



# OPERAÇÕES UNITÁRIAS II

## AULA 10: ESTERILIZAÇÃO

Profa. Dra. Milena Martelli Tosi

# Tratamento Térmico por Esterilização

Métodos de Cálculo para avaliação do TT

```
graph TD; A[Métodos de Cálculo para avaliação do TT] --> B[TT por esterilização em batelada : líquidos e gases]; B --> C[TT por esterilização em batelada : sólidos]; C --> D[Exemplo por esterilização contínua];
```

TT por esterilização em batelada : líquidos e gases

TT por esterilização em batelada : sólidos

Exemplo por esterilização contínua

# TRATAMENTO TÉRMICO

- **Abordagem até aqui:** temperatura constante e uniforme de processamento

Produto aquecido instantaneamente → não ocorre em condições reais

No entanto, esses processos idealizados são importantes para o entendimento de como os dados cinéticos podem ser empregados diretamente para determinar o tempo de processo a qq temperatura

- **Processos de esterilização comercial:**

- Alimentos envasados usando autoclaves

Batelada → histórico de temperatura dos alimentos dentro do recipiente

- Alimentos líquidos usando trocadores de calor

Contínuo → alta T, curto t (HTST: aquecimento e resfriamento em TC) ou ultra-alta T (UHT: injeção direta de vapor, resfriamento em câmaras de resfriamento, acompanhado do enchimento asséptico)



# MÉTODOS DE CÁLCULO PARA AVALIAÇÃO DO TT

- **Base de conhecimento:** resistência térmica dos microrganismos e transferência de calor de um produto específico

**Modelos matemáticos** exercem um papel importante sobre a otimização dos processos de esterilização enquanto asseguram a qualidade do produto

- Microrganismo ou enzima-alvo:
  - Valor de esterilização está diretamente ligado ao **histórico tempo-Temperatura** dos produtos e parâmetros da cinética microbiana (D e z)
  - É comum expressar o valor de esterilização, como o tempo de processo na T de referência ( $F_0$ )



# MÉTODOS DE CÁLCULO PARA AVALIAÇÃO DO TT

## ○ Relembrando da aula passada...

$$\log\left(\frac{D}{D_{ref}}\right) = \frac{(T - T_{ref})}{z}$$

$$F_0 = SV \cdot D_{121^\circ C}$$

$$\frac{F}{F_0} = 10^{\frac{(121,1^\circ C - T)}{z}}$$

**D**: tempo de redução decimal (reduzir a população viável de um fato de 10)

**z**: variação de temperatura para reduzir D de um fator de 10

**F<sub>0</sub>**: tempo do processo na condição ideal

**SV**: valor de esterilização



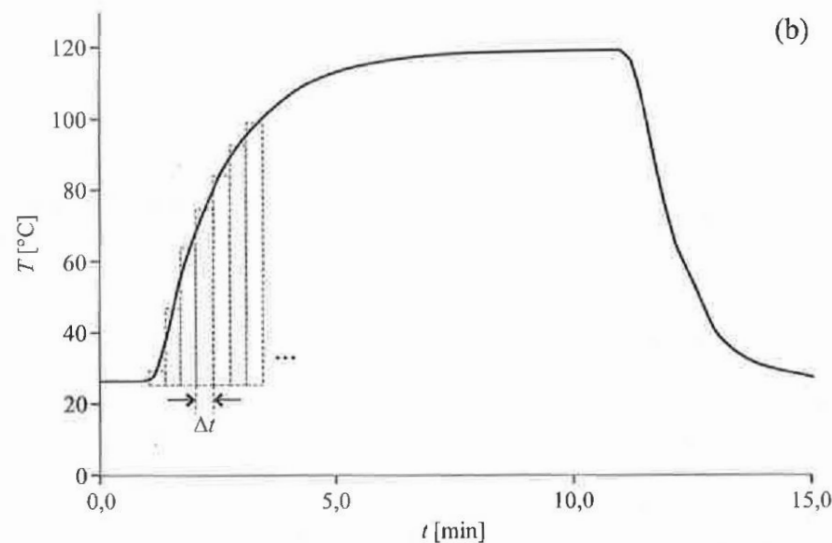
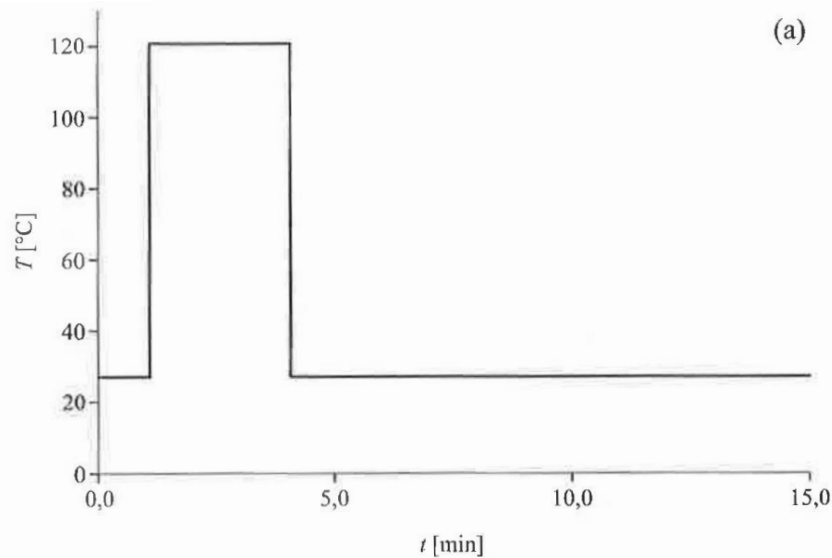


