaios estáticos, no ponto frio, no centro geométrico.

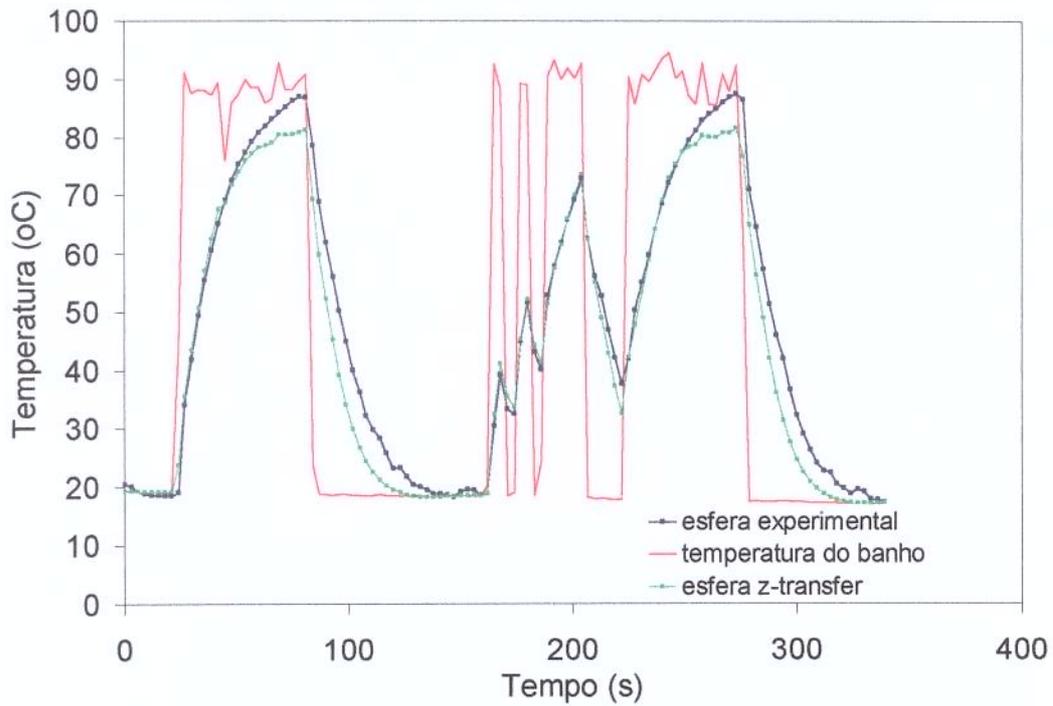


FIGURA 4.51- Resposta da temperatura interna da esfera a distúrbio externo. Coeficiente f_1 da função de transferência em z "original".

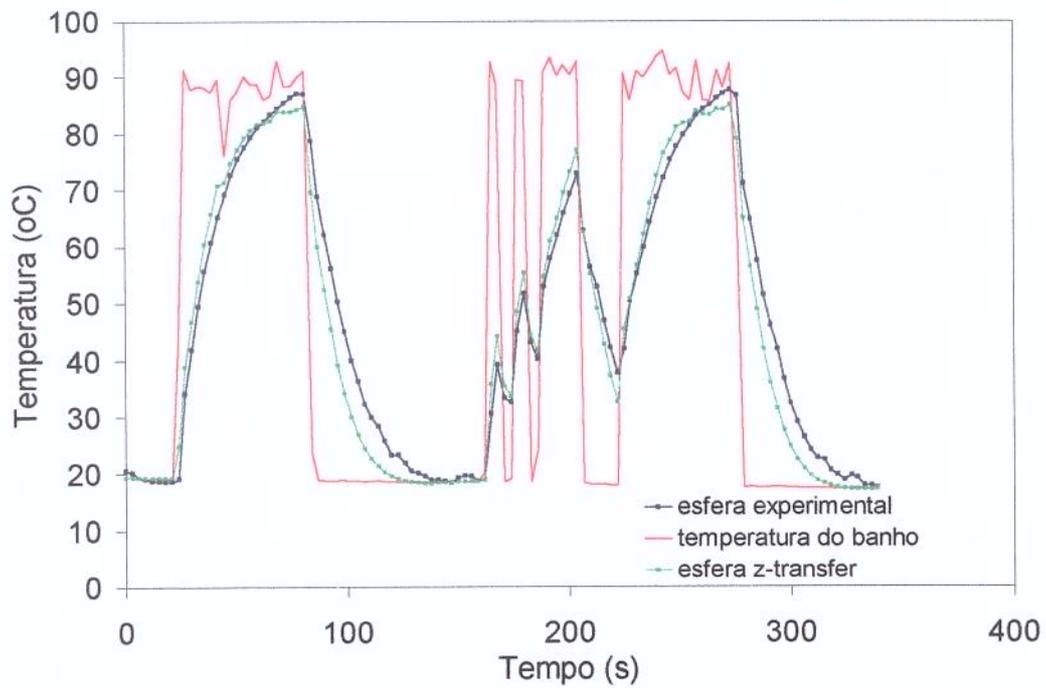


FIGURA 4.52- Resposta da temperatura interna da esfera a distúrbio externo. Coeficiente f_1 da função de transferência em z "corrigido".

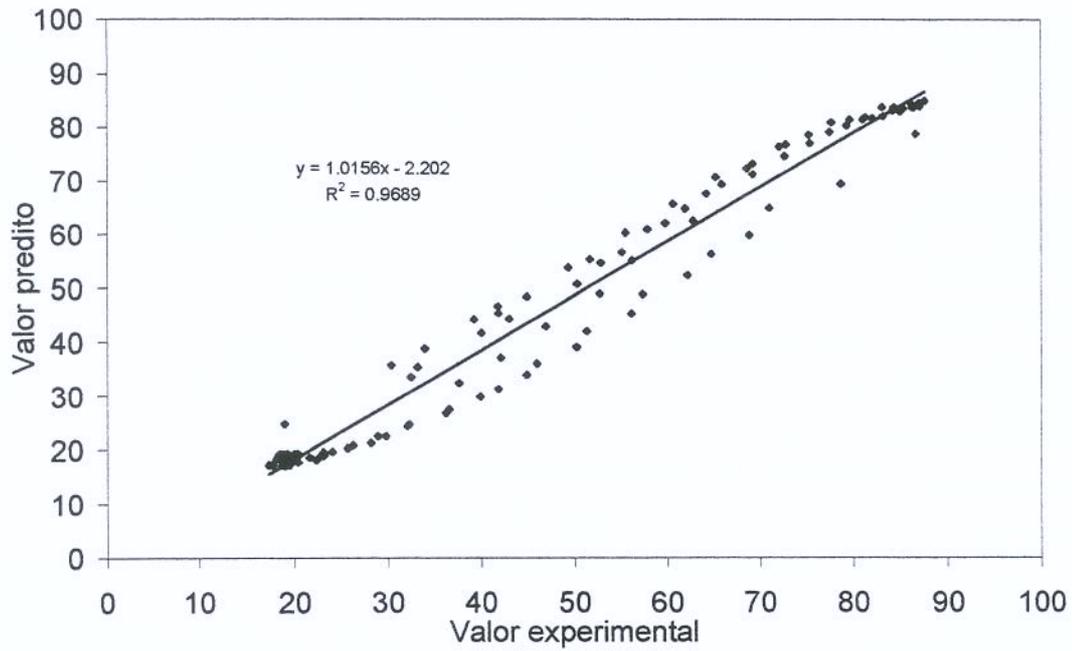


FIGURA 4.53- Resposta da temperatura experimental com relação a resposta predita pelo modelo para os dados da figura 4.52.

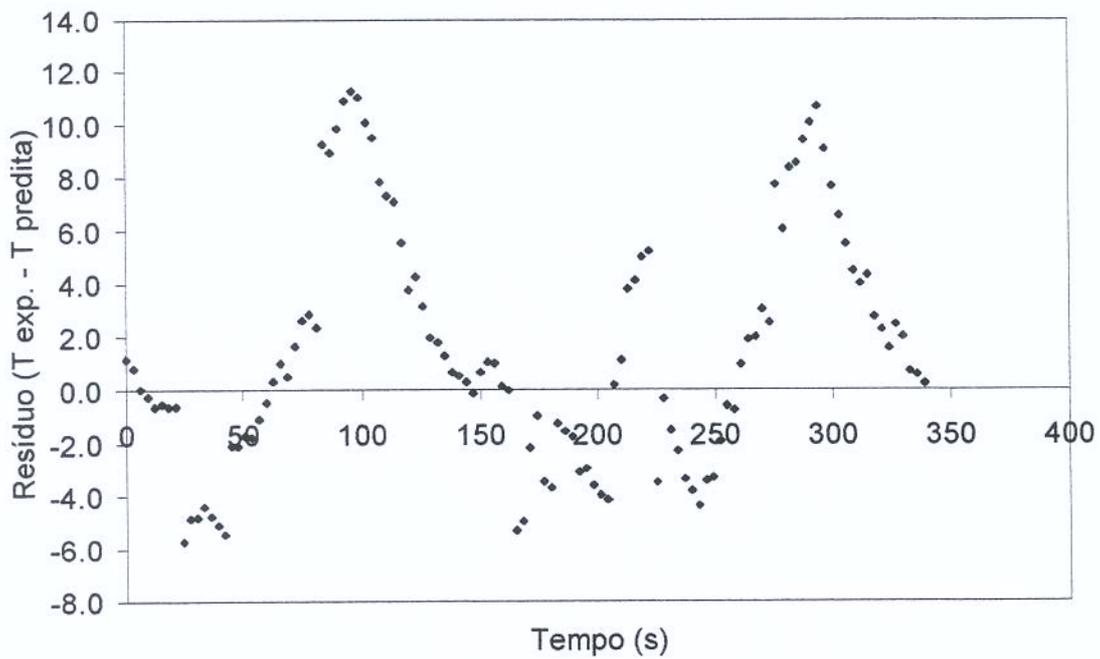


FIGURA 4.54- Gráfico do resíduo da temperatura da esfera real com relação à temperatura predita pelo modelo, para os dados da figura 4.52.

