

Controle em tempo real em um processo de esterilização convencional

Real time control in a conventional sterilization process

Autores | Authors

✉ Maria Isabel BERTO

Instituto de Tecnologia de Alimentos (ITAL)
Grupo de Engenharia e Pós-Colheita
(GEPC)
Av. Brasil, 2880
CP 139
CEP 13073-001
Campinas/SP - Brasil
e-mail: miberto@ital.sp.gov.br

Alfredo de Almeida VITALI

Instituto de Tecnologia de Alimentos (ITAL)
Grupo de Engenharia e Pós-Colheita
(GEPC)
e-mail: avitali@ital.sp.gov.br

✉ Autor Correspondente | Corresponding Author

Recebido | Received: 18/02/2008
Aprovado | Approved: 03/11/2008

Resumo

Este trabalho constou do desenvolvimento, implantação e avaliação experimental de um sistema de controle em tempo real em um processo de esterilização convencional em autoclave fixa a vapor, de um produto acondicionado em embalagens cilíndricas. A instrumentação da planta constou da instalação de sensores e atuadores cujos sinais foram enviados a um controlador lógico programável (CLP) e utilizados para montar as lógicas e rotinas de controle. O sistema de controle constou de dois programas codificados em LabVIEW 7.1®. O primeiro programa foi responsável por simular as temperaturas interna e média do produto e utilizá-las para estimar em tempo real, respectivamente, a letalidade e o fator de cozimento do produto. O segundo programa permitiu as configurações do processamento: letalidade mínima requerida pelo produto (F_{0-sp}) e critérios de tempo e/ou temperaturas das etapas do processo: desaeração, pressurização, esterilização e resfriamento. Através das informações fornecidas, dos dados simulados e da lógica de controle configurada, este sistema executou automaticamente as etapas do processamento e garantiu a letalidade mínima do produto. A performance do sistema de controle foi verificada através de seu desempenho em ensaios com a temperatura do meio de aquecimento constante e com a imposição de perturbações no processo pela interrupção temporária do fornecimento de vapor ao sistema. Os resultados obtidos mostraram que o sistema de automação e controle implementado foi eficiente em cumprir as etapas de processamento bem como garantir a esterilidade comercial do produto em ambos os tipos de experimentos realizados.

Palavras-chave: Esterilização; Controle em tempo real; Tratamento térmico; Letalidade.

Summary

The goal of this work was the instrumentation and implementation of a real time control system in a batch sterilization pilot plant processing a conductive product inside cylindrical cans. Sensors and actuators were installed in the pilot plant, from where the signals were sent to a Programmable Logic Controller (PLC) and used to configure the logic control system, which consisted of two software coded in LABView 7.1®, which also recorded the experimental data. The first software simulated the internal and average temperatures of the product and used them to estimate the lethality and cooking factor, respectively, in real time. The other software was designed to set the product minimum lethality (F_{0-sp}) and to configure the set point of the temperatures and time intervals of the sterilization steps: venting, pressurization, sterilization and cooling. Real-time and simulated data and set-point values were used by the control system to achieve the lethality required. The implemented control system was evaluated during experimental assays where the temperature of the medium was kept constant and using tests with imposed changes in the steam supply. The experimental results demonstrated that the control system was efficient in carrying out the processing steps and in guaranteeing commercial sterility of the product in both types of experiment.

Key words: Sterilization; Real-time control; Heat treatment; Lethality.

Controle em tempo real em um processo de esterilização convencional

BERTO, M. I. e VITALI, A. A.

1 Introdução

Alimentos termoprocessados, embalados hermeticamente e comercializados à temperatura ambiente, são uma categoria de produto de alto risco de Segurança de Saúde Pública, principalmente no caso de produtos de baixa acidez ou alimentos pouco ácidos (ORDÓÑEZ et al., 2005) cujo pH é superior a 4,5 que, quando mal processados, podem gerar casos de botulismo alimentar (GONÇALVES et al., 1995; TOLEDO, 1991). O botulismo é uma doença causada por toxinas produzidas pelo *Clostridium botulinum*, uma bactéria gram positiva, anaeróbia, produtora de esporos, que se desenvolve em ambientes com pH superior a 4,5. As toxinas afetam predominantemente as junções neuromusculares periféricas e as sinapses autonômicas. Após sua incubação, que pode levar de 12 a 36 horas, surge um quadro de disfunção autonômica e sintomas anticolinérgicos, que podem, em casos mais graves, conduzir à falência respiratória (CARDOSO et al., 2004).

Os produtos de baixa acidez incluem a grande maioria dos alimentos “enlatados” e de “caixinha” como: milho, palmito, cogumelos, leite “longa vida”, atum. Neste tipo de processo, os níveis residuais de esporos de microrganismos sobreviventes são estatisticamente baixos e as análises microbiológicas correntes não possuem grau de precisão para serem indicadoras da eficiência do processo. Assim, são utilizados métodos como a Análise de Perigos e Pontos Críticos de Controle, APPCC (GIORDANO e GALHARDI, 2004) e Boas Práticas de Fabricação, BPF (GIORDANO e SANTANA, 1995), conforme protocolos bem estabelecidos, como os prescritos pela *Food and Drug Administration* (FDA, 2007). Nestes casos, a garantia de sua segurança é realizada pela monitoração e controle das variáveis críticas pertinentes, como a temperatura mínima do meio de aquecimento (temperatura da autoclave) e o tempo mínimo de processo.

As operações industriais de termoprocessamento de alimentos consideram que a temperatura do meio de aquecimento se mantém constante durante o tempo de processo programado, e, portanto, a Segurança de Saúde Pública é garantida pelo cumprimento deste binômio tempo-temperatura. Neste contexto, não é considerada a hipótese de ocorrer algum desvio no processamento, como por exemplo, a queda de temperatura do meio ou redução do tempo de processo. Na ocorrência destes, a empresa raramente está preparada para a aplicação de um processo alternativo que leve o produto a um estado de segurança. A consequência freqüente para estas situações é o reproprocessamento ou descarte do lote. No caso do reproprocessamento, além de aportar gasto extra de energia e de mão-de-obra, compromete, na grande maioria dos casos, a qualidade do alimento devido ao excesso de cozimento. O descarte do lote acarreta

prejuízos financeiros consideráveis, além da problemática de disposição do material descartado como impacto ambiental. A alternativa usual da indústria para amenizar estes problemas é aplicar um tratamento mais severo que o necessário, comprometendo, na maioria das vezes, a qualidade do produto.

Visando preencher esta lacuna e garantir um alimento esterilizado não superprocessado, mesmo com a ocorrência de desvios no processamento, este trabalho propôs a elaboração de um sistema de controle para garantir a esterilidade comercial do alimento processado. O sistema de controle constou da produção de dois programas responsáveis em estimar a letalidade do produto em tempo real e garantir sua esterilização pelo prolongamento do tempo de exposição do vapor ao sistema até que a letalidade mínima requerida seja atingida.

O primeiro programa do sistema de controle, denominado “simulador” foi responsável por estimar a letalidade do produto em função da sua temperatura interna que foi simulada através de valores experimentais da temperatura da autoclave medidos em tempo real. Este programa também estimou a temperatura média do produto na embalagem que foi utilizada para o cálculo do fator de cozimento, indicativo da condição sensorial do produto. A avaliação do desempenho deste programa foi realizada através da comparação dos valores reais e simulados da temperatura do produto e de sua letalidade, e em relação ao tempo de execução das rotinas de cálculo, que deve ser inferior ao intervalo de tempo da aquisição das temperaturas do processo.