Figura 13.11 Representação gráfica do histórico de tempo-temperatura para: (a) condição ideal e (b) ponto lento de um alimento em uma condição real de processamento.

$$F_0 = SV.D_{121^\circ C}$$

Valor de  $F_0$  calculado representa o tempo necessário na condição ideal

- Histórico do tempo-Temperatura no ponto lento de um alimento em condição real

- Para cada mo, é possível determinar o valor de  $F_0$  equivalente

$$\frac{F}{F_0} = 10^{\frac{(121,1^\circ C - T)}{z}}$$



# MÉTODOS DE CÁLCULO PARA AVALIAÇÃO DO TT

- Tornando a equação anterior infinitesimal

$$\frac{F}{F_0} = 10^{\frac{(121,1^\circ C - T)}{z}}$$

$$F_0 = 10^{\frac{(T - 121,1^\circ C)}{z}} \Delta t \quad \text{Com } \Delta t \rightarrow dt$$

$$F_0 = \int_0^t 10^{\frac{(T - 121,1^\circ C)}{z}} dt \quad \text{ou}$$

$$F_{ref} = \int_0^t 10^{\frac{(T - T_{ref})}{z}} dt$$

L (função letalidade)

A área sob a curva da letalidade em função do tempo é igual ao tempo de processo na temperatura de referência que resulta no mesmo valor de esterilização

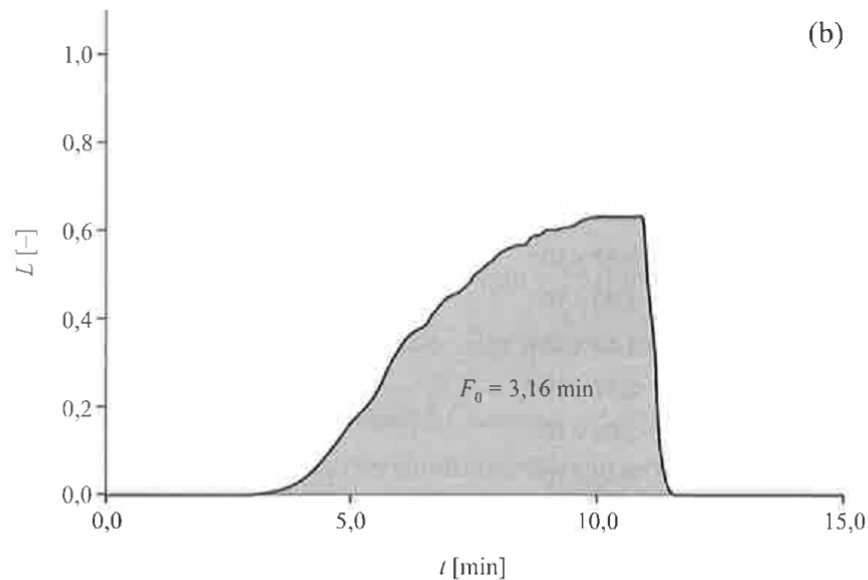
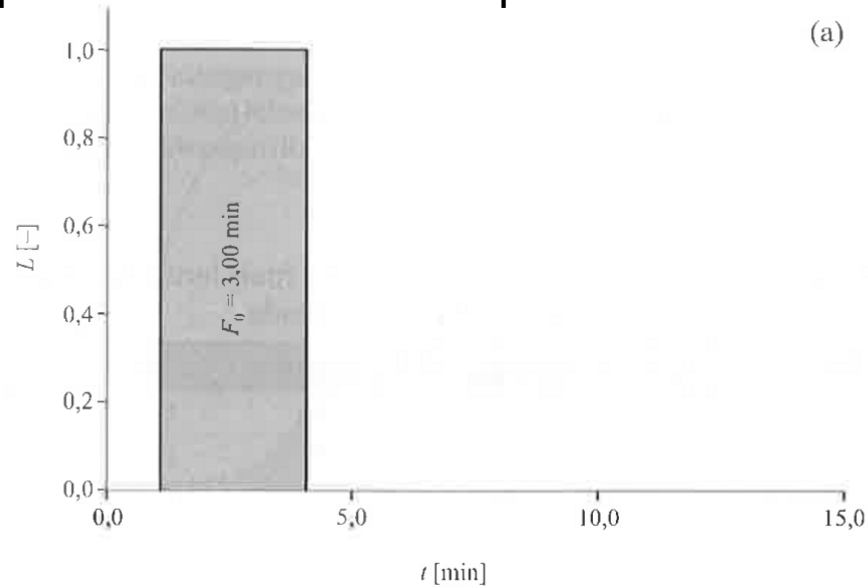