4.6.6- DETERMINAÇÃO DOS COEFICIENTES DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR

As curvas de penetração de calor obtidas nos ensaios em bancada e na autoclave foram analisadas para determinação dos coeficientes de transferência de calor global e de superfície nas esferas.

No caso dos ensaios em bancada, a temperatura no centro geométrico das esferas não foi medida diretamente, apenas predita através da função de transferência em z "I" (ensaios com agitação) e "II" (ensaios estáticos).

Nos ensaios em autoclave foram utilizados tanto os dados reais de temperatura das esferas (monitorados por termopares), como as temperaturas obtidas pelo método da função de transferência em z "I" (ensaios com agitação) e "II" (ensaios estáticos), para o cálculo dos coeficientes de transferência de calor.

Ensaio em bancada - determinação de U:

Para os ensaios sob agitação, os coeficientes globais de transferência de calor foram calculados pela equação 3.43, levando-se em consideração o centro geométrico das latas.

Já para os ensaios estáticos, os coeficientes globais de transferência de calor foram calculados pelas equações 3.49 e 3.51, respectivamente para os pontos de aquecimento mais rápido e lento, os quais, para efeito de simplificação, foram estabelecidos a 1/5 da altura (ponto quente) e no centro geométrico (ponto frio). A Tabela 4.12 apresenta estes resultados.

TABELA 4.12- Resultados dos coeficiente globais de transferência de calor para os ensaios realizados em bancada, no centro geométrico das latas:

Ensaio	Vácuo (pol Hg)	Volume (%)	Rotação (rpm)	No ponto quente		No ponto frio	
				Uo (J/m ² °C)	Resolução	Uo (J/m ² °C)	Resolução
1	25	38	0	325,2	eq. 3.51	32,4	eq.3.49
2	12,5	38	0	138,0	eq. 3.51	22,2	eq.3.49
3	0	38	0	106,2	eq. 3.51	21,3	eq.3.49
4	25	23	0	737,5	eq. 3.51	76,4	eq.3.49
5	12,5	23	0	492,3	eq. 3.51	47,1	eq.3.49
6	0	23	0	597,7	eq. 3.51	44,0	eq.3.49
7	25	38	16	-		99,8	eq.3.43
8	12,5	38	16	-		52,5	eq.3.43
9	0	38	16	-		68,5	eq.3.43
10	25	23	16	-		573,3	eq.3.43
11	12,5	23	16	-		503,9	eq.3.43
12	0	23	16	-		521,4	eq.3.43
13	25	38	32	-		401,2	eq.3.43
14	12,5	38	32	-		206,1	eq.3.43
15	0	38	32	-		294,2	eq.3.43
16	25	23	32	-		905,3	eq.3.43
17	12,5	23	32	-		808,3	eq.3.43
18	0	23	32	-		456,9	eq.3.43

Ensaio em bancada - determinação de h:

Quanto aos coeficientes de transferência de calor na superfície das partículas, inicialmente foram utilizadas as soluções numéricas para a transferência de calor transiente em esferas, descrita por Pflug em 1965 (vide Tabela 2.2).

Quando o valor de Biot foi menor que 0,1, os coeficientes de transferência de calor na superfície das partículas também foram calculados através das equações 3.44, 3.50 e 3.52, para efeito de comparação.

Nos ensaios estáticos ocorreu o inconveniente das curvas quebradas de aquecimento e, desta forma, para a resolução numérica foi estabelecido o valor de f_{h1} para o ponto quente e o valor de f_{h2} para o ponto frio. A Tabela 4.13 apresenta os valores de Biot estimados para cada ensaio, tendo como base a relação $(f_h \alpha 4/D_p^2)$, enquanto a Tabela 4.14 apresenta os resultados de h.

TABELA 4.13- Soluções numéricas para temperatura transiente em esferas:

Ensaio	No ponto quente			No ponto frio		
	f_h	$f_h \alpha 4/D_p^2$	Biot	f_h	$f_h \alpha 4/D_p^2$	Biot
1	94,3	0,7337	1,1310	1065,8	8,2330	0,0948
2	446,6	3,4750	0,2309	1432,6	11,1471	0,0697
3	569,1	4,4274	0,1812	1541,2	11,9921	0,0648
4	101,7	0,7913	1,2088	1229,6	9,5675	0,0816
5	158,6	1,2341	0,7221	953,5	7,4192	0,1060
6	143,9	1,1197	0,7959	763,1	5,9377	0,1325
7	-	-	-	208,9	1,6255	0,5248
8	-	-	-	340,9	2,6525	0,3107
9	-	-	-	382,9	2,9793	0,2766
10	-	-	-	101,5	0,7898	1,2111
11	-	-	-	104,1	0,8100	1,1809
12	-	-	-	100,4	0,7812	1,2244
13	-	-	-	88,9	0,6917	1,5557
14	-	-	-	138,9	1,0808	0,8245
15	-	-	-	118,8	0,9244	1,0348
16	-	-	-	70,9	0,5517	1,9505
17	-	-	-	71,8	0,5587	1,9261
18	-	-	-	89,6	0,6972	1,5434

TABELA 4.14- Resultados dos coeficientes de transferência de calor na superfície das partículas para os ensaios realizados em bancada:

Ensaio	Vácuo (pol Hg)	Volume (%)	Rotação (rpm)	no ponto quente		no ponto frio	
				h (J/m ² °C)	resolução	h (J/m ² °C)	resolução
1	25	38	0	65,5	tab 4.13	5,5 23,2	tab 4.13 eq. 3.50
2	12,5	38	0	13,4	tab 4.13	4,0 17,3	tab 4.13 eq. 3.50
3	0	38	0	21,0	tab 4.13	7,5 10,1	tab 4.13 eq. 3.50
4	25	23	0	79,0	tab 4.13	4,8 35,7	tab 4.13 eq. 3.50
5	12,5	23	0	41,8	tab 4.13	6,1 31,8	tab 4.13 eq. 3.50
6	0	23	0	46,2	tab 4.13	7,7 26,3	tab 4.13 eq. 3.50
7	25	38	16	-		30,4	tab 4.13
8	12,5	38	16	-		18,0	tab 4.13
9	0	38	16	-		16,0	tab 4.13
10	25	23	16	-		70,1	tab 4.13
11	12,5	23	16	-		68,4	tab 4.13
12	0	23	16	-		70,9	tab 4.13
13	25	38	32	-		90,0	tab 4.13
14	12,5	38	32	-		47,7	tab 4.13
15	0	38	32	-		33,6	tab 4.13
16	25	23	32	-		112,9	tab 4.13
17	12,5	23	32	-		111,5	tab 4.13
18	0	23	32	-		89,3	tab 4.13

Através das Tabelas 4.12, 4.13 e 4.14 observa-se, para os ensaios estáticos, uma grande variação entre os valores de U_o , Biot e h obtidos para as regiões de aquecimento mais lento e mais rápido.

No ponto frio (fase de vapor), valores de Biot próximos a 0,1 permitiram uma comparação entre a determinação de h através da equação 3.50 ou pela resolução numérica da Tabela 4.13. Acreditamos que os valores de h calculados a partir da equação 3.50 apresentam os melhores resultados pois não sofrerem a interferência das curvas quebradas de aquecimento. De qualquer modo, estes resultados indicam uma

transferência de calor relativamente ineficiente pela condensação do vapor sobre as esferas.

Quanto ao coeficiente global de transferência de calor, os maiores valores de U estão no ponto de aquecimento mais rápido, o que de certo modo se justifica pela rápida transferência de calor do meio externo ao líquido da lata.

O efeito de cada variável (vácuo, rotação e volume-livre) pode ser avaliado utilizando um algoritmo relativamente simples (Barros Neto *et al.*, 1995).

Primeiro reescrevemos as Tabelas 4.12 e 4.14 na forma de uma matriz de planejamento usando sinais algébricos que identificam o nível de cada fator como superior ou inferior. Assim, os valores 25 pol de Hg, 32 rpm são identificadas pelo sinal (+). Os valores 0 pol de Hg e 0 rpm são identificados pelo sinal (-). Os valores 12,5 pol de Hg e 16 rpm são identificados pelo sinal (0). O cálculo do efeito de cada variável pode ser calculado multiplicando-se o sinal das colunas vácuo (V) e rotação (R) pela coluna de resultados (U_0 e h).

Com relação à estimativa do coeficiente de transferência de calor na superfície da partícula, é importante salientar que, por segurança, o valor da temperatura no centro da esfera, predita pela função de transferência em z , ficou abaixo da temperatura real e, conseqüentemente, a temperatura na superfície da mesma foi subdimensionada. O valor de $(T_{\text{fluido}} - T_{ps})$ foi maior que o valor real e, desta forma, a estimativa de h através da equação 3.50 diminuiu, pois o denominador da equação aumentou.