O segundo programa, denominado de “supervisor”, utilizou os dados provenientes do programa simulador e os parâmetros de tempo/temperaturas configurados pelo operador para automatizar o seqüenciamento das etapas do processo (desaeração, pressurização, esterilização e resfriamento) e garantir a letalidade do produto mesmo em condições adversas no fornecimento de vapor ao sistema.

2 Material e métodos

2.1 Aparato experimental

Os ensaios experimentais foram conduzidos na planta piloto do Grupo de Engenharia e Pós-Colheita (GEPC) do Instituto de Tecnologia de Alimentos (ITAL), onde uma autoclave piloto vertical operada a vapor foi instrumentada para possibilitar controle em tempo real do processamento. A planta piloto é esquematizada na Figura 1.

Válvulas solenóides (VS) do fabricante Danfoss S/A, cujos funcionamentos foram configurados via programa supervisor, foram instaladas nas linhas de

Controle em tempo real em um processo de esterilização convencional

BERTO, M. I. e VITALI, A. A.

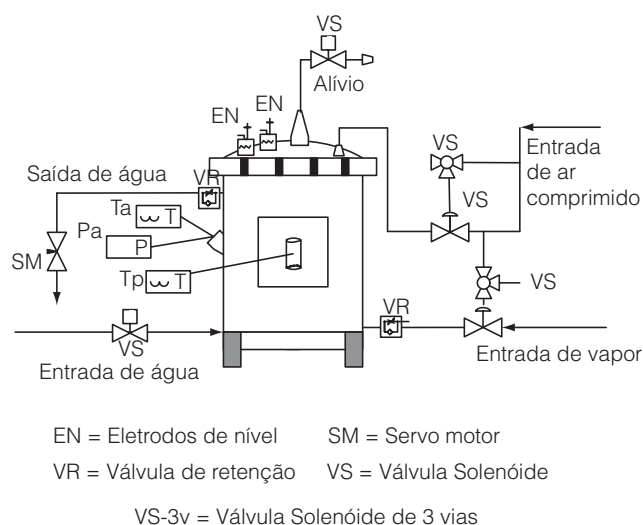


Figura 1. Esquema de Instrumentação da Planta Piloto de esterilização.

entrada de água, vapor e ar comprimido. Eletrodos de haste e relés de nível eletrônicos (EN) (modelos SNH e DNP-1, fabricante Digimec) foram instalados na tampa da autoclave. Os sinais dos eletrodos foram utilizados para o controle do nível de água no interior da autoclave na etapa de resfriamento, através do acionamento do servo motor (SM) instalado na linha de saída de água, próxima à tampa da autoclave. Na linha de entrada de vapor do sistema, uma válvula de retenção (VR) foi responsável por evitar o refluxo de água na linha de vapor. Sensores de pressão e temperatura tipo Pt100 foram instalados no interior da autoclave e, para fins de validação, sensores de pressão e termopares tipo T foram instalados em duas embalagens processadas em cada ensaio. Os sinais de entrada e saída dos instrumentos da planta piloto foram enviados a um controlador lógico programável (CLP, modelo ZAP500, HI Tecnologia). Os sinais destes sensores e os comandos das válvulas do sistema foram configurados em linguagem Ladder no programa SPDW, disponibilizado pelo próprio fabricante do CLP. Esta configuração foi composta por comandos simples de acionamento das válvulas e de alguns intertravamentos objetivando segurança no processamento. O armazenamento dos dados, as estratégias e lógicas de controle, e a simulação das temperaturas do produto, da letalidade e do fator de cozimento do alimento em tempo real, foram realizadas pelos programas codificados em LabVIEW 7.1 (NI., 2001). A comunicação entre o CLP e os programas construídos em Labview foi realizada via DDE (*dynamic data exchange*) que é um recurso usualmente utilizado para comunicação de equipamentos de diferentes fabricantes. Neste caso, a comunicação DDE foi configurada através de um bloco de função disponível na própria biblioteca de funções do LabVIEW.

2.2 Produto e embalagem

Visando evitar o desperdício de produtos alimentícios e matérias-primas nobres e ter a possibilidade de reprocessamento do lote, optou-se simular o alimento processado com uma suspensão de bentonita "(VOLCLAY SPV - Buntech Tecnologia em Insumos Ltda; BALL e OLSON, 1957; NIEKAMP et al., 1984). A suspensão aquosa foi preparada com 8% m/m de bentonita, que apresenta características condutivas de transferência de calor similares a de alimentos enlatados (BERTO et al., 2006).

Uma massa líquida de 321 g de suspensão foi acondicionada em latas comerciais cilíndricas 7,2 x 7,9 mm com um espaço livre de 5 a 6 mm, que foram recravadas sob vácuo de 26 polegadas de mercúrio.

2.3 Programa simulador

Para permitir o controle em tempo real do processo, foi desenvolvido um sistema de controle em LabVIEW 7.1, composto por dois programas que interligados, funcionaram simultaneamente ao processo. O primeiro programa, simulador, estimou as temperaturas do produto, letalidade e fator de cozimento.

2.3.1 Predição das temperaturas média e do centro da embalagem

As temperaturas foram simuladas em função da temperatura da autoclave, através da resolução das equações de transferência de calor por condução em regime transiente sem geração interna de calor em coordenadas cilíndricas (Equação 1), com propriedades físicas constantes, sendo o meio isotrópico (BIRD et al., 1995).

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \left[\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right] \quad \begin{array}{l} t = t_0 \Rightarrow T = T_i \quad \forall r \forall z; \\ t > t_0 \Rightarrow T = T_R, r = R \quad \forall z \end{array} \quad (1)$$

onde: T, T_R, T_i = temperatura do produto em função do tempo, na posição R do cilindro e inicial; r = posição ao longo do raio (R) em coordenadas cilíndricas (m); t, t_0 = tempo (s), tempo inicial; e z = posição ao longo da altura (H) em coordenadas cilíndricas (m)

O valor da difusividade térmica do produto, α (m^2/s) foi estimado a partir das características geométricas da embalagem (raio R e altura H) e do parâmetro de penetração de calor fh , conforme Equação 2 (BALL e OLSON, 1957).

$$\alpha = \frac{0,398}{\left[\frac{1}{R^2} + \frac{0,427}{H^2} \right] fh} \quad (2)$$

O parâmetro fh é o inverso do coeficiente angular da porção linear do gráfico do logaritmo da diferença entre a temperatura do meio de aquecimento e a tempera-

Controle em tempo real em um processo de esterilização convencional

BERTO, M. I. e VITALI, A. A.

tura do ponto de aquecimento mais lento ($\log(T_1 - T_{(t)})$) em função do tempo (t). Este procedimento é conhecido como o Método da Fórmula ou de Ball para o processamento dos dados de penetração de calor de um determinado tratamento térmico (BALL e OLSON, 1957).