Figura 13.12 Curvas de letalidade referentes aos históricos de tempo-temperatura da Figura 13.11 usando  $z = 10,0 \text{ }^\circ\text{C}$ . A área em destaque sob a curva da letalidade representa o  $F_0$  do processo.



## EXERCÍCIO 1 – AULA 10

Dados da Temperatura de um produto enlatado foram mensurados e registrados no ponto mais lento e estão indicados na Tabela a seguir. A Temperatura da autoclave é de  $120^{\circ}\text{C}$  e o resfriamento foi feito com água a  $21^{\circ}\text{C}$ . Verifique, usando o método geral, se esse processo foi adequado para atender o valor de esterilização de 12D para o *Bacillus stearothermophilus*, cujos parâmetros são  $D_0 = 2,5$  min e  $z = 9,5^{\circ}\text{C}$  no alimento enlatado.



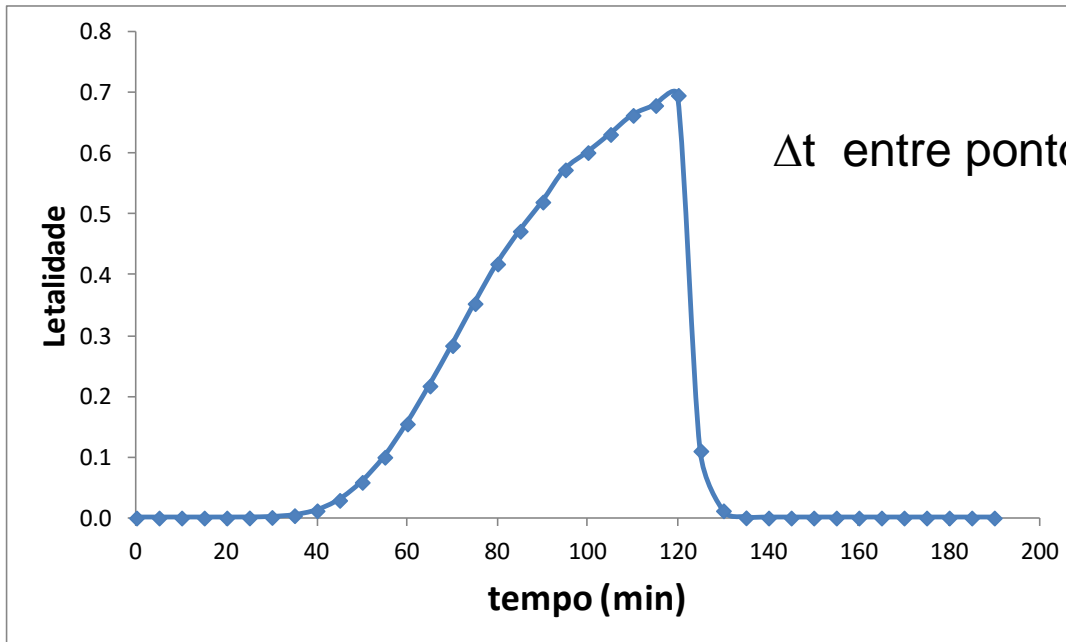