Determinação dos contrastes das variáveis:

matriz de coeficiente de contraste

$$x = \begin{matrix} & \begin{matrix} V & R & VR \end{matrix} \\ \begin{matrix} 25 & 0 \\ 12.5 & 0 \\ 0 & 0 \\ 25 & 16 \\ 12.5 & 16 \\ 0 & 16 \\ 25 & 32 \\ 12.5 & 32 \\ 0 & 32 \end{matrix} & \Rightarrow & \begin{bmatrix} + & - & - \\ 0 & - & 0 \\ - & - & + \\ + & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ - & 0 & 0 \\ + & + & + \\ 0 & + & 0 \\ - & + & - \end{bmatrix} \end{matrix}$$

O produto da matriz coeficiente de contraste pela matriz de resultados gera o contraste relativo de cada variável: Ou seja:

V	R	VR	$Y_{U38\%}$	$Y_{h38\%}$	$Y_{U23\%}$	$Y_{h23\%}$
+	-	-	32.4	23.2	76.4	35.7
0	-	0	22.2	17.3	47.1	31.8
-	-	+	21.3	10.1	44.0	26.3
+	0	0	99.8	30.4	573.3	70.1
0	0	0	x 52.5	ou 18.0	ou 503.9	ou 68.4
-	0	0	68.5	16.0	521.4	70.9
+	+	+	401.2	90.0	905.3	112.9
0	+	0	206.1	47.7	808.3	111.5
-	+	-	294.2	33.6	456.9	89.3

onde,

$Y_{U38\%}$ é a matriz resposta para o coeficiente global de transferência de calor, tendo 38% de volume-livre

$Y_{h38\%}$ é a matriz resposta para o valor de h, tendo 38% de volume-livre

$Y_{U23\%}$ é a matriz resposta para o coeficiente global de transferência de calor, tendo 23% de volume-livre

$Y_{h23\%}$ é a matriz resposta para o valor de h, tendo 23% de volume-livre

À matriz resultante contém o valor da média (M), o qual é a soma das respostas dividido por 9 e os valores atribuídos aos contrastes individuais de cada variável, os quais são divididos por 3. O resultado fica:

	$Y_{U38\%}$	$Y_{h38\%}$	$Y_{U23\%}$	$Y_{h23\%}$	
$\begin{bmatrix} M \\ V \\ R \\ VR \end{bmatrix}$	$= \begin{bmatrix} 133.1 \\ 49.8 \\ 275.2 \\ 32.0 \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} 31.82 \\ 28.0 \\ 40.2 \\ 14.4 \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} 437.4 \\ 177.6 \\ 667.7 \\ 138.7 \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} 69.0 \\ 10.7 \\ 73.3 \\ 19.3 \end{bmatrix}$	efeito médio efeito principal volume efeito principal rotação efeito interação volume/rotação

Pode ser observado que:

- na média, os valores de U_0 e h foram maiores para os ensaios com 23% de volume livre,
- o efeito do vácuo (V) é sempre menor que a média, porém, indica que vácuos maiores conduzem a coeficientes U_0 e h maiores, principalmente quando o volume-livre foi de 38%;
- a agitação (R) é a maior responsável pelo aumento nos valores de U_0 e h . Seu efeito é maior que a média em todos os casos;
- o efeito combinado do vácuo (V) e agitação (R) é próximo ao efeito do vácuo isoladamente.

Ensaio na autoclave - determinação de U:

Os valores de U foram obtidos para o centro geométrico em todos os ensaios, calculados a partir da equação 3.43 para ensaios agitados e 3.49 para ensaios estáticos.

A Tabela 4.15 apresenta os coeficientes de transferência de calor para os ensaios em autoclave, tendo como base tanto as temperaturas reais do fluido.

TABELA 4.15- Resultados dos coeficiente globais de transferência de calor para os ensaios realizados em autoclave, a 121°C, no centro geométrico das latas:

Ensaio	Vácuo (pol Hg)	Volume (%)	Rotação (rpm)	dados reais de temperatura	
				Uo (J/m ² °C)	resolução
1	25	38	0	117,3	eq.3.49
2	25*	38	0	58,2	eq.3.49
3	25	38	16	121,7	eq.3.43
4	25	38	32	358,7	eq.3.43

* com vazamento subsequente

Ensaio em autoclave - determinação de h:

Na Tabela 4.16 estão apresentados os valores de Biot calculados para os ensaios em autoclave. Os valores de f_h indicados nesta tabela referem-se ao centro geométrico da lata teste. No caso dos ensaios estáticos, levou-se em consideração o valor de f_{h2} das curvas quebradas de aquecimento. Na Tabela 4.17 estão os valores de h, calculados a partir dos valores de Biot.

TABELA 4.16- Valores de Biot para os ensaios realizados em autoclave, a 121°C, no centro geométrico das latas:

ensaio (#)	vácuo (pol Hg)	espaço (%)	rotação (RPM)	dados reais			dados preditos		
				f_h (s)	$f_h \alpha 4/D_p^2$	Biot	f_h (s)	$f_h \alpha 4/D_p^2$	Biot
1	25	38	0	648.9	5.0491	0.16	1245.6	9.6920	0.08
2	25*	38	0	864.4	6.7259	0.12	3431.5	26.7005	0.03
3	25	38	16	194.9	1.5165	0.51	203.1	1.5803	0.54
4	25	38	32	141.0	1.0971	0.81	141.8	1.1033	0.81

* com vazamento subsequente

Pela Tabela 4.16 observa-se valores de Biot próximos a 0,1 nos ensaios estáticos. Assim, nestes casos, também foi aplicada a equação 3.50 para determinação de h.

TABELA 4.17- Valores de h para os ensaios realizados em autoclave, a 121°C, no centro geométrico das latas:

ensaio (#)	vácuo (pol Hg)	espaço (%)	rotação (RPM)	dados reais		dados preditos	
				h (J/m ² °C)	resolução	h (J/m ² °C)	resolução
1	25	38	0	9,3	tab. 4.15	4,6	tab. 4.15
				114,1	eq. 3.50	42,2	eq. 3.50
2	25*	38	0	6,9	tab. 4.15	1,7	tab. 4.15
				76,2	eq. 3.50	27,6	eq. 3.50
3	25	38	16	29,5	tab. 4.15	31,3	tab. 3.15
4	25	38	32	46,9	tab. 4.15	46,9	tab. 3.15

* com vazamento subsequente

Analisando os resultados das Tabelas 4.16 e 4.17, observa-se:

- os valores de U_0 aumentam com a agitação;
- o efeito da perda de vácuo, no ensaio estático, é grande na diminuição dos coeficientes de transferência de calor;
- os valores dos coeficientes de transferência de calor através da predição da temperatura das esferas pela função de transferência foram melhores nos ensaios agitados;
- a predição dos coeficientes de transferência de calor ficou subdimensionada, o que é seguro do ponto de vista de projeto de processos térmicos. Isto ocorreu em função da temperatura da esfera predita pela função de transferência ser inferior à temperatura real do sistema em estudo, sobretudo nos patamares onde a temperatura do processo se estabiliza;

A agitação, como pode ser percebido, aumenta a velocidade de transferência de calor para o processo em estudo, pois acelera a movimentação do fluido e seu vapor no interior da embalagem, principal responsável pela transferência de calor para as esferas. Porém, existe a possibilidade deste fluido, no interior da lata, entrar em processo de centrifugação, o que seria prejudicial.

Avaliando-se a equação (4.12), a seguir, que representa a força centrífuga relativa (F.C.R.), sugere-se que existe um nível de rotação para o qual o valor de F.C.R. passa a ser maior que 1 (um) e, neste caso, o fluido, no interior da lata, entraria em centrifugação.

$$\text{F.C.R.} = (11,17 \times 10^{-7}) R N^2 \quad (4.12)$$

onde N é a rotação em rpm e R o raio de rotação em mm

A Figura 4.55 representa as curvas de F.C.R em função do raio de rotação para diversos níveis de agitação. Assumindo-se um valor fixo para o raio de rotação de 800mm, como sendo a distância do centro do cesto de uma autoclave até a aresta do mesmo, observa-se que valores de F.C.R. iguais ou acima de 1 ocorrem para rotações acima de 34 rpm, aproximadamente.

Ou ainda, estabelecendo-se 32 rpm como velocidade de rotação limite para o produto, observa-se que o maior cesto possível para que o produto não entre em centrifugação na autoclave seria de, no máximo, 850mm, medido do centro à aresta.

De qualquer forma, esta avaliação tem que ser feita quando o projeto de processo for desenvolvido. Outros fatores são importantes, como o desgaste de rolamentos e custos operacionais, não levados em consideração neste estudo.

