



ABORDAGEM ESTATÍSTICA PARA A AVALIAÇÃO DE DISTRIBUIÇÃO DE TEMPERATURA EM EQUIPAMENTOS PDE TROCA TÉRMICA

Luiz Augusto Dos Santos **Zamudio**¹; Luís Carlos Oliveira dos **Santos**²; Patricia B. **Zacarchenco**²;
Renato Alves **Pereira**³; Maria Isabel **Berto**⁴

Nº 21206

RESUMO – A eficiência do tratamento térmico aplicado em um produto esterilizado é avaliada através da letalidade térmica do processo (F_0). A letalidade térmica é calculada a partir de Testes de Penetração de Calor nos quais são obtidos perfis de temperatura do interior do produto em função do tempo. Entretanto, para garantir que todos os produtos contidos no processo térmico atinjam a mínima letalidade requerida, os estudos de penetração de calor precisam ser conduzidos na região de aquecimento mais lento da autoclave, na qual a taxa de troca térmica é menor. A averiguação da existência desta região crítica e sua localização em autoclaves é realizada através de Estudos de Distribuição de Temperatura. Os resultados obtidos mostraram uma comparação entre os métodos do IFTPS, cálculo da letalidade do processo e análise de variância (ANOVA) para determinação da região de aquecimento mais lento, sendo que todos os métodos detectaram pelo menos uma região crítica. O método estatístico (ANOVA) teve uma menor detecção da região crítica em relação aos demais (C4 e C2 do primeiro teste da autoclave parcial), sendo este, um método proposto pelo autores para esse caso.

Palavras-chaves: Autoclave à vapor; Análise de variância; Tratamento térmico

1 Autor, Bolsista CNPq (PIBIC): Graduação em Engenharia de Alimentos - Unicamp; luizaugustozamudio@gmail.com

2 Colaborador, Pesquisador do Itai

3 Colaborador, Técnico do Itai

3 Orientador: Pesquisador do Itai ; miberto@ital.sp.gov.br.



ABSTRACT – *The heat treatment efficiency applied to a sterile product is evaluated by the thermal lethality of the process (F_0). The thermal lethality is calculated from Heat Penetration Tests in which temperature profiles are obtained from inside the product as a function of time. However, to ensure that all products contained in the thermal process reach the minimum required lethality, heat penetration studies need to be conducted in the slower heating region of the autoclave, where the thermal exchange rate is lower. The investigation of the existence of this critical region and its location in autoclaves is performed through Temperature Distribution Studies. The results obtained showed a comparison between the IFTPS methods, calculation of process lethality and analysis of variance to determine the region of slower warming, all methods have detected at least one critical region. The statistical method (ANOVA) had a lower detection of the critical region in relation to the others (C4 and C2 of the first partial autoclave test), and this is a method proposed by the authors for this case.*

Keywords: Steam autoclave; Analysis of variance; Heat treatment

1 INTRODUÇÃO

A eficiência do tratamento térmico aplicado em um produto esterilizado é avaliada através da letalidade térmica do processo (F_0). A letalidade térmica é calculada a partir de Testes de Penetração de Calor nos quais são obtidos perfis de temperatura do interior do produto em função do tempo. Entretanto, para garantir que todos os produtos contidos no processo térmico atinjam a mínima letalidade requerida, os estudos de penetração de calor precisam ser conduzidos na região de aquecimento mais lento da autoclave, na qual a taxa de troca térmica é menor. A averiguação da existência desta região crítica e sua localização em autoclaves é realizada através de Estudos de Distribuição de Temperatura.

Segundo o IFTPS (2014) e Black & Barach (2015), os objetivos de um estudo de Distribuição de Temperatura em um equipamento incluem: (1) verificação da existência de uma região de aquecimento mais lento; (2) alcance da estabilidade de temperatura na etapa de processamento à temperatura programada; (3) estabelecimento do modo de operação da autoclave, ou seja, definição dos tempos de desaeração nos casos de autoclaves operadas com vapor saturado e do tempo de subida de temperatura da autoclave até a temperatura programada do processo térmico (CUT – come-up-time).



Entretanto, o protocolo IFTPS (2014) não define uma metodologia estatística para a verificação da existência de uma região de aquecimento mais lenta. Neste protocolo é indicado que essa região seja definida pela verificação e identificação do sensor que mais demorou para atingir a temperatura do processo programado.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Para a pesquisa, foi disponibilizado pela orientadora dados reais de distribuição de temperatura de uma autoclave operada sob pressão de vapor, com 4 carrinhos, descrita com detalhes no item 2.1. Com esses dados foram avaliadas três abordagens matemáticas para identificação da região de aquecimento mais lento.