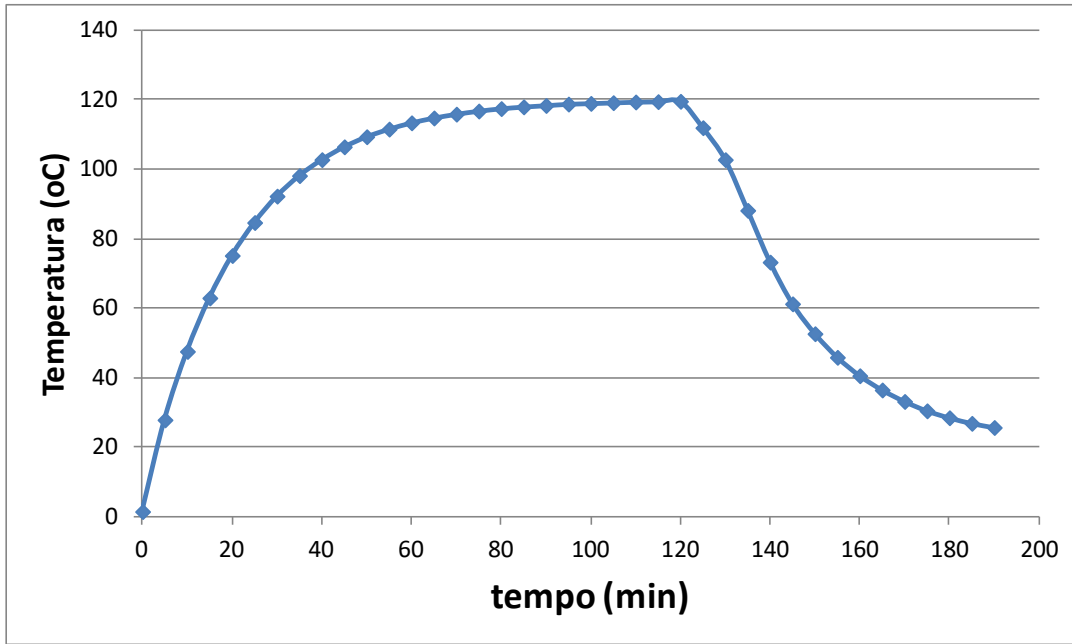
# EXERCÍCIO 1 – AULA 10 - TABELA

t (min)	T (°C)	L (Adimensional)	t (min)	T (°C)	L (Adimensional)
0	1,5		100	119,0	
5	27,9		105	119,2	
10	47,6		110	119,4	
15	63,0		115	119,5	
20	75,2		120	119,6	
25	84,7		125	112,0	
30	92,3		130	102,8	
35	98,2		135	88,2	
40	102,8		140	73,3	
45	106,5		145	61,3	
50	109,4		150	52,7	
55	111,6		155	45,9	
60	113,4		160	40,6	
65	114,8		165	36,5	
70	115,9		170	33,2	
75	116,8		175	30,5	
80	117,5		180	28,5	
85	118,0		185	26,9	
90	118,4		190	25,7	
95	118,8				

# EXERCÍCIO 1 – AULA 10

- Calcular a letalidade em relação a Temperatura para cada ponto;
- Construir gráfico de  $T$  vs.  $t$  e de  $L$  vs.  $t$ ;
- Integração para calcular  $F_0$  e comparar o requerido com o do processo.