2.3.2 Cálculo da letalidade (F_0)

Para o cálculo da letalidade, é necessário o conhecimento dos valores da redução decimal, D, e da constante de resistência térmica, Z, do microrganismo alvo. O valor de D é definido como o tempo necessário para a redução de 90% da população inicial do microrganismo alvo. A constante Z é definida como o aumento de temperatura necessário para a redução de 90% do valor de D. Define-se F a quantidade de ciclos logarítmicos que se quer reduzir da população inicial, sendo, portanto, um múltiplo de D. No caso de produtos de baixa acidez ($\text{pH} > 4,5$), termoprocessados embalados hermeticamente e mantidos à temperatura ambiente, as agências reguladoras têm como referência a destruição mínima de 12 reduções decimais, isto é, 12 D, de esporos de *Clostridium botulinum*, cujo $Z = 10^\circ\text{C}$ (FDA, 2007). Em outras palavras, a redução de 12 D de esporos de *Clostridium botulinum* significa a redução para um esporo viável a cada 1 bilhão (10^{12}) de embalagens processadas. Quando se utiliza a temperatura de referência de $T_{\text{ref}} = 121^\circ\text{C}$ e $Z_{\text{ref}} = 10^\circ\text{C}$, F é denominado de F_0 e, neste caso, $D_{\text{ref}} = 0,21 \text{ min}$ (STUMBO, 1973; ORDÓÑEZ et al., 2005). O valor de F_0 experimental é calculado através da integração da taxa letal (TL) em função do tempo (Equação 3) que é a relação entre as reduções decimais na temperatura de referência (D_{ref}) e na temperatura do ponto frio do produto (D_T). A temperatura do ponto frio de um produto (T_{PF}) é a temperatura do ponto de aquecimento mais lento da massa de produto contida na embalagem. No caso de produtos com características condutivas de transferência de calor, este ponto localiza-se no centro geométrico da embalagem, enquanto que, em produtos com correntes convectivas, a localização do ponto frio é no eixo radial, aproximadamente na altura de 1/3 a partir do fundo da embalagem (STUMBO, 1973). Como a suspensão de bentonita é condutiva, utilizou-se a temperatura do centro da embalagem simulada no cálculo da taxa letal. (STUMBO, 1973).

$$TL = \frac{D_{\text{ref}}}{D_T} = 10 \exp\left(\frac{T_{\text{PF}} - T_{\text{ref}}}{Z}\right) \rightarrow F_0 = \int_0^t TL dt \quad (3)$$

2.3.3 Cálculo do fator de cozimento do produto (F_{Cz})

Analogamente à taxa de destruição de microrganismos, o grau de cozimento do produto e a taxa de destruição de compostos como vitaminas e pigmentos causados pelo calor, seguem uma reação de primeira ordem. Valores dos parâmetros de D e Z de vitaminas, pigmentos e aminoácidos podem ser encontrados na

literatura (QUAST, 1976; FELLOWS, 2006) e podem ser utilizados para a determinação da redução da quantidade dos mesmos no processamento térmico, analogamente ao cálculo da letalidade (F_0). Segundo Quast (1976), o cozimento do produto é inerente ao termoprocessamento e, para avaliar a extensão deste efeito durante os processos com desvio, é importante implementar uma rotina de seu cálculo para subsidiar as tomadas de decisão do lote processado. Este trabalho simulou o fator de cozimento do produto (F_{Cz}) em função de sua taxa de cozimento (TL_{Cz}) calculada com a temperatura média do produto simulada (T_m), conforme a Equação 4. Foram utilizados como parâmetros de referência a temperatura ($T_{\text{ref-c}}$) de 100°C e a constante de resistência térmica de cozimento (Z_c) de 25°C (QUAST, 1976; LOEY et al., 1994).

$$TL_{Cz} = \frac{D_{\text{ref}}}{D_T} = 10 \exp\left(\frac{T_m - T_{\text{ref-c}}}{Z_c}\right) \rightarrow F_{Cz} = \int_0^t TL_c dt \quad (4)$$

A eficiência de predição deste programa simulador foi avaliada comparando-se os valores experimentais e simulados da temperatura do ponto frio do produto e da letalidade do processo. Os parâmetros estatísticos utilizados para avaliação da predição da temperatura do ponto frio foram: coeficiente de correlação (R^2) referente a uma função linear dos pontos preditos versus reais, passando pela origem; soma dos quadrados dos resíduos (SQR, Equação 5) e desvio padrão residual (*Residual Standard Deviation, RSD*), em porcentagem (Equação 6). Resultados satisfatórios são obtidos quando R^2 se aproxima de uma unidade e SQR é mínimo. O RSD é um fator comumente utilizado para avaliar modelos matemáticos sendo que valores menores que 10% indicam que o modelo é adequado para prever os valores experimentais (ATALA et al., 2001).

$$SQR = \sum_0^{n_p} (d_p - x_p)^2 \quad (5)$$

$$RSD (\%) = \left(\frac{\sqrt{SQR/n_p}}{\bar{d}_p} \right) 100 \quad (6)$$

onde: SQR = soma dos quadrados dos resíduos; RSD = desvio Padrão Residual (*residual standard value*); x_p = valores preditos por um modelo matemático; n_p = número de observações; e d_p , \bar{d}_p = valor experimental, valor experimental médio.

Além dos parâmetros estatísticos, este *software* foi avaliado quanto ao tempo de execução de um ciclo completo do cálculo de simulação, que precisa ser inferior ao intervalo de aquisição das temperaturas do sistema.

2.4 Programa supervisor

O segundo programa, supervisor, foi responsável pelo acionamento remoto das válvulas, execução automá-

Controle em tempo real em um processo de esterilização convencional

BERTO, M. I. e VITALI, A. A.

tica das etapas de processo e o controle do processo em tempo real através da garantia da letalidade do produto. O histórico das variáveis e das operações realizadas durante os ensaios foi armazenado por este programa, em arquivos de extensão *lbrv*, facilmente abertos em planilhas Excel for Windows®. O intervalo de aquisição e armazenamento destas variáveis foi de 1 s.

O programa constou da configuração do posicionamento das válvulas solenóides de ar comprimido, vapor, alívio, entrada e saída de água em todas as etapas do processamento: desaeração, pressurização, esterilização e resfriamento. Os critérios de tempo e temperatura a serem cumpridos em cada etapa foram configurados como parâmetros de entrada para serem inseridos pelo operador. Desta maneira, depois de iniciado o processamento, o seqüenciamento das etapas era realizado automaticamente conforme estes critérios eram cumpridos. A rotina implementada para a garantia de esterilidade do produto constou da simulação de sua letalidade em tempo real e finalização da etapa de esterilização somente depois de atingida a letalidade e tempo mínimo estipulados pelo operador.

A seguir, são detalhados os parâmetros de entrada configurados pelo operador em cada etapa do processamento:

- **Desaeração:** período para eliminação do ar da autoclave através de seu arraste com vapor. Nesta fase, são abertos o vapor e as válvulas de desaeração. Configura-se: tempo de desaeração e temperatura mínima a ser atingida nesta fase.
- **Pressurização:** Período no qual a temperatura da autoclave aumenta até a temperatura de processo programada. No início desta fase, as válvulas de desaeração são fechadas e o vapor continua aberto. Configura-se a temperatura mínima a ser atingida nesta fase, que geralmente é a temperatura de processo.
- **Esterilização:** Período referente ao tratamento térmico do produto, propriamente dito. Configuram-se: o tempo mínimo do tratamento (Δt_{sp}), a temperatura de processo ($T_{A,sp}$) e a letalidade mínima requerida para o produto a ser atingida até o final desta fase ($F_{0,Aq-SP}$).
- **Resfriamento 1:** Refere-se ao início do resfriamento, no qual o vapor é desligado e ocorre a entrada de ar comprimido para manter a pressão do sistema, isto é, a pressão da autoclave. Esta etapa é automática e dura 30 segundos.
- **Resfriamento 2:** Refere-se à queda gradual da pressão da autoclave, realizada em função da diminuição da pressão interna do produto, para garantir a integridade das embalagens.