2.1 Autoclave e sistema de aquisição de dados

O estudo foi conduzido em duplicata, numa autoclave industrial, estática, horizontal que opera sob pressão de vapor, com seção transversal quadrada (93,5 x 93,5 cm) e comprimento interno de 2,46 m, de capacidade para 4 carros (LxCxH: 55x83x73 cm), construídos de chapas perfuradas com orifícios de 2,5 cm de diâmetro. O vapor é inserido na autoclave por um distribuidor de vapor em formato H, posicionado na base inferior da autoclave, perfurado ao longo de seu comprimento. A relação entre a soma das áreas das seções transversais dos furos do distribuidor de vapor e a área da seção transversal da tubulação de entrada de vapor é de 2,05. A autoclave é instrumentada por um sensor indicador de temperatura (TID), um sensor registrador-controlador de temperatura (TRC), por um manômetro e por um sistema para registro automático dos dados de temperatura versus tempo.

As aquisições de temperatura dos testes de distribuição foram realizadas utilizando dois sistemas de aquisição/sensores. O primeiro formado por cabos de termopares de agulhas tipo T, acoplados a um aquisitor de dados Modelo E-Val Flex M16 de 16 canais e o segundo sistema composto por sensores de temperatura e pressão remotos TrackSense, que se comunicam via indução através de uma base de leitura Track Sense Pro/188549 – ELLAB A/S. Ambos os sistemas são operados e os sinais supervisionados via software ValSuite 5.1.0.11 – ELLAB A/S com o intervalo de aquisição das temperaturas configurado em 10 segundos.

2.1 Carregamento da autoclave

O carregamento da autoclave foi feito utilizando latas cilíndricas de folha de flandres com capacidade de 6 libras (2.720 g) preenchidas com carne em cubos ao próprio sugo (proporção de carne:sugo de 2.040:0.680 g). A capacidade máxima de carregamento foi feita por 15 latas por camada (“A” a “O”) e 4 camadas (L1 a L4) por carrinho (C1 a C4), totalizando 240 latas. No carregamento parcial foi considerado os dados de distribuição de temperatura do teste com um carro vazio (C1) e 3 carros carregados (C2 a C4).

Os requisitos mínimos do protocolo do IFTPS (2014) são de no mínimo 5 sensores por carrinho registrando a temperatura ambiente, pelo menos um sensor posicionado próximo aos registradores (PT100) e indicadores (MIG) de temperatura da autoclave e um no interior do produto. Nos carrinhos com latas foram posicionados 06 sensores por carrinho registrando a temperatura ambiente; nos carrinhos vazios foram posicionados 1 sensor por camada. Em todos os ensaios foram posicionados 02 sensores no interior das embalagens para registro da temperatura inicial; 02 Sensores próximos sensor indicador da autoclave (TI) e sensor controlador registrador da autoclave (TRC) e 01 sensor de temperatura e pressão também próximo ao TI. A Figura 1 mostra o esquema da vista lateral (Figura 1A) e superior (Figura 1B) do posicionamento dos sensores no carregamento parcial do teste de distribuição de temperatura com 3 cheios e 1 vazio.

Os sensores foram nomeados conforme seu posicionamento no carrinho, camada e posição, próximo à lata, como por exemplo:

- C3.L2.H: Sensor posicionado no carrinho 3, camada 2, próximo à lata H;
- C1.L2.H: Sensor posicionado no carrinho vazio 1, camada 2, região central;