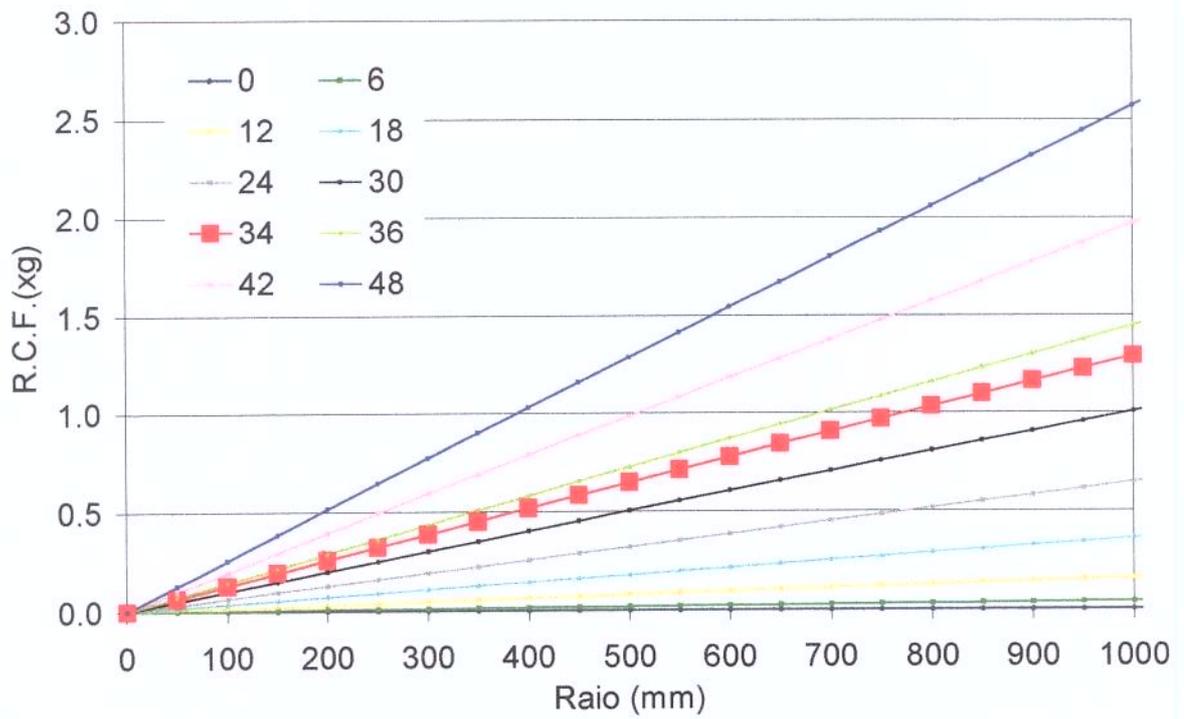


FIGURA 4.55- Curvas de F.C.R em função do raio de rotação para diversos níveis de agitação.

4.6.7- AVALIAÇÃO DO PERFIL DE PRESSÃO INTERNA NA EMBALAGEM

A medida da pressão interna só foi realizada nos ensaios estáticos devido às limitações de instalação do sensor de pressão ELLAB em sistemas agitados. Como pode ser observado pelas Figuras 4.5b, 4.7b, 4.9b, 4.11b, 4.13b e 4.15b nos ensaios em bancada; e 4.47b no ensaio em autoclave, a pressão interna das latas apresenta um perfil característico para cada uma das condições dos ensaios realizados.

A princípio, quando o vácuo foi alto (25 pol Hg), ocorreu uma rápida subida da pressão, acompanhando a subida da temperatura do líquido no fundo da lata até o ponto de ebulição do mesmo. Neste momento ocorreu uma quebra na velocidade de aumento da pressão, que diminuiu sua velocidade de ascensão. A partir deste ponto a pressão continuou subindo mais lentamente, porém ainda acompanhando a temperatura.

Para vácuos menores (12,5 pol Hg) ou mesmo na ausência de vácuo, a pressão parcial do ar na lata aumentou e o líquido não evaporou prontamente, assim, a subida da pressão ocorreu mais lentamente, mas também acompanhando a subida da temperatura.

O mesmo fenômeno ocorreu durante o resfriamento, inicialmente mais rápido sob alto vácuo. Desta forma, o vácuo na recravação foi fundamental no desenvolvimento do perfil de pressão interna da embalagem. Deste modo, para vácuos maiores a subida (ou descida) da temperatura e da pressão internas da embalagem também será mais rápida.

Um controle rigoroso da pressão na autoclave, durante o resfriamento, também deve ser efetuado, evitando amassamentos irreversíveis na embalagem. Quando se inicia o resfriamento, a pressão na autoclave deve ser mantida com ar comprimido, no máximo, ao mesmo nível aplicado durante o processo, até que a temperatura externa à embalagem atinja 105-110°C, para então ser imediatamente despressurizada. Nesta temperatura a pressão interna da lata já é próxima a 0 pol de Hg e a autoclave pode ser despressurizada.

Este procedimento é importante, pois como o produto é recravado sob alto vácuo, a diferença de pressão entre o meio externo e a pressão interna da lata pode ser elevada. Alguns testes realizados com as mesmas latas utilizadas nos ensaios, vazias e recravadas sob vácuo de 25 pol Hg, demonstraram que as mesmas resistem a uma contrapressão de no máximo 29 pol Hg. Isto significa que a diferença máxima de pressão entre o interior da lata e o meio de aquecimento deveria estar em torno de 54 pol de Hg (29+25 pol Hg). Quando a lata foi recravada à pressão atmosférica, a mesma suportou,

como esperado, pressões maiores, da ordem de 58 pol Hg, porém, a diferença de pressão permaneceu praticamente constante.

A Tabela 4.18 apresenta os valores de pressão obtidos durante os ensaios estáticos.

TABELA 4.18- Relação das pressões interna da embalagem e externa do meio de aquecimento, em pol de Hg, durante os processamentos térmicos.

condições de processo	Pressão inicial na lata (pol Hg)	Pressão na lata ao final do CUT (pol Hg)	Pressão na lata no início do resfriamento (pol Hg)	Pressão no meio de aquecimento (pol Hg)*	Diferença entre pressões interna e externa (pol Hg)
38% volume-livre; processo a 80°C	-27,1	-27,1	-9,4	0 pol Hg	-9,4
38% volume-livre; processo a 80°C	-10,7	-10,7	1,7	0 pol Hg	1,7
38% volume-livre; processo a 80°C	-1,0	-1,0	18,4	0 pol Hg	18,4
23% volume-livre; processo a 80°C	-27,7	-27,7	-4,9	0 pol Hg	-4,9
23% volume-livre; processo a 80°C	-7,8	-7,8	4,0	0 pol Hg	4,0
23% volume-livre; processo a 80°C	0,7	0,7	12,0	0 pol Hg	12,0
38% volume-livre; processo a 120°C	-22,7	22,1	35,0	15 pol Hg	20,0

* pressão do vapor saturado correspondente à temperatura de trabalho

Para os ensaios 1, 2 e 3, respectivamente com vácuo inicial de 25, 12,5 e 0 pol Hg, e volume-livre de 38%, as Figuras 4.56, 4.57 e 4.58, a seguir, representam os valores de pressão experimental, teórico, além da curva do vapor saturado.

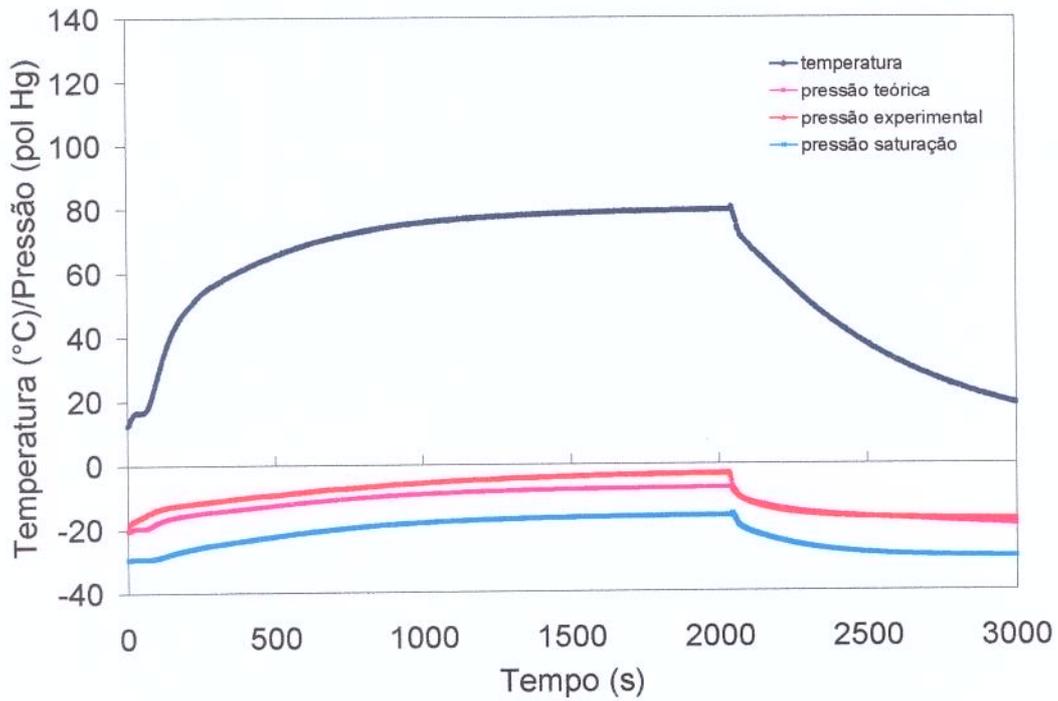


FIGURA 4.56- Relação entre a pressão experimental, teórica e do vapor saturado para o ensaio 1.