Nesta etapa, configura-se a rampa de queda de pressão (taxa de descida em bar/min) e o critério de finalização, o tempo ou temperatura. Desta fase até o final do processo, um controle de nível é acionado para garantir a entrada e saída contínua de água pela autoclave, através do fechamento ou abertura do servo-motor acoplado a uma válvula globo, conforme os sinais enviados pelos sensores de níveis instalados no interior da autoclave (Figura 1).

- **Resfriamento 3:** Refere-se ao período necessário para que o produto atinja a temperatura final desejada. Configura-se a temperatura final do produto ou tempo requerido para o término desta fase.
- **Finalização:** Processo automático no qual todas as válvulas retornam à posição inicial, para o próximo ensaio.

Em todos os ensaios experimentais descritos no item 2.5, este programa supervisor foi avaliado quanto ao cumprimento do seqüenciamento das etapas de processamento somente depois de atingidos os critérios de tempo e temperatura inseridos pelo operador e quanto à atingibilidade do valor de F_0 requerido pelo produto durante a fase de aquecimento ($F_{0,Aq-SP}$), mesmo em condições adversas do fornecimento de vapor ao sistema.

2.5 Procedimento experimental para validação do sistema de controle

Os ensaios experimentais constaram de processamentos sem e com perturbações, denominados de ESP e ECP, respectivamente. Nos ESPs, a temperatura da autoclave permaneceu constante durante a fase de esterilização, enquanto que nos ECPs perturbações foram provocadas pela interrupção temporária de vapor ao sistema. A nomenclatura utilizada para apresentação dos resultados destes ensaios é mostrada na Tabela 1.

Em todos os ensaios, utilizou-se como temperatura de processo, a temperatura de referência, T_{ref} de 121,1 °C, e objetivou-se atingir, na fase de aquecimento, uma letalidade mínima, $F_{0,Aq-SP}$ de 2,54 min, referente à inativação do *Clostridium botulinum*, equivalente à redução de 12 ciclos logaritmos da população inicial deste microrganismo ($F_0 = 12D_{ref}$), cujo Z_{ref} é 10 °C (STUMBO, 1973).

3 Resultados e discussão

3.1 Programa simulador

A capacidade de predição da temperatura do ponto frio do produto foi avaliada pela comparação das temperaturas simuladas e experimentais, obtidas nos ensaios com a temperatura da autoclave constante e com perturbações no processamento. Os valores dos parâme-

Controle em tempo real em um processo de esterilização convencional

BERTO, M. I. e VITALI, A. A.

Tabela 1. Nomenclatura utilizada para apresentação dos resultados

Parâmetro	Descrição
F_0	Letalidade do Produto calculada na temperatura de referência (T_{ref})
F_{0t} , $F_{0,Aq}$, $F_{0,R}$	Letalidade: total do processo, atingida na fase de aquecimento, atingida na fase de resfriamento
F_{CZ}	Fator de cozimento (min)
fim - Aq	Indica final da fase de aquecimento
P_A	Pressão da autoclave, (min)
T_A	Temperatura da autoclave ($^{\circ}C$)
T_m , T_I , T_F	Temperatura do produto ($^{\circ}C$): média, inicial e do ponto frio
T_{ref} , T_{ref-C}	Temperaturas de referência da letalidade e do fator de cozimento, ($^{\circ}C$)
T_R	Temperatura utilizada para o calcula da letalidade do produto na fase de resfriamento ($F_{0,R}$), ($^{\circ}C$)
T_L , T_{L-z}	Taxa letal e taxa de cozimento
t , t_0	Tempo (s), tempo inicial
Δt	Intervalo de tempo (min)
Z , Z_{ref}	Constante de resistência térmica ($^{\circ}C$) e de referência
Subscritos	
sim	Valor simulado
exp	Valor experimental
SP	Valor de referência, de <i>set-point</i> ou desejado

tros estatísticos desta comparação foram o coeficiente de correlação de $R^2 = 0,9945$, o SQR de 2,33 e o RSD de 2,89%. Estes valores mostraram que o programa construído foi eficiente em prever a temperatura do ponto frio do produto em função da autoclave, pois o R^2 se aproximou do valor unitário, obteve-se um baixo valor de SQR e o RSD calculado foi menor que 10%. O tempo de execução de uma interação do programa foi inferior a 150 milésimos de segundo, comprovando que ele pode ser utilizado em tempo real, no qual o intervalo de aquisição geralmente empregado é de 1 s. Mais detalhes sobre esta validação podem ser obtidos no trabalho de Berto et al. (2006). A tela do programa que mostra os dados simulados em tempo real é mostrada na Figura 2.

3.2 Programa supervisor

Durante a execução do ensaio, a tela montada no programa supervisor permitiu a visualização contínua e atualizada das etapas do processamento. A tabela mostrada na Figura 3 mostra a seqüência de luzes que foram acesas de acordo com a etapa em andamento. O sinal "0" ou "1" nas colunas indica quais válvulas foram acionadas em cada etapa (0 = acionada/linha aberta;

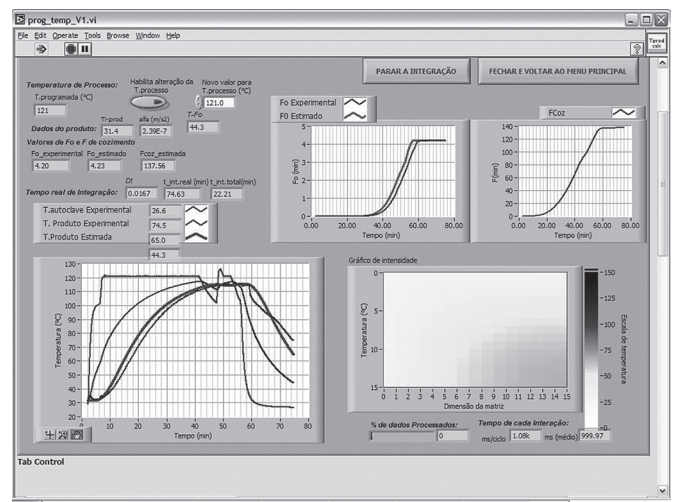


Figura 2. Tela de Simulação das temperaturas do centro e média do produto de um ensaio com perturbação.

Etapa 9	Água	Vapor	Ar	Alívio	Venting	Overflow	Dreno	Final da Etapa
Posição inicial	0	0	0	50	1	0	1	
1 - Desaeração	0	1 (T)	0	0	0	0	1	Por tempo e temperat.
2 - Pressurização	0	1 (T)	0	0	0	0	1	Temperatura processo
3 - Esterilização	0	auto(T)	0	0	0	0	1	Tempo e letalidade
4 - Resfriamento 1	0	0	auto(P)	auto(P)	0	0	1	Estabilização pressão
5 - Resfriamento 2	1	0	auto(P)	auto(P)	0	auto(N)	1	Temperatura e tempo
6 - Resfriamento 3	0	0	0	0	0	auto(N)	0	Tempo ou temperatura
7 - Final processo	0	0	0	0	1	0	0	Drenagem total água

Figura 3. Tela indicativa do seqüenciamento das etapas do processo.

1= desligada/linha fechada) e as expressões auto (T), (N) ou (P) indicam que os sinais de temperatura, nível ou pressão foram controlados automaticamente. A última coluna mostra o critério de finalização de cada etapa. Exemplos: 1) A primeira etapa, de desaeração, somente finalizou depois de atingido o tempo e temperatura pré-definidos pelo operador; 2) A etapa de esterilização somente finalizou depois de decorrido o tempo e atingido o F_{0t-sp} estipulados pelo operador.