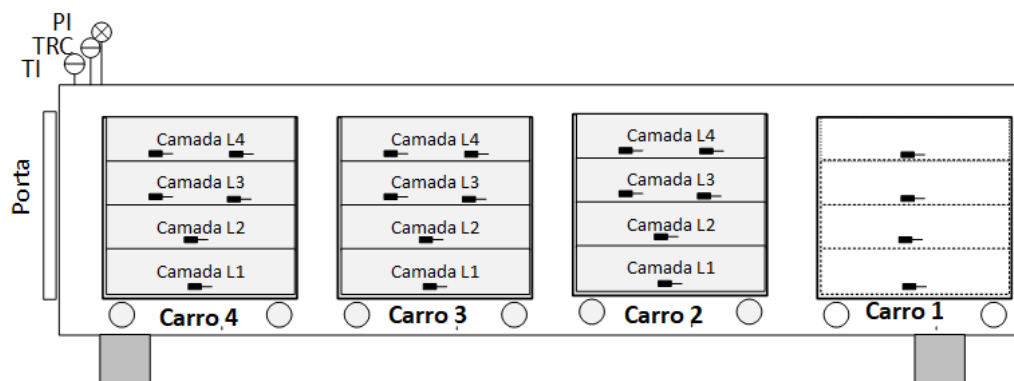


Figura 1A



Figura 1B

Figura 1. Esquema da vista lateral (Figura 1A) e superior (Figura 1B) do posicionamento dos sensores no carregamento parcial do teste de distribuição de temperatura (3 carros cheios/1 vazio).

O processo foi composto por 3 etapas: O CUT (Come-up time), que é definido como o tempo requerido para que o sensor de referência da autoclave indique uma temperatura igual ou superior à temperatura mínima estipulada no processo programado (IFTPS, 2014), a etapa de desaeração, onde todo o ar do equipamento deve ser removido, seguida da etapa de resfriamento. Para o carregamento total, adotou-se a desaeração praticada pela empresa de 12 minutos a 102°C e o processo térmico com temperatura de 116°C e 105 min e resfriamento de 30 min. Para o carregamento parcial o tempo de esterilização foi de 30 minutos, tempo suficiente para estabilização das temperaturas, com esta sendo de 117°C, seguido pelo resfriamento de 15 minutos.

2.2 Análise de dados

2.2.1 Identificação dos sensores que demoraram mais tempo para atingir a temperatura de processo na autoclave cheia e parcialmente cheia

Esta primeira abordagem seguiu o protocolo IFTPS (2014), identificando a região de aquecimento mais lento pelo sensor(es) que demoraram mais tempo para atingir a temperatura de processo, dados os quais foram coletados pela Engenharia de Processos/Tecnolab/Ital.

2.2.2 Identificação do menor F_0 dos sensores com $Z = 10^\circ\text{C}$ e temperatura de referência (T_{ref}) sendo 121,1°C na autoclave cheia e parcialmente cheia

O cálculo de F_0 foi baseado em trabalhos de distribuição de temperatura realizados por algumas empresas fabricantes de autoclaves, que consideram a região crítica, a localizada pela identificação do menor F_0 calculado com a temperatura ambiente coletada pelos sensores. Ressalta-se que essa abordagem não é usual em estudos de distribuição de temperatura, pois a



letalidade é calculada com temperatura adquirida no interior do produto em ensaios de penetração de calor conforme cita o IFTPS (2014). Utilizou-se a equação simplificada de Patashinik (Equação 1) para calcular a letalidade (F_0), levando em conta que o tempo de aquisição das temperaturas foi constante (Δt). Para alimentos de baixa acidez, esterilizados e mantidos à temperatura ambiente, a letalidade é referenciada como F_0 , sendo calculada com temperatura de referência de 121,1°C e o valor $z = 10^\circ\text{C}$, referente ao micro-organismo patogênico *C. botulinum* (STUMBO, 1973).

$$F_0 = 10^{\left(\frac{T-121,1}{10}\right)} \times \Delta t \quad (1)$$

2.2.3 Análise de variância das média das áreas dos perfis de temperatura com autoclave cheia e parcialmente carregada para diferenciação dos carrinhos

Primeiramente, aproximou-se o perfil de temperatura do período do CUT (do início do processamento até o sensor atingir pela primeira vez a temperatura de esterilização) para um valor único calculado como sendo a área abaixo desta curva. Para este cálculo da área utilizou-se o método de trapézios (Cunha, 2003).

A duplicata não foi considerada para essa análise, visto que, na segunda repetição, a autoclave já estava com uma temperatura inicial maior que na primeira repetição, portanto, os dados de temperatura foram obtidos em condições diferentes. Cada perfil de temperatura gerou um valor de área, com essas sendo atribuídas ao carrinho que pertencia, portanto, realiza-se dois testes tanto na autoclave cheia quanto na parcialmente cheia, não atribuindo os dados da segunda repetição aos seus respectivos carrinhos, como já explicado anteriormente.