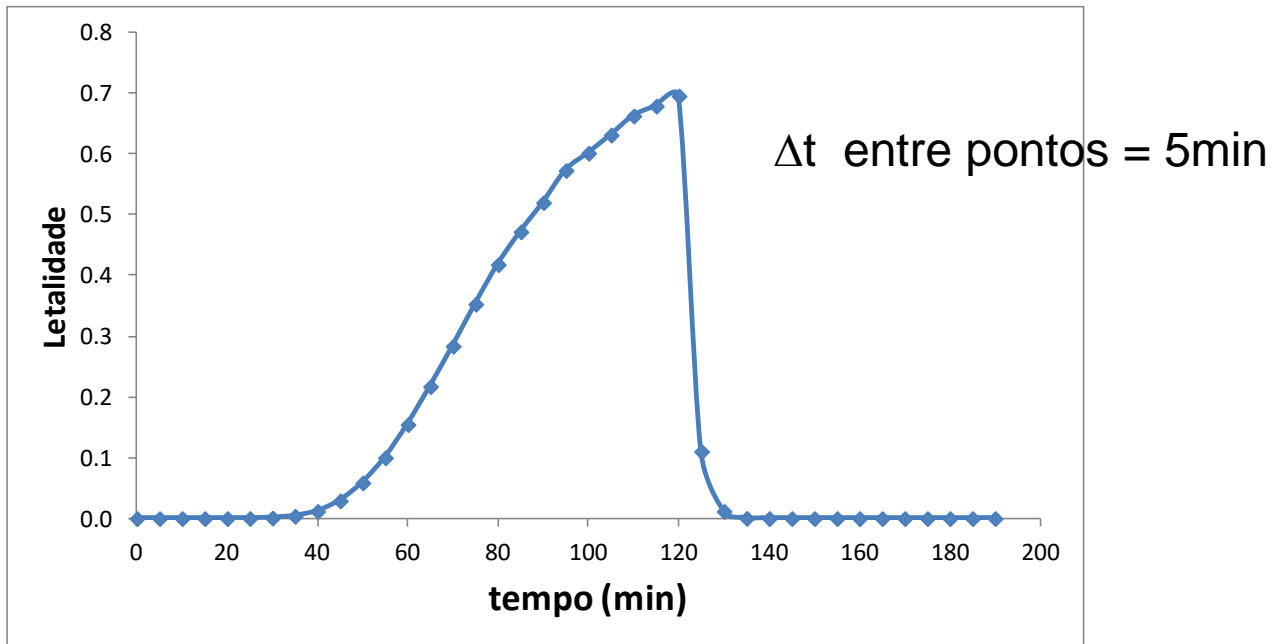


$\Delta t$  entre pontos = 5min



## Aplicar regra de Simpson

$$\int_{t_0}^{t_n} L dt \approx \frac{\Delta t}{3} [L_0 + 4L_1 + 2L_2 + 4L_3 + 2L_4 + \dots + 2L_{n-2} + 4L_{n-1} + L_n]$$



# Tratamento Térmico por Esterilização

Métodos de Cálculo para avaliação do TT

TT por esterilização em batelada : líquidos e gases

TT por esterilização em batelada : sólidos

Exemplo por esterilização contínua



# BATELADA: FORMAS DE TC

## ○ Alimentos enlatados

Transporte de energia térmica:

**-Líquidos de gases:** convecção (condução + advecção) natural ou forçada (distribuição de T razoável/e uniforme)

**-Alimentos sólidos ou de alta viscosidade:** mesmo quando agitados, calor transferido predominantemente por condução

- Alimentos que contêm amido: gelatinização 60 -70°C → mecanismos citados de condução e convecção

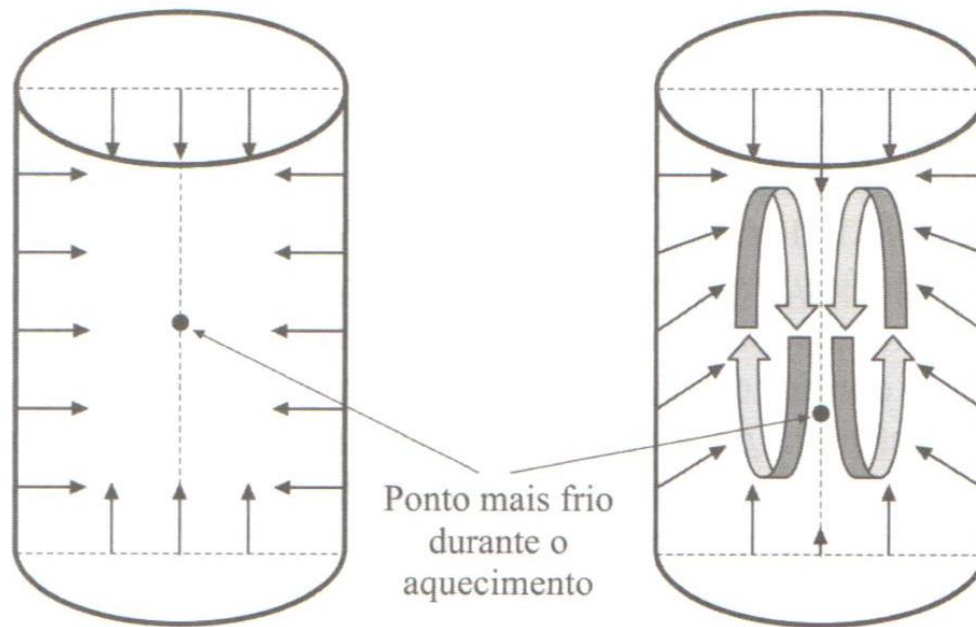
**Alimentos:** baixa difusividade térmica → aquecimento é lento