A atuação do *software* de controle em tempo real é mostrada através dos resultados dos ensaios experimentais realizados na planta piloto, descritos no item que se segue.

3.3 Ensaios sem perturbação (ESP)

A Tabela 2 mostra os parâmetros configurados nos dois ensaios experimentais sem perturbações, conduzidos com a temperatura da autoclave constante, juntamente com os valores experimentais e resultados numéricos simulados. A Figura 4 mostra as temperaturas experimentais e simuladas do primeiro ensaio sem perturbação (ESP-1)

Os valores simulados da temperatura interna do produto simulada (T_{p-sim}) ficaram bem próximos aos valores experimentais, principalmente na fase

Controle em tempo real em um processo de esterilização convencional

BERTO, M. I. e VITALI, A. A.

Tabela 2. Configuração dos ensaios sem perturbação (ESP).

Etapa	Parâmetros configurados		Resultados experimentais e simulados	
	ESP-1	ESP-2	ESP-1	ESP-2
Desaeração	$T_{A,sp} = 101\text{ }^{\circ}\text{C}$ $\Delta t_{sp} = 4,0\text{ min}$	$T_{A,sp} = 101\text{ }^{\circ}\text{C}$ $\Delta t_{sp} = 4,0\text{ min}$	$T_{A,sp} = 101\text{ }^{\circ}\text{C}$ em $\Delta t_{exp} = 4,38\text{ min}$	$T_{A,sp} = 101\text{ }^{\circ}\text{C}$ em $\Delta t_{exp} = 4,0\text{ min}$
Pressurização	$T_{A,sp} = 121\text{ }^{\circ}\text{C}$	$T_{A,sp} = 121\text{ }^{\circ}\text{C}$	$T_{A,exp} = 121\text{ }^{\circ}\text{C}$ em 1,18 min	$T_{A,exp} = 121\text{ }^{\circ}\text{C}$ em 1,12 min
Esterilização	$\Delta t_{sp} = 50,0\text{ min}$ $T_{A,sp} = 121\text{ }^{\circ}\text{C}$ $F_{0,Aq-SP} = 5\text{ min}$	$\Delta t_{sp} = 50,0\text{ min}$ $T_{A,sp} = 121\text{ }^{\circ}\text{C}$ $F_{0,Aq-SP} = 3,5\text{ min}$	$\Delta t_{exp} = 50,0\text{ min}$ $F_{0,Aq-sim} = 6,24\text{ min}$ $F_{0,Aq-exp} = 6,45\text{ min}$	$\Delta t_{exp} = 50,0\text{ min}$ $F_{0,Aq-sim} = 3,60\text{ min}$ $F_{0,Aq-exp} = 4,00\text{ min}$
Resfriamento fase 1	$P_{A,sp} = P_{A,exp}$ $\Delta t_{sp} = 0,5\text{ min}$	$P_{A,sp} = P_{A,exp}$ $\Delta t_{sp} = 0,5\text{ min}$	$\Delta t_{exp} = 0,5\text{ min}$	$\Delta t_{exp} = 0,5\text{ min}$
Resfriamento fase 2	$T_{P,sp} = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$ ou $\Delta t_{sp} = 15\text{ min}$	$T_{P,sp} = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$ $\Delta t_{sp} = 15\text{ min}$	$\Delta t_{exp} = 15,0\text{ min}$ $F_{0,R-sim} = 5,44\text{ min}$ $F_{0,R-exp} = 3,10\text{ min}$	$\Delta t_{exp} = 15,0\text{ min}$ $F_{0,R-sim} = 2,75\text{ min}$ $F_{0,R-exp} = 3,15\text{ min}$
Resfriamento fase 3	$T_{P,sp} = 50\text{ }^{\circ}\text{C}$	$\Delta t_{sp} = 8\text{ min}$	$T_{p,sim} = 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ $\Delta t_{exp} = 10,95\text{ min}$	$\Delta t_{exp} = 8\text{ min}$ $T_{p,sim} = 59\text{ }^{\circ}\text{C}$
Final do processo	Desligar tudo, fornecer: $F_{0,t-sim}$ e $F_{0,t-exp}$	Desligar tudo, fornecer: $F_{0,t-sim}$ e $F_{0,t-exp}$	$F_{0,t-sim} = 11,66\text{ min}$ $F_{0,t-exp} = 9,55\text{ min}$ $F_{coz} = 194,0\text{ min}$	$F_{0,t-sim} = 6,36\text{ min}$ $F_{0,t-exp} = 7,15\text{ min}$ $F_{coz} = 163,4\text{ min}$

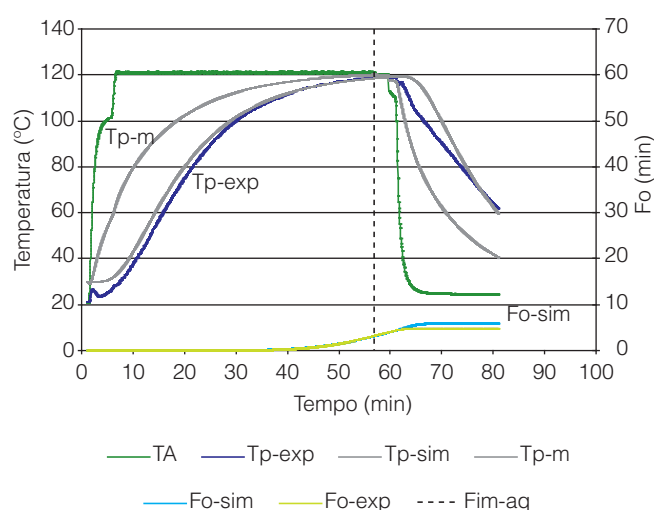


Figura 4. Temperaturas e F_0 simulados e experimentais do ensaio ESP-1.

esterilização e entre temperaturas de 100 a 120 °C, ocasionando pequenas diferenças na letalidade do produto ($F_{0,aq-sim} = 6,24\text{ min}$; $F_{0,aq-exp} = 6,45\text{ min}$). No início da fase de resfriamento, o valor da letalidade simulada foi consideravelmente superior ao valor experimental ($F_{0,R-sim} = 5,44\text{ min}$; $F_{0,R-exp} = 3,10\text{ min}$) devido à queda mais brusca da temperatura experimental do produto em relação à mesma temperatura simulada.

Constatou-se ainda que o controle do tempo de processamento e F_0 estipulados para a fase de processo

($\Delta t_{sp} = 50,0\text{ min}$ e $F_{0,Aq-SP} = 5\text{ min}$) funcionaram adequadamente, pois apesar do produto ter atingido a letalidade estipulada ($F_{0,Aq-SP} = 5\text{ min}$) aos 49 min desta etapa, a fase de aquecimento só foi finalizada após o término do tempo pré-estabelecido de 50 min ($\Delta t_{exp} = 50,0\text{ min}$). A diferença entre os valores de letalidade total do processo simulado e experimental ($F_{0,t-sim} = 11,66\text{ min}$; $F_{0,t-exp} = 9,55\text{ min}$) foi acentuada pelo maior desvio entre as temperaturas simuladas e experimentais do produto verificadas na fase de resfriamento. Apesar desta diferença, a condição de esterilidade do produto foi totalmente cumprida na etapa de aquecimento, na qual a simulação se deu com maior eficiência.