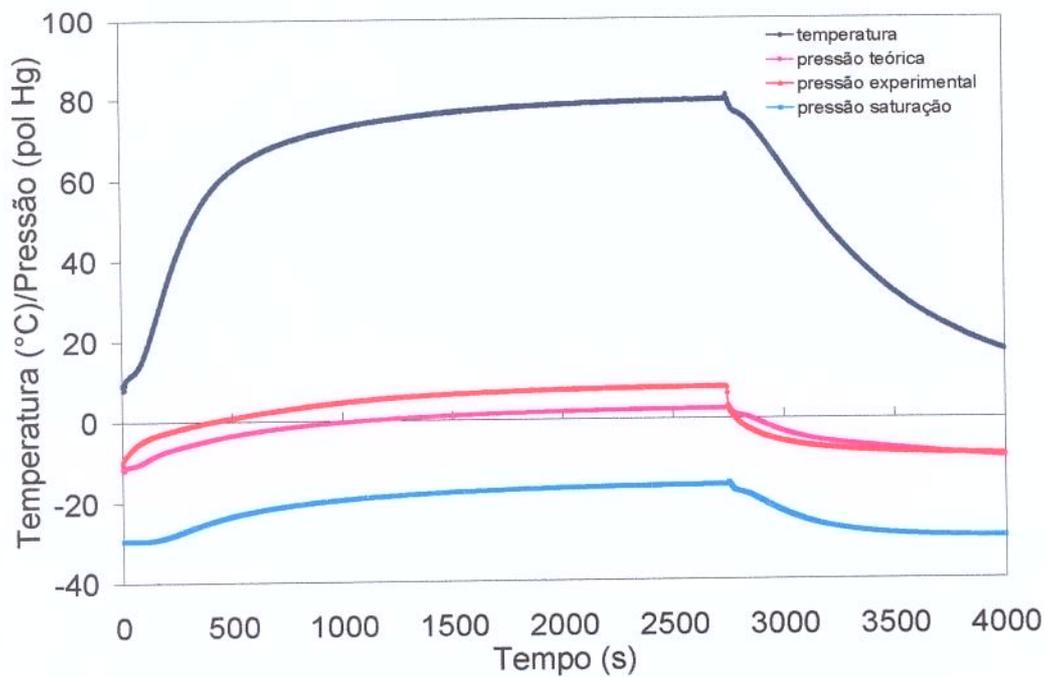


FIGURA 4.57- Relação entre a pressão experimental, teórica e do vapor saturado para o ensaio 2.

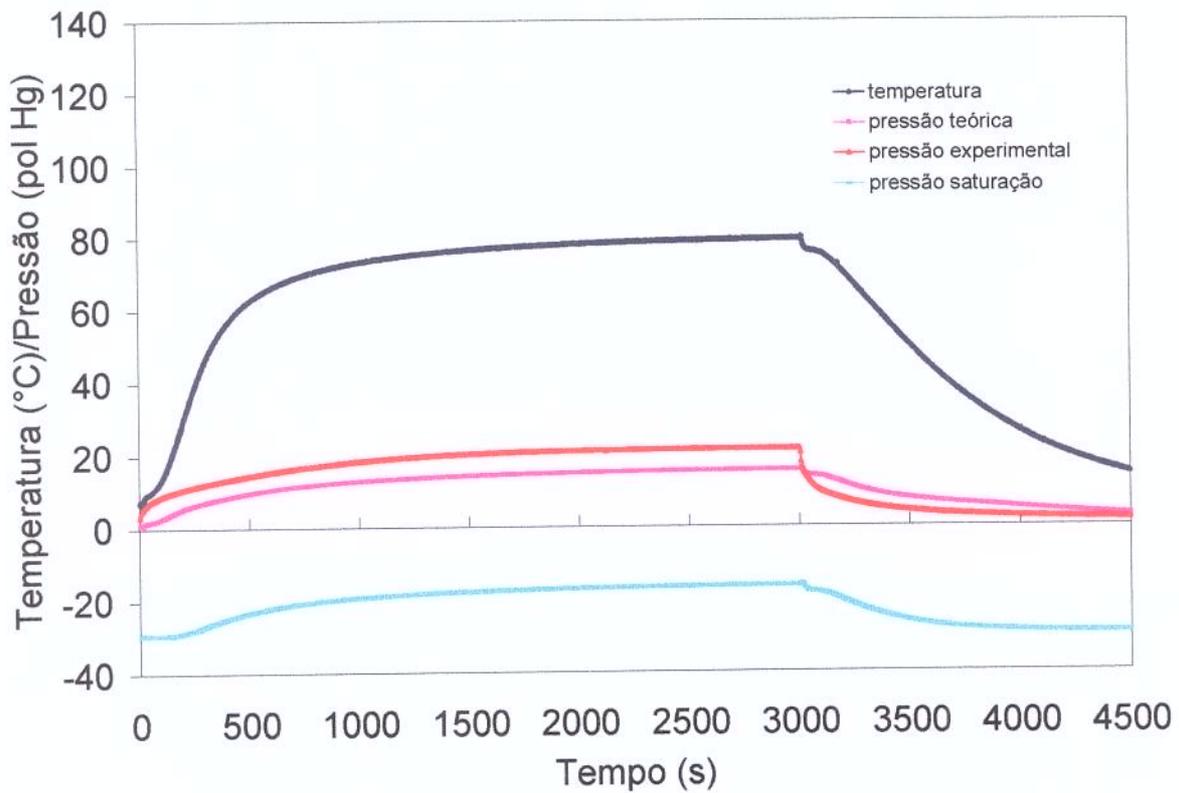


FIGURA 4.58- Relação entre a pressão experimental, teórica e do vapor saturado para o ensaio 3.

De modo geral, observam-se valores mais elevados da pressão experimental quando comparado à pressão teórica. Isto pode ser explicado pelo efeito do residual de ar na lata e pela compressão do vapor pela expansão do líquido e sólidos na embalagem.

5-CONCLUSÕES

1) a localização do ponto frio ou de aquecimento mais lento

- a) nos ensaios estáticos, o ponto frio localiza-se na porção da lata imersa no vapor e varia com o volume-livre de líquido disponível
 - i) para 38% de volume-livre o ponto frio está a 2/3 da altura da lata e, à medida que o vácuo diminui, este desloca-se para o centro geométrico da embalagem
 - ii) para 23% de volume-livre o ponto frio está a 3/4 da altura da lata e, à medida que o vácuo diminui, este desloca-se para 2/3 da altura da lata.
- b) nos ensaios agitados não houve um resultado definitivo com relação à localização do ponto frio na embalagem. Porém, de modo geral, o ponto frio localiza-se no fundo da embalagem, a 1/5 da altura da lata. De qualquer modo, a diferença entre os pontos de aquecimento mais lento e mais rápido não ultrapassou o valor médio $\pm 1,5$ desvio padrão, encontrado nas quatro posições monitoradas

2) pressão interna da embalagem

- a) a pressão no interior da embalagem, como esperado, eleva-se e decresce com o aumento ou diminuição da temperatura, porém, mais rapidamente sob alto vácuo. Assim os processos sob alto vácuo são de aquecimento mais rápido, pois o fluido entra em ebulição antes
- b) quando se inicia o resfriamento, a pressão na autoclave deve ser mantida com ar comprimido, no mesmo nível de pressão aplicado durante o processo, até que a temperatura externa à embalagem atinja 105-110°C, para então ser imediatamente despressurizada, pois para latas recravadas sob alto vácuo (25 pol Hg), a 105-110°C a pressão interna da lata já é próxima de 0 pol Hg.

3) coeficiente global de transferência de calor

- a) os valores de U_o aumentam principalmente com a agitação
- b) o efeito da variável vácuo é entre 3,8 a 5,5 vezes menor que o da agitação
- c) nos processos em autoclave, o efeito da centrifugação deve ser estudado de modo a evitar diminuições da velocidade de transferência de calor

4) valor de h

- a) os valores de h aumentam principalmente com a agitação
- b) o valor de h é praticamente independente do vácuo de recavação para enchimentos da ordem de 23% de volume livre, quando esta variável representa 14% do efeito da agitação. Porém, para o volume livre de 38% representa 62% do efeito da agitação
- c) valor de h pode ser estimado através de funções de transferência em z nos ensaios agitados, utilizando-se as soluções numéricas para a transferência de calor transiente em esferas, descrita por Pflug (1965), quando $Biot > 0,1$. Quando $Biot < 0,1$ as equações 3.44, 3.50 e 3.52, adaptadas de Stoforos e Merson (1995), devem ser usadas, principalmente nos ensaios estáticos e/ou com curvas quebradas de aquecimento

5) metodologia para determinação de U

- a) determinar a temperatura do fluido
- b) calcular U através da equação 3.43, 3.49 ou 3.51

6) metodologia para determinação de h

- a) determinar a função de transferência em z para a partícula em condições próximas às condições reais do sistema
- b) a partir da temperatura do fluido (distúrbio), determinar a temperatura no centro da partícula (resposta ao distúrbio).
- c) calcular o valor de Biot a partir das soluções numéricas para temperaturas transientes em esferas descritas por Pflug (1965). A Tabela 2.2 apresenta a relação da expressão $(f_h \alpha 4/D_p^2)$ em função de Biot.
- d) quando $Biot < 0,1$, os valores de h podem ser obtidos através das equações (3.44), (3.50) e (3.52)
- e) quando $Biot > 0,1$ utilizar a própria Tabela 2.2

6-Sugestão para trabalhos futuros:

- ⇒ Estudos de transferência de calor em latas, com diferentes compactação e recheios,
- ⇒ Observação por imagem do fenômeno de agitação e ebulição do líquido no produto,
- ⇒ Aplicação da função de transferência em z em estudos de desvios de processo e controle “on line” de processos térmicos,
- ⇒ Estudo do desempenho da função de transferência em z quanto aos métodos de obtenção da mesma e com relação a alterações no tamanho de embalagens,