As médias foram calculadas com os valores das áreas de cada sensor para cada carrinho e comparadas entre seus pares através da análise de variância (ANOVA) de um fator, sendo o objetivo da ANOVA testar se a média das áreas dos perfis de temperatura de cada carrinho são iguais (hipótese nula) e como hipótese alternativa (H_a) considera-se que pelo menos um par das médias é diferente. Quando os resultados mostraram existir diferenças estatisticamente significativas entre as médias, estas foram comparados pelo teste de Tukey em nível de 5% de significância (KOEHLER, 1999). Neste Trabalho, a ANOVA foi aplicada para o teste 1 e teste 2, tanto na autoclave cheia como na parcialmente cheia, separadamente. Para essa análise de dados utilizou-se o software Excel.



3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Conforme descrito anteriormente, foram escolhidos cinco 3 métodos para análise dos dados de temperatura a fim de comprovar a região de aquecimento mais lento da autoclave. Na sequência, os resultados analisados serão expostos.

3.1 Identificação dos sensores que demoraram mais tempo para atingir a temperatura de processo na autoclave cheia

Lembrando que C= carrinho e L = camada e H ou G ou I a posição na camada, no primeiro teste, os sensores que demoraram mais tempo para atingir a temperatura de processo (116° C) foram: C3L2H e C2L3H, sendo o primeiro mais lento com uma diferença de 6 segundos para o segundo. Já no segundo teste foram os seguintes sensores: C2L3H e C3L2H, sendo os mais lentos, em segundo o C4L4G junto com C3L4H.

Conforme o protocolo do IFTPS (2014), a região de aquecimento mais lento se dá pelo sensor que demorou mais tempo para chegar na temperatura de processo. Em ambas, as repetições tanto do C3L2H quanto C2L3H foram os mais lentos, mesmo em condições diferentes, já que na repetição a autoclave inicia o processo com uma temperatura superior em relação ao primeiro teste. No entanto, na repetição, outros dois sensores demoraram 6 segundos a mais em relação aos outros para atingir a temperatura do processo (excluindo o C3L2H e C2L3H que demoraram mais). Pelo protocolo, tanto as regiões do C3L2H quanto a do C2L3H seriam consideradas regiões críticas, porém não se tem dimensão se essa diferença de segundos é significativa estatisticamente, ou seja, se realmente essas camadas são diferentes ao ponto de confirmar a existência de um local crítico do ponto de vista estatístico.

3.2 Identificação dos sensores que demoraram mais tempo para atingir a temperatura de processo na autoclave parcialmente carregada

As Figuras 2 e 3 representam as temperaturas em função do tempo na autoclave parcialmente carregada.