Analisando a diferença entre os valores de F_0 na fase de resfriamento, verificou-se que a contribuição de letalidade na fase de resfriamento refere-se ao período no qual a temperatura do produto ainda está acima de 100 °C e que a temperatura experimental do produto (T_{p-exp}) decresce mais rapidamente do que a simulada T_{p-sim} , seguindo mais o perfil da temperatura média simulada ($T_{p,média}$).

Esta maior diferença entre os dados simulados e experimentais no início do resfriamento também foi observada no trabalho de Rodrigues et al. (1998). Além do valor da difusividade térmica utilizado nos cálculos influenciar diretamente a simulação, este fato ocorrido pode também ser explicado pelo princípio de Watt (FOLMER-JOHNSON, 1965). Por este princípio a pressão do sistema (interior da embalagem) equilibra-se com a pressão de vapor de água

Controle em tempo real em um processo de esterilização convencional

BERTO, M. I. e VITALI, A. A.

correspondente à temperatura mais baixa. Neste caso, a temperatura mais baixa é da camada do produto mais próxima ao meio de resfriamento (temperatura do espaço livre). O fato da temperatura do centro da embalagem (massa de produto) estar mais alta gera uma força motriz que promove a ebulição da água do produto até que a pressão do sistema se equilibre com pressão de vapor do espaço livre, ocasionando uma queda de temperatura mais acentuada do que a simulada pelo programa.

Com base nestas constatações, a seguinte alteração foi realizada no programa de simulação da temperatura/ F_0 do produto para os ensaios subseqüentes:

A letalidade total do produto simulada em tempo real $F_{0,t-sim}$ será calculada como a soma da letalidade atingida no aquecimento $F_{0,Aq-sim}$ e no resfriamento $F_{0,R-sim}$. Sendo que a letalidade do aquecimento (do início do processo até o final da etapa de aquecimento) será calculada com a temperatura do produto no ponto frio, simulada T_{p-sim} e a letalidade do resfriamento (do início da etapa de resfriamento até o final do processo) será calculada com a temperatura média simulada do produto $T_{p,média}$. Matematicamente, esta operação é descrita como:

$$\text{Para } \begin{cases} t < t_{fim-aq} \Rightarrow F_{0,Aq-sim} = f(T_{p-sim}) \\ t > t_{fim-aq} \Rightarrow F_{0,R-sim} = f(T_{p,média}) \end{cases} \Rightarrow F_{0,t-sim} = F_{0,Aq-sim} + F_{0,R-sim}$$

Esta alteração foi implementada no próximo ensaio sem perturbação mostrado (ESP2), cujos parâmetros configurados e resultados também são apresentados na Tabela 2, e visualizados através da Figura 5. Neste ensaio, a letalidade estipulada ($F_{0,Aq-SP} = 3,5$ min) foi atingida aos 48,2 min desta fase, mas como configurado, o resfriamento começou após 50 min de esterilização.

Pelos resultados referentes ao ensaio ESP-2, constata-se que a alteração no método para cálculo do

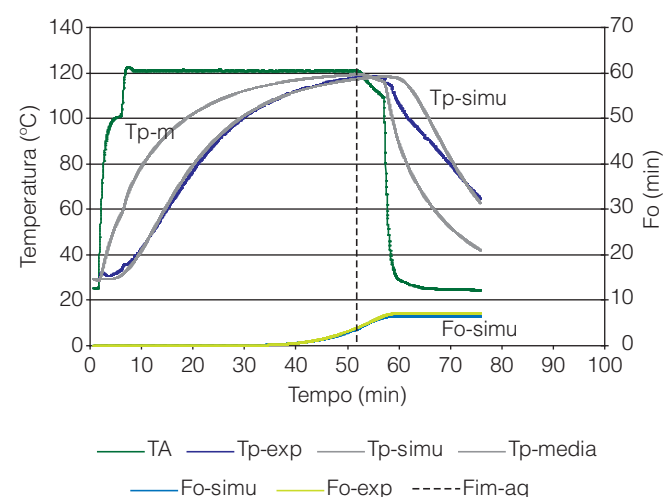


Figura 5. Temperaturas e F_0 simulados e experimentais do ensaio ESP-2.

F_0 melhorou seu valor simulado na fase de resfriamento e conseqüentemente o valor do F_0 total simulado. Os valores dos F_0 simulados nas duas fases foram menores que os experimentais ($F_{0,Aq-sim} = 3,6$ min; $F_{0,Aq-exp} = 4,0$ min), principalmente na fase de resfriamento ($F_{0,R-sim} = 2,75$ min; $F_{0,R-exp} = 3,15$ min), gerando um F_0 simulado total do processo também menor que o experimental ($F_{0,t-sim} = 6,36$ min; $F_{0,t-exp} = 7,15$ min). Esta subestimativa pode ser considerada favorável no sentido da garantia do alcance da letalidade, funcionando como uma margem de segurança do sistema.

Destaca-se que a fim de garantir a segurança no cálculo da letalidade experimental, o sistema de controle foi configurado para garantir o mínimo de letalidade desejada do processo durante a fase de aquecimento. Desta forma, a letalidade correspondente à fase de resfriamento neste caso é considerada uma segurança da condição de esterilidade do produto, que foi atingida na etapa de aquecimento. Esta abordagem é importante para administrar mudanças que podem ocorrer e que são mais complexas, pois dependem de fatores menos controláveis como vácuo final da embalagem, temperatura da água de resfriamento, dentre outros, que influenciam diretamente no histórico de temperatura do ponto de aquecimento mais lento do produto na fase de resfriamento.

Considerando satisfatórios os resultados obtidos com as mudanças realizadas entre os experimentos ESP-1 e ESP-2, foram realizados, na seqüência, ensaios experimentais impondo-se perturbações no fornecimento de vapor na autoclave.

3.4 Ensaios com perturbação (ECP)

As perturbações impostas durante o processamento constaram da interrupção do fornecimento de vapor ao sistema por um determinado período de tempo. Os resultados a seguir mostram dois ECPs, que diferenciaram entre si em relação ao momento e número de perturbações impostas, conforme detalha a Tabela 3.

A Tabela 4 mostra os parâmetros configurados em cada etapa do processamento dos ensaios com perturbação bem como os resultados numéricos experimentais e simulados, referentes a estes ensaios. As Figuras 6 e 7 mostram o comportamento das variáveis experimentais e simuladas dos ensaios com perturbações ECP-1 e ECP-2, respectivamente.

Nos dois ensaios, a letalidade mínima estipulada $F_{0,Aq-SP} = 3,5$ min para ECP1 e $F_{0,Aq-SP} = 3,0$ min para o

Tabela 3. Descrição dos ensaios com perturbações (ECPs).

Ensaio	Número de perturbações
ECP-1	2, sendo uma no início e outra no final da fase de processo
ECP-2	1 perturbação aos 28 min do início processo

Controle em tempo real em um processo de esterilização convencional

BERTO, M. I. e VITALI, A. A.

Tabela 4. Configuração dos ensaios com perturbação.