7- BIBLIOGRAFIA

1. ADAMS, H.W.; P. HARDT-ENGLISH. Determining Temperature Distribution in Cascading Water Retorts. **Food Technol.**, December:110-112, 1990.
2. ANDREOTTI, R.; TOMASICCHIO, M.; CASTELVETRI, F.. Further Studies on the Manufacture of Canned Vacuum-Packed Vegetables. **Ind. Conserve**, 4(49):225, 1974.
3. anônimo. La Sterilization Thermique, Paris, France. Sterilizes Vegetables in 1 to 5 min. **Food Engineering**, July:69, 1973.
4. BALL, C.O. Thermal Process Time for Canned Foods. **Bulletin National Research Council** 7, Part I, No.37, 76pp, 1923.
5. BALL, C.O. Mathematical Solution of Problems of Thermal Processing of Canned Foods. **Public Health**, 1:15. Univ. of California Publi. Berkley, 1928.
6. BALL, C.O.; OLSON, C.W. **Sterilization in Food Technology**, McGraw-Hill Book Co., New York, 1957.
7. BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I.S.; BRUNS R.E. **Planejamento e Otimização de Experimentos**. Editora da Unicamp, 1995
8. BERRY, Jr. M.R. Prediction of Come-up Time Factors for Batch-Type Agitating and Still Retorts and the Influence on Thermal Process Calculations. **J.Food Sci.**, 48:1293-1299, 1983.
9. BIGELOW, W.D. Logarithmic nature of Thermal Death Time Curves. **Journal of Infectious Disease**, 29:528-536, 1921.
10. BIRD, R.B.; STEWART, W.E.; LIGHTFOOT, E.N. **Transport Phenomena**. New York, Wiley, 1960.
11. BLAISDELL, J.L. **Natural Convection Heating of Liquids in Unagitated Food Containers**. Ph.D. dissertation. Food Science, Michigan State University, East Lansing, MI, 1963.
12. CARSLAW, H.S., JAEGER, J.C. **Conduction of Heat in Solids**. 2nd Edition, p.304, Clarendon Press, England, 1959.

13. CUNHA, C. **Métodos Numéricos para as Engenharias e Ciências Aplicadas**. Editora Unicamp; 266pp, 1993.
14. DATTA, A.K.; TEIXEIRA, A.A. Numerically Predicted Transient Temperature and Velocity Profiles During Natural Convection Heating of Canned Liquid Foods. **J.Food Science**, 53(1):191-195, 1988.
15. FERNANDEZ, C.L., RAO, M.A.; RAJAVASIREDDI, S.P. Particulate Heat Transfer to Canned Snap Beans in a Steritort. **J.Food Process Engeneereing**, 10:183-198, 1988.
16. FOUST, A.S., WENZEL, L.A., CLUMP, C.W., MAUS, L., ANDERSEN, L.B. **Princípios das Operações Unitárias**. Editora Guanabara Dois. Tradução Horácio Macedo. 1982.
17. HAYAKAWA, Kan-ichi. New Parameters for Calculation Mass Average Sterilizing Value to Estimate Nutrient Retention in Thermally Conductive Food. **Can. Ins. Food Technol. J.**, 2:165, 1969.
18. HAYAKAWA, Kan-ichi. Experimentals Formulas for Accurate Estimation of Transient Temperatures of Foods and Their Appllication to Thermal Process Evaluation. **Food Technol.**, 24:1407-1417, 1970.
19. HAYAKAWA, Kan-ichi. New Parametric Values for Thermal Process Estimation by Using Temperatures and Z Values Expressed in Degree Celsius Units. **Lebensm.-Wiss. u -Technol.**, 14:60-64, 1981.
20. HAYES, G.D. **Manual de Datos para Ingenieria de los Alimentos**. Editorial Acribia, S.A., Zaragosa, Espanha, 1992.
21. HICKS, E.W. A Revised Table of the pH Function of Ball and Olson. **Food Research**, 23:396-400, 1958.
22. HIDDINK, J. **Natural Convection Heating of Liquids with Reference to Sterilization of Canned Food**. Centre for Agricultural Publishing and Documentation, Wageningen, Holland, 1975.
23. HOLMAN, J.P. **Transferência de Calor**. Editora McGraw-Hill Ltda. São Paulo - SP. Tradução de Milanez L.F., 1983.

24. INSTITUTE for THERMAL PROCESSING SPECIALISTS - IFTPS. Nomenclature for Studies in Thermal Processing, 1997.
25. JEN, Y. et al. A procedure for Estimating Sterilization of and Quality Degradation in Thermally Processed Foods. **J.Food Sci.**, 36:692, 1971.
26. JOWITT, R. ; Mynott, A.R. Some Factors Affecting Natural Convection Heat Transfer to Canned Foods. **Dechema-Monographien**, 77:153-164, 1974.
27. LEONARD, S.; MARSH, G.L.; YORK, G.K.; MERSON, R.L., HEIL, J.R.; WOLCOTT, T.; ANSAR, A. Flame Sterilization of Some Tomato Products and Fruits in 603 x 700 Cans. **J.Food Sci.**, 41:828-832, 1976.
28. LEONARD, S.; ROBE, K. Vacuum-Pack Adds New Dimension to Flame Sterilization. **Food Processing**, September:102-104, 1979.
29. MACGREGOR, D.R.; KITSON, J.A. Use of Vacuum in Apple Processing: A Review. **Food Technol. in Australia**, 33(11):570-573, 1981.
30. MASCHERONI, R.H., SANZ, P.D.; DOMINGUEZ, M. A New Way to Predict Thermal Histories in Multidimensional Heat Conduction: Z-Transfer Function Method. **Int. Comm. Heat Mass Transfer**, 14:81-90, 1987.
31. MURRELL, W.G. Microbiology of Canned Foods. **CSIRO Food Research**, 45(4):73-89, 1955.
32. NCA - NATIONAL CANNERS ASSOCIATION. **Laboratory Manual for Food Canners and Processors**, Vol.II; AVI Publishing Co., Westport, CT, 1968.
33. NORONHA, J.; Hendrickx, M.; Van Loey, A.; Tobback, P. New Semi-empirical Approach to Handle Time-variable Boundary Conditions During Sterilization of Non-Conductive Heating Foods. **J. Food Eng.**, 24:249-268, 1995.
34. PATASHNIK, M. A Simplified Procedure for Thermal Process Evaluation. **Food Technol.**, 7:16, 1953.
35. PRICE, R.B.; BHOWMIK, S.R. Heat Transfer in Canned Foods Undergoing Agitation. **J.Food Engineering**, 23:621-629, 1994.

36. PFLUG, I.J., BLAISDELL, J.L., KOPELMAN, J. Developing Temperature-Time Curves for Objects that Can Be Approximated by a Sphere, Infinite Plate, or Infinite Cylinder. **ASHRAE Transactions**, 71(1):238-248, 1965.
37. PFLUG, I.J. Evaluating the Lethality of Heat Processes Using a Method Employing Hick's Table. **Food Engineering**, 33:1153-1156, 1968.
38. PFLUG, I.J. Endpoint of a Preservation Process. **J.Food Protection**, 50(4):347-351, 1987a.
39. PFLUG, I.J. Factors Important in Determining the Heat Process Value, Ft, for Low-Acid Canned Foods. **J.Food Protect.** 50(6):528-533, 1987b.
40. PFLUG, I.J. **Microbiology and Engineering of Sterilization Process**. 7th Ed. Published by Environmental Sterilization Laboratory, 100 Union Street, Minneapolis, 1990.
41. PFLUG, I.J.; ZECHMAN, L.G. Heat Penetration Rates of Natural Convection Heating Liquids in Metal Container. **J.Food Protect.**, 57(9):802-808, 1994.
42. RAMASWAMY, H.S.; AWUAH, G.B.; SIMPSON, B.K. Heat Transfer and Lethality Considerations in Aseptic Processing of Liquid/Particle Mixtures: A Review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, 37(3):253:286, 1997.
43. RODRIGUES, J.A.D.; SCHMIDT, F.L.; VITALI, A.A.; TEIXEIRA, NETO R.O.; GERMER, S.C.P.; TEIXEIRA, A.A.; SADAHIRA, M.S. Resolução do Modelo Simplificado de Transferência de Calor em Alimentos Enlatados pelo Método de Runge-Kutta-Gill, *in* Anais eletrônicos do **XVI Congresso Brasileiro de Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Rio de Janeiro, Brasil, 15-17 de julho, 1998.
44. SANZ, P.D.; MASCHERONI, R.H.; DOMINGUEZ, M.; GARCIA de VINUESA, S. Time-Temperature Prediction Curves of Foodstuffs by Means of the z-Transfer Function Method. **Rev. Int. Froid**, 9:89-92, 1987.
45. SALVADORI, V.O.(a); SANZ, P.D.; DOMINGUEZ ALONSO, M; MASCHERONI, R.H. Application of z Transfer Functions to Heat or Mass Transfer Problems: Their Calculation by Numerical Methods. **Journal of Food Engineering**, 23:293-307, 1994.