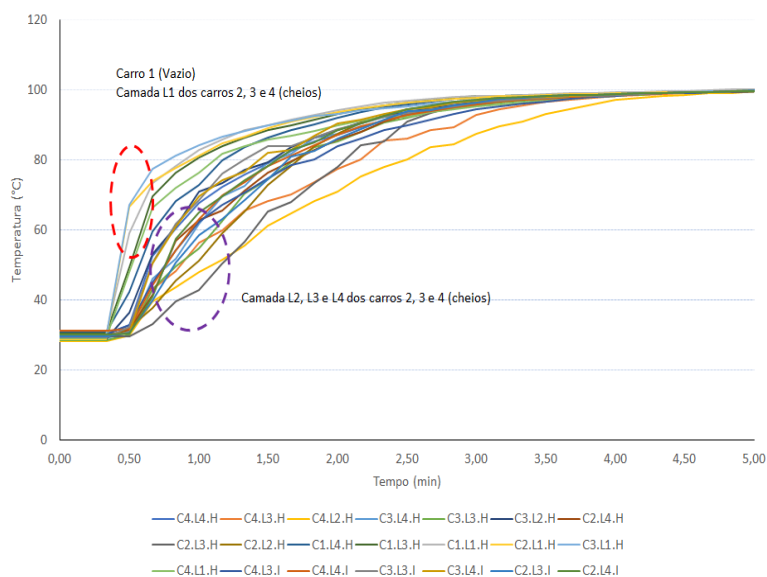


Figura 2. Temperatura em função do tempo para o primeiro teste

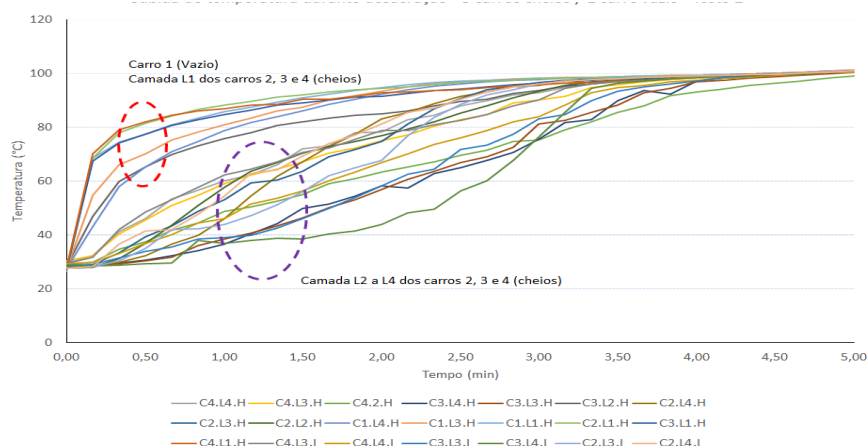


Figura 3. Temperatura em função do tempo para o segundo teste

Em ambos os testes, os sensores de temperatura chegaram na temperatura de processo no mesmo, indicando pelo protocolo do IFTPS (2014) que não há região de aquecimento mais lento, porém, nota-se que em C1 e nas camadas mais próximas da base da autoclave, onde o vapor é inserido, nos primeiros minutos, a taxa de variação da temperatura é significativamente maior que as outras camadas, indicando uma possível região de menor troca térmica.



3.3 Cálculo de F_0 de todos os sensores utilizando $Z = 10^\circ\text{C}$ e $T_{\text{ref}} = 121,1^\circ\text{C}$ na autoclave cheia

No primeiro teste da autoclave nº12, o menor F_0 encontrado foi de 0,286 min. no sensor C3L2H seguido do sensor C3L2H com uma diferença de 0,015 min. entre ambos. No segundo teste, o menor F_0 foi de 0,315 min. no sensor C2L3H junto com o sensor C3L2H.

Sendo considerada a diferença entre o F_0 dos sensores no segundo teste como irrelevante, podemos considerar que as regiões são iguais nesse quesito. O sensor C3L2H está com o menor F_0 em ambos os tratamentos, mesmo que estes estejam em condições diferentes, podendo inferir nesse quesito que a região (C3L2H) é um local de aquecimento mais lento. Vale ressaltar que a região (C3L2H) aparece em ambos os tratamentos, porém com uma diferença maior no primeiro teste em relação ao sensor com menor F_0 .

3.3 Cálculo de F_0 de todos os sensores utilizando $Z = 10^\circ\text{C}$ e $T_{\text{ref}} = 121,1^\circ\text{C}$ na autoclave parcialmente cheia

No primeiro teste o menor F_0 foi de 0,056 (C3.L3.H). No segundo teste o menor F_0 foi de 0,045 (C4.2.H), portanto, essas seriam as regiões de aquecimento mais lento por este método.

3.4 ANOVA considerando diferença entre carrinhos na autoclave cheia

Sabe-se que em cada carrinho há 6 sensores, ou seja, 6 amostras por carrinho, e assim, foi verificado se as médias de temperatura entre esses carrinhos são iguais. A região crítica (R_c), que é o conjunto de valores assumidos pela estatística do teste para os quais a hipótese nula é rejeitada, foi definida com um nível de significância de 5%, ou seja, a probabilidade de rejeitar H_0 , dado que H_0 é verdadeira é 5%.

Tabela 1. Análise de variância para carrinhos no primeiro teste.

FV	SQ	GI	MQ	F	$F_{\text{crítico}}(5\%)$
Entre grupos	1081,07	3	360,35	1,34	3,09
Dentro dos grupos	5344,15	20	267,20		$F_{\text{crítico}}(10\%)$
Total	6425,224	23			2,38



Tabela 2. Análise de variância para os carrinhos no segundo teste.

FV	SQ	GI	MQ	F	F _{crítico}
Entre grupos	886,20	3	295,40	0,20	3,09
Dentro dos grupos	29436,03	20	1471,80		F _{crítico (10%)}
Total	30322,24	23			2,38

Em ambos os casos o $F < F_{\text{crítico}}$, o que significa que não podemos descartar H_0 , ou seja, as médias entre as temperaturas dos carrinhos não são diferentes estatisticamente ao nível de 5%. Como não há relatos na literatura sobre essa forma de abordagem para definir a região de aquecimento mais lento o nível de significância foi fixado em 5%, porém como esse valor é arbitrário, os próximos estudos irão analisar a possibilidade de aumentar o nível de significância. Como mostrado nas tabelas acima, mesmo com o nível de significância de 10%, as médias entre as temperaturas dos carrinhos não se diferem estatisticamente.