Etapa	Parâmetros configurados		Resultados experimentais e simulados	
	ECP-1	ECP-2	ECP-1	ECP-2
Desaeração	$\Delta t_{sp} = 4,0$ min	$\Delta t_{sp} = 4,0$ min	$\Delta t_{exp} = 4,29$ min	$\Delta t_{exp} = 4,00$ min
Pressurização	$T_{A.sp} = 101$ °C	$T_{A.sp} = 101$ °C	$T_{A.exp} = 101$ °C	$T_{A.exp} = 101$ °C
	$T_{A.sp} = 121$ °C	$T_{A.sp} = 121$ °C	$T_{A.exp} = 121$ °C	$T_{A.exp} = 121$ °C
Processo	$\Delta t_{sp} = 50,0$ min	$\Delta t_{sp} = 40,0$ min	$\Delta t_{exp} = 50,0$ min	$\Delta t_{exp} = 40,0$ min
	$T_{sp} = 121$ °C	$T_{sp} = 121$ °C	$F_{0.Aq-sim} = 4,00$ min	$F_{0.Aq-sim} = 3,19$ min
Resfriamento fase 1	$F_{0.Aq-sp} = 3,5$ min	$F_{0.Aq-sp} = 3,0$ min	$F_{0.Aq-exp} = 4,06$ min	$F_{0.Aq-exp} = 3,74$ min
	$P_{A.sp} = P_{A.exp}$	$P_{A.sp} = P_{A.exp}$	$\Delta t_{exp} = 0,5$ min	$\Delta t_{exp} = 0,5$ min
Resfriamento fase 2	$\Delta t_{sp} = 0,5$ min	$\Delta t_{sp} = 0,5$ min	$\Delta t_{exp} = 15,35$ min	$\Delta t_{exp} = 16,1$ min
	$P_{A.sp} = P_{P.sim}$	$P_{A.sp} = P_{P.sim}$	$F_{0.R-sim} = 2,12$ min	$F_{0.R-sim} = 2,34$ min
Resfriamento fase 3	$T_{P.sp} = 90$ °C	$T_{P.sp} = 90$ °C	$F_{0.R-exp} = 2,50$ min	$F_{0.R-exp} = 2,52$ min
	$\Delta t_{sp} = 15$ min	$\Delta t_{sp} = 15$ min	$\Delta t_{exp} = 13,35$ min	$\Delta t_{exp} = 10$ min
Final do processo	Finalizar por temperatura: $T_{P.sp} = 50$ °C	Finalizar por tempo: $\Delta t = 10$ min	$T_{P.sim} = 50,0$ °C	$T_{P.sim} = 61,2$ °C
	Desligar tudo, fornecer F_{0t-sim} e F_{0t-exp}	Desligar tudo, fornecer F_{0t-sim} e F_{0t-exp}	$F_{0t-sim} = 6,12$ min	$F_{0t-sim} = 5,53$ min
			$F_{0t-exp} = 6,56$ min	$F_{0t-exp} = 6,27$ min
			$F_{coz} = 166,5$ min	$F_{coz} = 167,1$ min

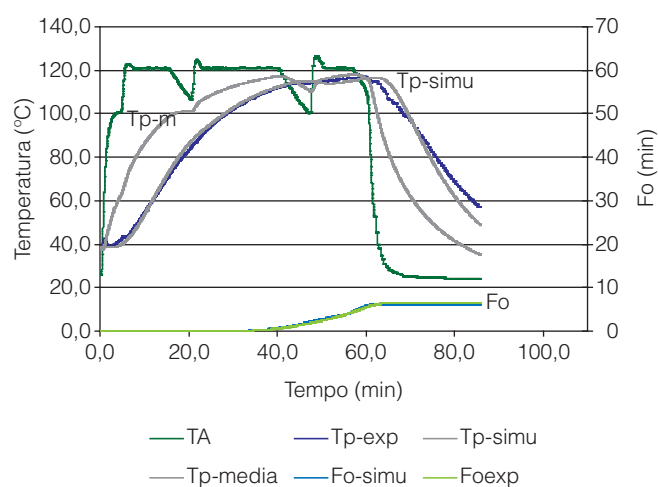


Figura 6. Temperaturas e F_0 simulados e experimentais do ensaio ECP-1.

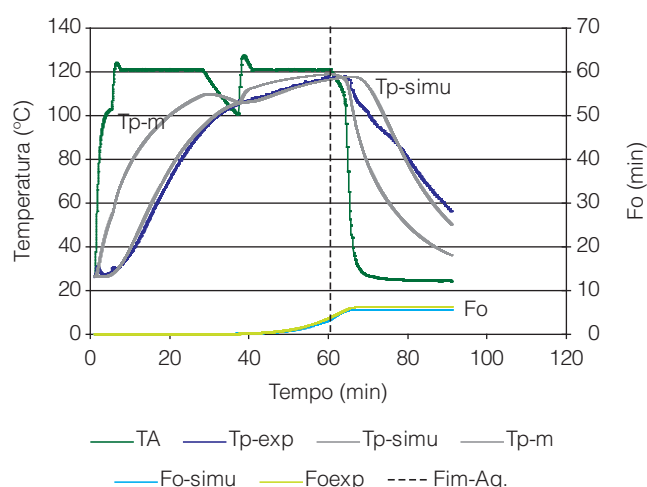


Figura 7. Temperaturas e F_0 simulados e experimentais do ensaio ECP-2.

ECP2, foi alcançada aos 48 e 39,2 min desta etapa, ambas antes do tempo mínimo de esterilização estipulado em cada ensaio, de 50 e 40 min, respectivamente.

Pelas temperaturas verificadas nas Figuras 6 e 7 e pelos parâmetros mostrados na Tabela 4, observa-se que, mesmo com perturbações no fornecimento de vapor ao sistema, o *software* foi capaz de prever as temperaturas na fase de aquecimento, fornecendo valores de F_0 simulados próximos aos valores experimentais.

Constata-se através dos resultados numéricos que os valores de F_0 simulados na fase de aquecimento

também ficaram abaixo do valor experimental. Reafirmamos, entretanto, que estas diferenças entre os valores simulados pelo *software* e experimentais não inviabilizam a utilização deste sistema de controle, pois a subestimativa da letalidade é um fator de segurança de que o produto atingiu realmente a letalidade requerida.

3.5 Análise do fator de cozimento e letalidade do produto

A Tabela 5 concentra os dados do tempo da etapa de esterilização de cada experimento (Δt), das letalidades

Controle em tempo real em um processo de esterilização convencional

BERTO, M. I. e VITALI, A. A.

Tabela 5. Parâmetros de esterilização dos ensaios.

Parâmetro	ESP-1	ESP-2	ECP-1	ECP-2
Δt (min)	50,00	45,00	50,00	40,00
$F_{0,Aq-SP}$ (min)	5,00	3,50	3,50	3,00
$F_{0,Aq-sim}$ (min)	6,24	3,60	4,00	3,19
$F_{0,Aq-exp}$ (min)	6,45	4,00	4,06	3,74
T_{R^*} (°C)	Ponto frio	Média	Média	Média
$F_{0,R-sim}$ (min)	5,44	2,75	2,12	2,34
$F_{0,R-exp}$ (min)	3,10	3,15	2,05	2,52
F_{cz} (min)	194,00	163,40	166,50	167,10

de *set-point* ($F_{0,Aq-SP}$), experimentais e simuladas das fases de aquecimento ($F_{0,Aq-sim}$, $F_{0,Aq-exp}$) e de resfriamento ($F_{0,R-sim}$, $F_{0,R-exp}$) e dos fatores de cozimento simulados (F_{cz}), para possibilitar uma análise comparativa entre os ensaios.