46. SALVADORI, V.O.(b); MASCHERONI, R.H.; SANZ, P.D.; DOMINGUEZ ALONSO, M. Application of z Transfer Functions to Multidimensional Heat Transfer Problems. **Latin American Applied Research**, 24:137-147, 1994b.
47. SALVADORI, V.O.; MASCHERONI, R.H. Almacenamiento de Alimentos Congelados en Condiciones de Temperatura Variable. **Anais do II Congresso Ibero-Americano de Ar Condicionado e Refrigeração**, Artigos técnicos 2:307-313, 1995.
48. SENESI, E.; FORNI, E.; BERLOTO, G.; VIGANÒ, L.; MAESTRELLI, A. Confezionamento delle Mele Solid Pack in Imballaggio Flessibile. Nota 1 - Aspetti Fisici e Organolettici e Considerazioni Economiche. **Ind. Alimentari**, aprile:369-374, 1987.
49. SMITH, T.; TUNG, M.A. Comparison of Formula Methods for Calculating Thermal Process Lethality. **J. Food Sci.**, 47:626-629, 1982.
50. STEELE & BOARD, 1979.
51. STOFOROS, N.G.; MERSON, R.L. Estimating Heat Transfer Coefficients in Liquid/Particulate canned Foods using Only Liquid Temperature Data. **Journal of Food Science.**, 55(2):478-483, 521, 1990.
52. STOFOROS, N.G.; MERSON, L. Physical Property and Rotational Speed Effects on Heat Transfer in Axially Rotating Liquid/Particulate Canned Foods. **J. Food Science**, 57(3):749-754, 1992.
53. STOFOROS, N.G.; MERSON, R.L. A solution to the Equations Governing Heat Transfer in Agitating Liquid/Particulate Canned Foods. **J.Food Proc.Eng.**, 18:165-185, 1995.
54. STUMBO, C.R. **Thermobacteriology in Food Processing**. 2nd Ed. Academic Press, New York, 1973.
55. TEIXEIRA, A.A.; BALABAN, M. Computer Application in Thermal Processing of Canned Foods. **Apostila de curso ITAL**, Campinas - SP; 4-5/06, 1996.
56. TEIXEIRA, A.A.; TUCKER, G.S.; BALABAN, M.O.; BICHER, J. Innovations in Conduction-Heating Models for On-line Retort Control of Canned Foods with any J-

- values. in **Advances in Food Engineering**; pp293-307. Edited by R.P. Singh and M.A. Wirakartakusumah; CRC PRESS, 1992.
57. TEIXEIRA NETO, R.O. Flame Sterilization of Some Tomato Products and Fruits in 603x700 cans. **J.Food Sci.**, 41:828:832, 1982.
58. THIJSSSEN, H.A.C.; KERKHOF, P.J.A.M.; LIEFKENS, A.A.A. Short-cut Method for the Calculation of Sterilization Conditions Yielding Optimum Quality Retention for Conduction-type Heating of Packaged Foods. **J.Food Sci.**, 43:1096-1101, 1978.
59. THIJSSSEN, H.A.C.; KOCHEN, L.H.P.J.M. Calculation of Optimum Sterilization Conditions for Packed Conduction-Type Foods. **J.Food Sci.**, 45:1267-1272, 1292, 1980.
60. WODAMS, E.E., NOWREY, J.E. Literature Values of Thermal Conductivities of Foods. **Food Technol.** 22:494-502, 1968.
61. YAMAGATA, H.; OKADA, M.; TEIXEIRA NETO, R.O.; VITALI, A.A. Transferência de Calor no Aquecimento e Resfriamento de Polpas em Latas Cilíndricas de 20 Litros. **Bol. ITAL**, Campinas, 19(3):325-345, 1982.
62. ZECHMAN, L.G. **Natural Convection Heating of Liquids in Metal Containers**. M.S. thesis. University of Minnesota, Minneapolis, 1983.

ANEXO I

Apresentação da montagem da função de transferência em z

A TABELA 1, a seguir, apresenta dados experimentais exemplificando a elaboração e aplicação da função de transferência em z para predição da temperatura interna de esferas, em meio líquido. Foram quatro repetições do mesmo ensaio. A primeira coluna representa o tempo de amostragem, neste caso a cada 3 segundos (valor Δ). As colunas representadas por P(t) são os distúrbios aplicados ao sistema, ou seja, a temperatura do meio externo. As respostas a estes distúrbios são representadas por R(t), ou seja, a temperatura medida próximo ao centro geométrico das esferas. As colunas designadas por f_i são os valores dos coeficientes da função de transferência, para cada um dos ensaios. A última coluna de valores f_i é a média dos mesmos para os quatro ensaios realizados.

Os coeficientes foram calculados da seguinte forma:

$$f_i = \frac{R(i\Delta) - R(0)}{I} \quad (\text{A1.11})$$

Esta equação é semelhante à equação (3.31). A diferença efetuada no numerador faz valer a condição inicial de nulidade para o sistema. O denominador corresponde ao valor da amplitude do pulso, valor de I. No ensaio 1, a diferença entre as temperaturas de aquecimento T_1 (77,0°C) e de resfriamento T_w (média = 0,8°C) foi de 76,2°C.

TABELA 1 - Ensaio para determinação dos coeficientes da função de transferência:

Tempo (s)	Ensaio 1		Ensaio 2		Ensaio 3		Ensaio 4		média
	P(t)	R(t)	P(t)	R(t)	P(t)	R(t)	P(t)	R(t)	
0	0,90	1,00	0,70	0,90	0,61	0,80	0,5	0,0	0,0000
3	76,97	23,77	76,90	26,41	76,89	26,45	76,9	25,5	0,3335
6	0,91	15,19	0,70	12,40	0,62	12,79	0,4	12,3	0,1616
9	0,83	11,39	0,68	9,84	0,62	10,05	0,5	9,6	0,1253
12	0,90	9,59	0,74	8,03	0,63	8,26	0,4	7,6	0,0997
15	0,87	7,83	0,63	6,45	0,62	6,72	0,4	6,0	0,0784
18	0,88	6,24	0,62	5,16	0,59	5,35	0,5	4,6	0,0609
21	0,79	4,69	0,67	3,81	0,61	3,93	0,6	3,2	0,0423
24	0,79	3,87	0,67	3,25	0,54	3,34	0,5	2,8	0,0362
27	0,77	3,22	0,69	2,70	0,57	2,71	0,6	2,0	0,0258
30	0,89	2,62	0,67	2,09	0,58	2,04	0,5	1,4	0,0188
33	0,81	2,08	0,65	1,83	0,63	1,78	0,6	1,2	0,0157
36	0,84	1,88	0,64	1,59	0,53	1,49	0,6	0,8	0,0110
39	0,83	1,61	0,66	1,37	0,56	1,35	0,6	0,6	0,0073
42	0,82	1,54	0,61	1,19	0,60	1,13	0,6	0,6	0,0076
45	0,86	1,43	0,62	1,17	0,60	0,99	0,5	0,4	0,0057
48	0,78	1,23	0,57	0,98	0,51	0,93	0,0017		0,0041
51	0,75	1,11	0,64	1,01	0,55	0,84	0,0005		0,0008
54	0,75	1,08	0,68	0,93	0,55	0,84	0,0005		0,0002
57	0,79	1,05	0,65	0,86	0,61	0,82	0,0002		-0,0004
60	0,72	1,02	0,61	0,78	0,49	0,76	-0,0005		-0,0002
63	0,76	0,97	0,65	0,87	0,55	0,76	-0,0006		-0,0012
66	0,76	0,99	0,59	0,77	0,52	0,69	-0,0014		-0,0007
69	0,82	0,94	0,69	0,81	0,51	0,73	-0,0009		-0,0009
72	0,81	0,92	0,65	0,77	0,62	0,80	0,0000		-0,0010
75	0,83	0,95	0,64	0,81	0,50	0,73	-0,0009		-0,0006
78	0,70	0,86	0,64	0,85	0,59	0,76	-0,0005		-0,0018
81	0,81	0,94	0,59	0,70	0,46	0,72	-0,0010		-0,0007
84	0,74	0,93	0,63	0,79	0,57	0,82	0,0002		-0,0006
87	0,76	0,91	0,66	0,82	0,52	0,81	0,0001		-0,0004

Assim, para o ensaio 1, o primeiro valor de $R(i\Delta) = R(0) = 1,0$, temos:

$$f_0 = (1,0 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,0$$

$$f_1 = (23,8 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,2990$$

$$f_2 = (15,2 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,1863$$

$$f_3 = (11,4 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,1365$$

$$f_4 = (9,6 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,1165$$

$$f_5 = (7,8 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,0896$$

$$f_6 = (6,2 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,0687$$

$$f_7 = (4,7 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,0485$$

$$f_8 = (3,9 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,0376$$

$$f_9 = (3,2 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,0292$$

$$f_{10} = (2,6 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,0212$$

$$f_{11} = (2,1 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,0142$$

$$f_{12} = (1,9 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,0116$$

$$f_{13} = (1,6 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,0080$$

$$f_{14} = (1,5 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,0071$$

$$f_{15} = (1,4 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,0056$$

e assim sucessivamente:

$$f_{16} = (1,2 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,0030$$

$$f_{17} = (1,1 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,0014$$

$$f_{18} = (1,1 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,0010$$

$$f_{19} = (1,1 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = -0,0007$$

$$f_{20} = (1,0 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = 0,0003$$

$$f_{21} = (1,0 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = -0,0004$$

$$f_{22} = (1,0 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = -0,0001$$

$$f_{23} = (0,9 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = -0,0008$$

$$f_{24} = (0,9 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = -0,0010$$

$$f_{25} = (1,0 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = -0,0006$$

$$f_{26} = (0,9 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = -0,0018$$

$$f_{27} = (0,9 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = -0,0008$$

$$f_{28} = (0,9 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = -0,0009$$

$$f_{29} = (0,9 - 1,0) / (77,0 - 0,9) = -0,0012$$

Para os demais ensaios, o raciocínio é o mesmo. Como dito anteriormente, a precisão do método é afetada pelo número de coeficientes usados na aproximação da série infinita representada na equação (3.34). Um critério prático é definido pela equação 5.24:

$$\sum_{i=1}^N \hat{f}_i \geq 0,99$$

Neste caso, o valor da somatória, levando-se em conta a média obtida em todos os 4 ensaios, é de 1,01.