**Cálculos de processo térmico** se baseiam na história de temperatura do centro geométrico da lata

# BATELADA: FORMAS DE TC

- Alimentos enlatados

Transporte de energia térmica:



Alimento sólido: transferência de calor por condução      Alimento líquido: transferência de calor por convecção natural

**Figura 13.6** Ilustração esquemática da indicação do ponto mais lento de produtos em latas para os mecanismos de transferência de calor por condução e por convecção natural.



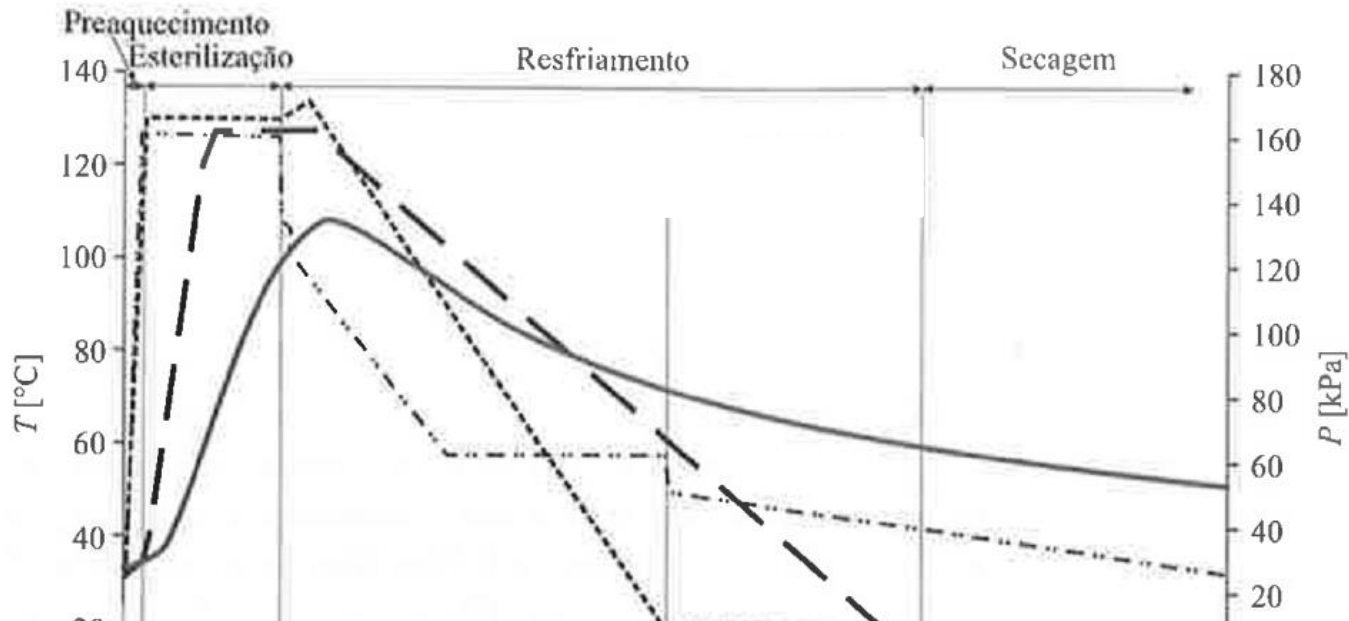
# BATELADA: CURVAS DE PENETRAÇÃO DE CALOR

- **Objetivo principal:** obter com precisão o registro da T do produto na lata no seu ponto de aquecimento mais lento
  - Uso de termopares de cobre inserido em uma ou mais latas-teste;
- **Histórico tempo-Temperatura dependerá:**
  - Do sistema do processo (autoclaves estacionárias, com agitação);
  - Do meio aquecedor (vapor, imersão em água, spray de água ou mistura ar/vapor);
  - Das características do produto: sólido, líquido, propriedades termofísicas;
  - Da temperatura inicial;
  - Do tipo, forma e tamanho da embalagem.