O tempo de esterilização (Δt) apresentado na Tabela 5 é o tempo experimental de cada ensaio que, por sua vez, coincide com o tempo de *set-point* configurado em cada ensaio (Δt_{SP}), mostrando que o sistema de controle satisfaz a condição de apenas iniciar a fase de resfriamento depois de atingida a letalidade ($F_{0,Aq-SP}$) e o tempo de esterilização configurado. Esta requisição de tempo mínimo gerou um valor de letalidade na fase de aquecimento (tanto experimental como simulado) maior que o valor de mínimo estipulado ($F_{0,Aq-exp}$ e $F_{0,Aq-sim}$ (min) $>$ $F_{0,Aq-SP}$). Em todos os ensaios, a letalidade simulada na fase de aquecimento ($F_{0,Aq-sim}$) foi aproximadamente igual ou menor que a letalidade experimental ($F_{0,Aq-exp}$), gerando uma faixa de segurança no sentido de atingir a letalidade do produto mínima ($F_{0,Aq-SP}$). No primeiro ensaio (ESP-1), a utilização da temperatura do ponto frio para o cálculo da letalidade gerou um valor simulado de letalidade ($F_{0,R-sim}$) maior que o valor experimental ($F_{0,R-exp}$), fato não constatado nos ensaios posteriores, nos quais se alterou a temperatura, para o cálculo deste parâmetro, para a temperatura média da embalagem.

Se o produto processado fosse alimentício, os valores simulados do fator de cozimento de cada experimento (F_{cz}) seriam comparados aos valores de referência desejados e subsidiariam na tomada de decisão quanto ao destino do lote, mesmo durante e/ou após o processamento. Apesar deste tipo de ação não se enquadrar neste trabalho em que uma suspensão modelo foi utilizada, podemos constatar a coerência entre os valores calculados. Nos ensaios sem perturbação, o cozimento observado para o ESP-1 ficou maior ao ESP-2, fato justificado pelo maior tempo de tratamento térmico do segundo ensaio (121 °C/50 min contra 121 °C/45 min). Em relação aos ensaios com perturbações, os valores do cozimento foram próximos, sendo que o cozimento do ECP-1 ficou ligeiramente menor, justificado pela presença de duas perturbações no processo que geraram duas quedas

sucessivas na temperatura média do produto simulada, diretamente utilizada para cálculo deste fator.

4 Conclusões

Este trabalho avaliou a implementação do sistema de controle em tempo real em processos de esterilização convencional realizado em autoclave fixa. Através de simulações em tempo real e de rotinas configuradas para tomadas de decisão conforme critérios estabelecidos pelo operador, a letalidade do produto foi garantida em todos os ensaios experimentais realizados, mesmo naqueles em que perturbações no processamento foram impostas através da interrupção temporária de vapor ao sistema. O sistema implantado evita o descarte ou reprocessamento do lote de fabricação, atitudes geralmente tomadas nas condições atuais de operação das indústrias processadoras.

Além de evitar o descarte ou reprocessamento de lotes de fabricação, o sistema vem ao encontro das normas de segurança da saúde pública e proporciona a redução dos custos operacionais da indústria processadora, fator que poderá refletir no custo final de seus produtos. A estimativa do fator de cozimento é um recurso ainda não aplicado industrialmente e subsidia diretamente quanto à tomada de decisão do destino do lote baseado nas condições sensoriais do produto.

O sistema de controle tem viabilidade de ser implantado em escala industrial, já que possibilita interface de comunicação com outros sistemas de aquisição de dados pré-existent, tem uma interface amigável e é um *software* executável, que não necessita da plataforma LabVIEW para funcionar.

Referências

- ATALA, D. I. P.; COSTA, A. C.; MACIEL, R.; MAUGERI, F. Kinetics of ethanol fermentation with high biomass concentration considering the effect of temperature. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, New York, v. 91-93, n. 1-9, p. 353-366, 2001.
- BALL, C. O.; OLSON, F. C. W. **Sterilization in food technology**. 1 ed. New York: Mc Graw-Hill Book Company, 1957. 654p.

Controle em tempo real em um processo de esterilização convencional

BERTO, M. I. e VITALI, A. A.

- BERTO, M. I.; ATALA, D. I. P.; VITALI, A. A. Simulação on-line do perfil de temperatura de produtos durante o processo de esterilização. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA - COBEQ, 16, 2006, Santos. **Proceedings...** Santos, 2006.
- BIRD, R. B.; STEWART, W. E.; LGHTFOOT, E. N. **Fenômenos de Transporte**. 1 ed. México: Reverté S/A, 1995.
- CARDOSO, T.; COSTA, M.; ALMEIDA, H. C.; GUIMARÃES, M. Botulismo Alimentar: Estudo retrospectivo de cinco casos. **Acta Médica Portuguesa**, Lisboa, v. 17, n.1, p. 54-58, 2004.
- FDA Canning Regulations. (Ed). **Canned Foods: Principles of Thermal Process Control Acidification and Container Closure Evaluation**. 7ed. Washington: GMA Science and Education Foundation, 2007. 193 p.
- FELLOWS, P. J. **Tecnologia do Processamento de Alimentos: Princípios e Prática**. 2 ed. [S. I.]: Artmed - Bookman, 2006. 608p.
- FOLMER-JOHNSON, T. N. O. **Elementos de Termologia**. 1 ed. São Paulo: Livraria Nobel S.A., 1965. 298p.
- GIORDANO, J. C.; GALHARDI, M. G. **Análise de perigos e pontos críticos de controle - APPCC**. Campinas: Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos, 2004. 92p.
- GIORDANO, J. C.; SANTANA, C. B. **Boas praticas de fabricação para empresas processadoras de alimentos**. 4 ed. Campinas: Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos, 1995. 25p.
- GONÇALVES, J. R.; GERMER, S. P. M.; LEITÃO, M. F. F.; TEIXEIRA NETO, R. O.; GONÇALVES, J. R.; JARDIM, D. C. P.; VITALI, A. A. **Princípios de Esterilização de Alimentos**: Manual Técnico, 10. Campinas: Instituto de tecnologia de alimentos (ITAL), 1995.
- National Instruments - NI. **The measurement and automation**: National Instruments catalog 2001. U.S.: Corporate Headquarters, 2001.
- NIEKAMP, A.; UNKLESBAY, K.; UNKLESBAY, N.; ELLERSIECK, M. Thermal properties of bentonite-water dispersions used for modeling foods. **Journal of Food Science**, Boston, v. 49, n.1, p.28-31, 1984.
- ORDÓÑEZ, J. A.; RODRIGUES, M. I. C.; ÁLVAREZ, L. F.; SANZ, M. L. G.; MINGUILLÓN, G. D. G. F.; PERALES, L. H.; CORTECERO, M. D. S. **Tecnologia de Alimentos**. [S. I.]: Artmed, 2005. 294 p.
- QUAST, D. G. **Cálculo da intensidade de esterilização e de cozimento de alimento**. Campinas: Instituto de Tecnologia de Alimentos - ITAL, 1976. 59p.
- RODRIGUES, A. D.; SCHMIDT, F. L.; VITALI, A. A.; TEIXEIRA NETO, R. O.; TEIXEIRA, A. A.; GERMER, S. P. M.; SADAHIRA, M. S. Comparação entre técnicas numéricas para a resolução do problema de transferência de calor em alimentos enlatados. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.18, n. 2, p. 230-236, 1998.
- STUMBO, C. F. **Thermo bacteriology in food processing**. 2 ed. New York: Academic Press, 1973.
- TOLEDO, R. T. **Fundamentals of food process engineering**. 2 ed. New York: Van Nostrand Reinhold, 1991. 602 p.
- VAN LOEY, A. V.; FRANSIS, A.; HENDRICKX, M.; MAESNAS, G.; NORONHA, J.; TOBBACK, P. Optimizing thermal process for canned white beans in water cascading retorts. **Journal of Food Science**, Boston, v. 59, n. 4, p. 828-832, 1994.