As TABELAS 2 e 3, a seguir, apresentam a fase da obtenção dos resultados da expansão da série, segundo a equação (3.32). A partir do valor do distúrbio P_0 , foi feita uma correção do mesmo, de modo a atender a condição de nulidade inicial do sistema: cálculo de p_i .

TABELA 2- Planilha de determinação literal da expansão da série:

Tempo (s)	P(t) (°C)	p(t) (°C)	f ₁	f ₂	f ₃	f ₄	f ₅	f ₆
0	P ₀	p ₀ = (P ₀ -P ₀)	f ₁ *p ₀					
3	P ₃	p ₃ = (P ₃ -P ₀)	f ₁ *p ₃	f ₂ *p ₀				
6	P ₆	p ₆ = (P ₆ - P ₀)	f ₁ *p ₆	f ₂ *p ₃	f ₃ *p ₀			
9	P ₉	p ₉ = (P ₉ - P ₀)	f ₁ *p ₉	f ₂ *p ₆	f ₃ *p ₃	f ₄ *p ₀		
12	P ₁₂	p ₁₂ = (P ₁₂ - P ₀)	f ₁ *p ₁₂	f ₂ *p ₉	f ₃ *p ₆	f ₄ *p ₃	f ₅ *p ₀	
15	P ₁₅	p ₁₅ = (P ₁₅ - P ₀)	f ₁ *p ₁₅	f ₂ *p ₁₂	f ₃ *p ₉	f ₄ *p ₆	f ₅ *p ₃	f ₆ *p ₀
18	P ₁₈	p ₁₈ = (P ₁₈ - P ₀)	f ₁ *p ₁₈	f ₂ *p ₁₅	f ₃ *p ₁₂	f ₄ *p ₉	f ₅ *p ₆	f ₆ *p ₃
etc.								

TABELA 3- Planilha de determinação numérica da expansão da série:

tempo (s)	P(t)	p(t)=(P-Po)	f1	f2	f3	f4	f5	f6	f7	f8	f9	f10
			0,3258	0,1640	0,1251	0,1009	0,0796	0,0613	0,0425	0,0345	0,0259	0,0180
0,0	10,5	0,0	0,0									
3,0	30,0	19,5	6,4	0,0								
6,0	30,0	19,5	6,4	3,2	0,0							
9,0	10,4	-0,1	0,0	3,2	2,4	0,0						
12,0	10,5	-0,1	0,0	0,0	2,4	2,0	0,0					
15,0	10,4	-0,2	-0,1	0,0	0,0	2,0	1,6	0,0				
18,0	10,4	-0,2	-0,1	0,0	0,0	0,0	1,6	1,2	0,0			
21,0	10,4	-0,2	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	1,2	0,8	0,0		
24,0	10,3	-0,3	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,8	0,7	0,0	
27,0	10,3	-0,3	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,7	0,5	0,0
30,0	10,4	-0,2	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,5	0,4
33,0	10,4	-0,2	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,4
36,0	10,3	-0,3	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
39,0	10,3	-0,3	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
42,0	10,3	-0,3	-0,1	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
45,0	10,3	-0,3	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
48,0	10,3	-0,3	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
51,0	10,2	-0,4	-0,1	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
54,0	10,2	-0,4	-0,1	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
57,0	10,2	-0,3	-0,1	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
60,0	10,2	-0,4	-0,1	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
63,0	10,1	-0,4	-0,1	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
66,0	10,1	-0,5	-0,2	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
69,0	10,1	-0,5	-0,2	-0,1	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
72,0	10,1	-0,4	-0,1	-0,1	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
75,0	10,1	-0,5	-0,1	-0,1	-0,1	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
78,0	10,1	-0,4	-0,1	-0,1	-0,1	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
81,0	10,0	-0,5	-0,2	-0,1	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
84,0	10,0	-0,5	-0,2	-0,1	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

TABELA 3- Planilha de determinação numérica da expansão da série:
 continuação:

tempo (s)	P(t)	p(t)=(P-Po)	f11	f12	f13	f14	f15	f16	f17	f18	f19	f20
			0,0137	0,0101	0,0072	0,0057	0,0041	0,0016	0,0008	0,0002	-0,0004	-0,0002
0,0	10,5	0,0										
3,0	30,0	19,5										
6,0	30,0	19,5										
9,0	10,4	-0,1										
12,0	10,5	-0,1										
15,0	10,4	-0,2										
18,0	10,4	-0,2										
21,0	10,4	-0,2										
24,0	10,3	-0,3										
27,0	10,3	-0,3										
30,0	10,4	-0,2	0,0									
33,0	10,4	-0,2	0,3	0,0								
36,0	10,3	-0,3	0,3	0,2	0,0							
39,0	10,3	-0,3	0,0	0,2	0,1	0,0						
42,0	10,3	-0,3	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0					
45,0	10,3	-0,3	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0				
48,0	10,3	-0,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0			
51,0	10,2	-0,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0		
54,0	10,2	-0,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	
57,0	10,2	-0,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
60,0	10,2	-0,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
63,0	10,1	-0,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
66,0	10,1	-0,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
69,0	10,1	-0,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
72,0	10,1	-0,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
75,0	10,1	-0,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
78,0	10,1	-0,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
81,0	10,0	-0,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
84,0	10,0	-0,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

TABELA 3- Planilha de determinação numérica da expansão da série:
continuação:

tempo (s)	P(t)	p(t)=(P-Po)	f21	f22	f23	f24	f25	f26	f27	f28	f29
			-0,0012	-0,0007	-0,0009	-0,0010	-0,0006	-0,0018	-0,0007	-0,0006	-0,0004
0,0	10,5	0,0									
3,0	30,0	19,5									
6,0	30,0	19,5									
9,0	10,4	-0,1									
12,0	10,5	-0,1									
15,0	10,4	-0,2									
18,0	10,4	-0,2									
21,0	10,4	-0,2									
24,0	10,3	-0,3									
27,0	10,3	-0,3									
30,0	10,4	-0,2									
33,0	10,4	-0,2									
36,0	10,3	-0,3									
39,0	10,3	-0,3									
42,0	10,3	-0,3									
45,0	10,3	-0,3									
48,0	10,3	-0,3									
51,0	10,2	-0,4									
54,0	10,2	-0,4									
57,0	10,2	-0,3									
60,0	10,2	-0,4	0,0								
63,0	10,1	-0,4	0,0	0,0							
66,0	10,1	-0,5	0,0	0,0	0,0						
69,0	10,1	-0,5	0,0	0,0	0,0	0,0					
72,0	10,1	-0,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0				
75,0	10,1	-0,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0			
78,0	10,1	-0,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0		
81,0	10,0	-0,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	
84,0	10,0	-0,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Após esta fase, nas TABELA 4 e 5, respectivamente, são apresentadas as resoluções literais e numéricas do cálculo final da temperatura da partícula pela transformada em z. O valor de R(t) foi obtido pela soma dos componentes da série da transformada em z. O termo "+ P₀" que aparece nestes cálculos representa o retorno da correção da condição inicial de nulidade do sistema.

TABELA 4- Planilha de determinação literal da temperatura da partícula:

Tempo (s)	R(t)
0	$(f_1 \cdot p_0) + P_0$
3	$(f_1 \cdot p_3 + f_2 \cdot p_0) + P_0$
6	$(f_1 \cdot p_6 + f_2 \cdot p_3 + f_3 \cdot p_0) + P_0$
9	$(f_1 \cdot p_9 + f_2 \cdot p_6 + f_3 \cdot p_3 + f_4 \cdot p_0) + P_0$
12	$(f_1 \cdot p_{12} + f_2 \cdot p_9 + f_3 \cdot p_6 + f_4 \cdot p_3 + f_5 \cdot p_0) + P_0$
15	$(f_1 \cdot p_{15} + f_2 \cdot p_{12} + f_3 \cdot p_9 + f_4 \cdot p_6 + f_5 \cdot p_3 + f_6 \cdot p_0) + P_0$
18	$(f_1 \cdot p_{18} + f_2 \cdot p_{15} + f_3 \cdot p_{12} + f_4 \cdot p_9 + f_5 \cdot p_6 + f_6 \cdot p_3) + P_0$
etc.	

TABELA 5-Planilha de determinação numérica da temperatura da partícula:

Tempo (s)	R(t)
0	$(0,0) + 10,5 = 10,5$
3	$(6,4 + 0,0) + 10,5 = 16,9$
6	$(6,4 + 3,2 + 0,0) + 10,5 = 20,1$
9	$(0,0 + 3,2 + 2,4 + 0,0) + 10,5 = 16,1$
12	$(0,0 + 0,0 + 2,4 + 2,0 + 0,0) + 10,5 = 14,9$
15	$(-0,1 + 0,0 + 0,0 + 2,6 + 1,6 + 0,0) + 10,5 = 14,6$
18	$(-0,1 + 0,0 + 0,0 + 0,0 + 1,6 + 1,2 + 0,0) + 10,5 = 13,2$
etc.	

Uma vez obtidos os coeficientes da função de transferência, para quaisquer distúrbios efetuados, novos valores de resposta podem ser obtidos. À medida em que a complexidade do distúrbio aumenta, normalmente mais termos ou coeficientes da função de transferência serão necessários para garantir uma resposta eficaz.