# BATELADA: CURVAS DE PENETRAÇÃO DE CALOR

## ○ Perfis de T e P



- **resfriamento do processo:** entrada de vapor é fechada, água fria é introduzida sob pressão de ar (a fim de evitar uma súbita queda de pressão no autoclave ocasionada pela rápida condensação do vapor)
- **“tempo de processo”** se inicia e a T da autoclave é mantida constante sobre o tempo requerido para aquele processo.

# BATELADA: CURVAS DE PENETRAÇÃO DE CALOR

## ○ Considerando o Alimento como um corpo de T uniforme (ex. líquidos sob agitação forçada)

- Realizar balanço de energia térmica para encontrar  $\Delta T$

[variação da quantidade de energia térmica] = [taxa de entrada de calor]

Carga térmica

Lei de resfriamento de Newton

$$\left[ \frac{(T_{\infty} - T)}{(T_{\infty} - T_i)} \right] = \exp \left[ - \left( \frac{h \cdot A_s}{\rho \cdot V \cdot C_p} \right) t \right]$$

$T_{\infty}$ : Temperatura da autoclave;

$T$ : Temperatura do alimento;

$T_i$ : Temperatura do alimento em  $t=0$ .

$A_s$ : Área superficial de contato do sólido

$V$  e  $\rho$ : volume e densidade do alimento, r

$t$ : tempo.

**A temperatura média do produto é função exponencial do tempo.**

**Gráfico semilogarítmico do potencial térmico para a troca de calor em função do tempo, produzirá uma reta, que é relacionada com as propriedades termofísicas do alimento.**

# BATELADA: CURVAS DE PENETRAÇÃO DE CALOR

## ○ Métodos matemáticos de cálculos de processo térmico: **Método de Ball (1923)**

- Curva de penetração na etapa de aquecimento é aproximada pela seguinte equação

$$\log \left[ \frac{(T_{\infty} - T)}{j_h \cdot (T_{\infty} - T_i)} \right] = - \frac{(t - t_c)}{f_h} \quad (7)$$

Válido para  $t_c < t < t_r$

Cujos parâmetros ajustáveis são:

$F_h$ : tempo requerido no trecho linear para completar o ciclo logaritmico

$j_h$ : fator lag de aquecimento (adimensional);

$t_c$ : tempo inicial corrigido (min) – ajuste desde  $t = 0$  até temperatura da autoclave chegar ao valor desejado

$t_r$ : tempo ou instante em que se inicia a etapa de resfriamento

$$j_h = \left[ \frac{(T_{\infty} - T_{pi})}{(T_{\infty} - T_i)} \right]$$

$T_{pi}$ : Temperatura pseudoinicial, encontrada a partir do prolongamento da curva de penetração de calor até  $t = t_c$

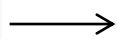


# BATELADA: CURVAS DE PENETRAÇÃO DE CALOR

## ○ Tempo inicial corrigido

Ajuste necessário em razão do tempo decorrido desde o início do processo ( $t = 0$ ) até a autoclave atingir a temperatura desejada.

*Come-up time*



Apenas 42 % desse tempo podem ser considerados como o tempo efetivo do processo. Então 58 % do tempo remanescente é removido pelo deslocamento do tempo a 58% do *come-up time*.

**Exemplo:** A autoclave leva 12 min para atingir a temperatura desejada!

$$t_c = 0.58 \times 12 \text{ min} = 7,0 \text{ min}$$



## EXERCÍCIO 2 – AULA 10

Dados da Temperatura no ponto mais lento de um alimento enlatado, processado em uma autoclave que demorou 12 min para atingir a temperatura de processo de 120°C, são mostrados na Tabela 1. Fazer a curva de penetração de calor e determinar os respectivos parâmetros ( $f_h$ ,  $j_h$ ,  $T_{pi}$ ).

Utilizar a equação do método de Ball para prever o tempo de aquecimento para o centro da lata atingir a temperatura de 110°C, partindo de uma temperatura inicial de 20°C.