3.4 ANOVA considerando diferença entre carrinhos na autoclave parcialmente cheia

Nesse ensaio, sabemos que temos 6 sensores em três carrinhos (C2,C3,C4) e 4 sensores em C1. Os resultados da ANOVA estão apresentados nas tabelas 3 e 4.

Tabela 3. Análise de variância para carrinhos no primeiro teste.

FV	SQ	GI	MQ	F	F _{crítico}
Entre grupos	5615,44	3	1871,81	5,34	5,18
Dentro dos grupos	5949,48	17	349,96		F _{crítico (10%)}
Total	11564,93	20			

Tabela 4. Análise de variância para carrinhos no segundo teste.

FV	SQ	GI	MQ	F	F _{crítico}
Entre grupos	9853,58	3	3284,52	2,10	5,18
Dentro dos grupos	26556,33	17	1562,13		F _{crítico (10%)}
Total	36409,91	20			

No primeiro teste, como $F > F_{\text{crítico}}$, existe diferença de pelo menos uma das médias, ao nível de 5% de significância entre as áreas dos carrinhos, já no segundo teste, as médias entre as temperaturas dos carrinhos não são diferentes estatisticamente. Para o primeiro teste, realiza-se o teste de Tukey para verificar qual(is) média(s) se diferenciam, como mostrada na tabela 5.



Tabela 5. Comparações obtidas pelo Teste de Tukey- letras iguais representam que não há diferença entre os carrinhos, com nível de significância de 5%.

Tratamentos	Médias	Significância
C1	1 726,11	a
C3	1 691,23	ab
C2	1 681,82	b
C4	1 675,19	b

O C3 não se diferencia de nenhum dos outros carrinhos, já o C1 se diferencia de C2 e C4 com uma média de temperatura significativamente maior, e estes dois últimos não houve diferença. Podemos inferir que as regiões de aquecimento mais lentos são o C4 e o C2.

Os resultados obtidos anteriormente foram expostos no Quadro 1.

Quadro 1. Comparação entre as abordagens para definir a região de aquecimento mais lento.

Abordagem matemática	Teste 1-Autoclave cheia	Teste 2-Autoclave cheia	Teste 1-Autoclave parcial	Teste 2 Autoclave parcial
IFTPS	C3L2H	C2L3H e C3L2H	Não foi detectada pelo método	Não foi detectada pelo método
F ₀	C3L2H	C2L3H e C3L2H	C3L3H	C4L2H
Análise variância	Não foi detectada pelo método	Não foi detectada pelo método	C4 e C2	Não foi detectada pelo método

4 CONCLUSÃO

Foram comparadas três metodologias para definição da região de aquecimento mais lento de uma autoclave, com carga total e parcial. A análise de variância foi a metodologia que teve menor detecção desta região, seguida da metodologia do protocolo IFTPS. Dentre os ensaios em que foi detectada a região, em dois de 3 métodos o carrinho 3 foi indicado. Esses resultados demonstram que ou a autoclave apresentou uma boa distribuição de temperatura e/ou que os métodos utilizados não foram sensíveis para que essa região fosse estatisticamente definida. Mais estudos e análises de outros testes demandam ser realizados para uma melhor comparação entre



estes métodos, sendo que, a abordagem estatística dos dados das autoclaves é a razão para o início desse projeto, logo, o modelo proposto deve ser validado.

5 AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao programa PIBIC-CNPq pela bolsa concedida.

6 REFERÊNCIAS

BLACK, D. G.; BARACH, J. T. **Canned Foods: Principles of thermal process control acidification and container closure evaluation**. 8th. Washington: Grocery Manufacture Association (GMA), 2015.190p.

CUNHA, M. C. C. **Métodos numéricos**. 2.ed., Editora Unicamp, 2003.

IFTPS Guidelines For Conducting Thermal Processing Studies. Disponível em:<<http://iftps.org/wp-content/uploads/2017/12/Retort-Processing-Guidelines-02-13-14.pdf>>. Acesso em: 28/06/2021.

KOEHLER, H. S. **Estatística Experimental**. Curitiba: Universidade Federal do Paraná, 1999.

STUMBO, C. F. **Thermo bacteriology in food processing**. 2.ed. New York: Academic Press, 1973.