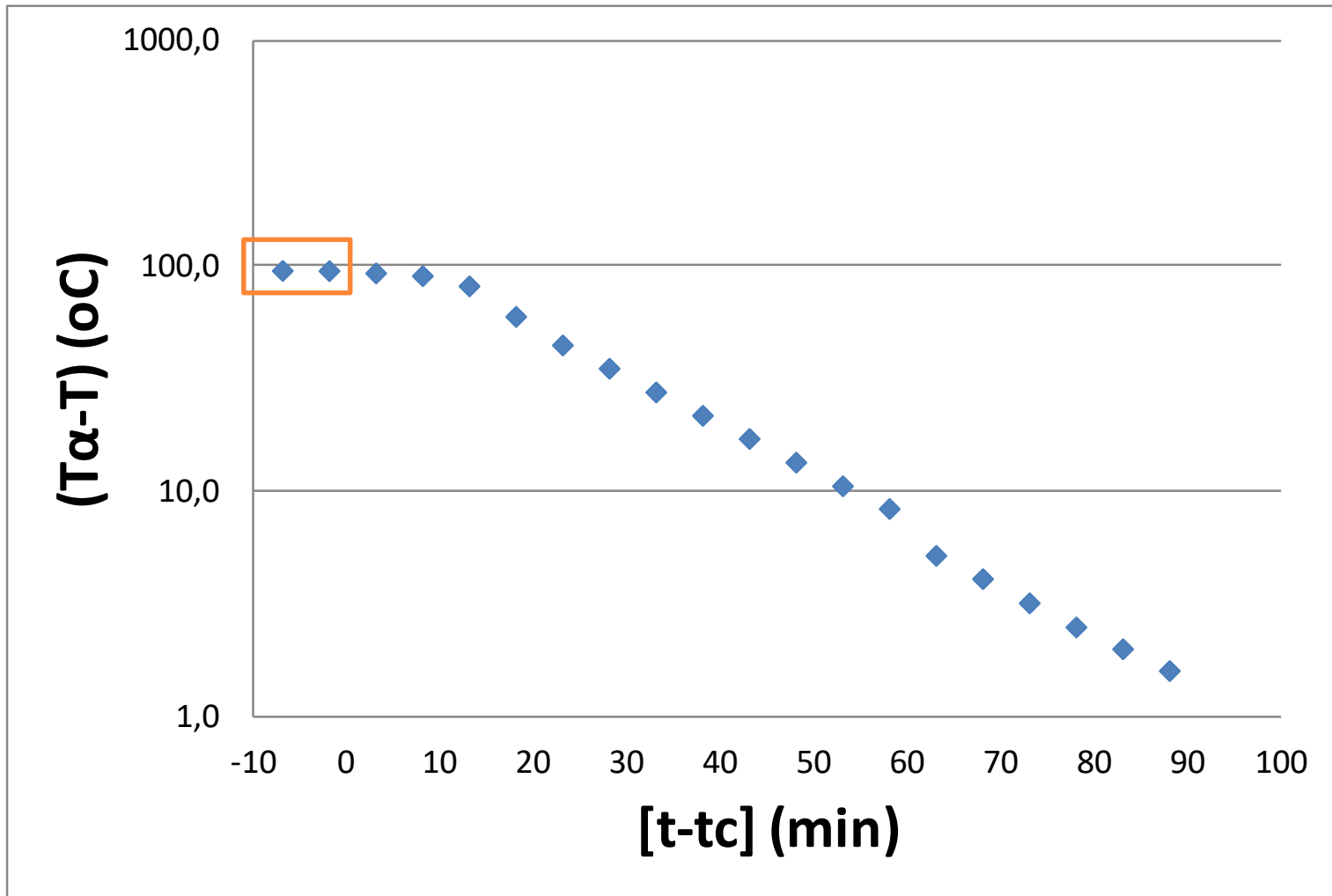


## EXERCÍCIO 2 – AULA 8

Tabela 1. Dados de T medida no ponto mais lento da lata ao longo do tempo

t (min)	T (°C)	t (min)	T (°C)
0	24,0	50	102,8
5	24,2	55	106,5
10	26,4	60	109,4
15	29,0	65	111,6
20	38,0	70	114,8
25	60,0	75	115,9
30	75,2	80	116,8
35	84,7	85	117,5
40	92,3	90	118,0
45	98,2	95	118,4







$(T_{\infty}-T_i)=96^{\circ}\text{C}$

$(T_{\infty}-T_{pi})=159,8^{\circ}\text{C}$

$59,7600e^{-0,0528x}$   
 $R^2 = 0,9977$

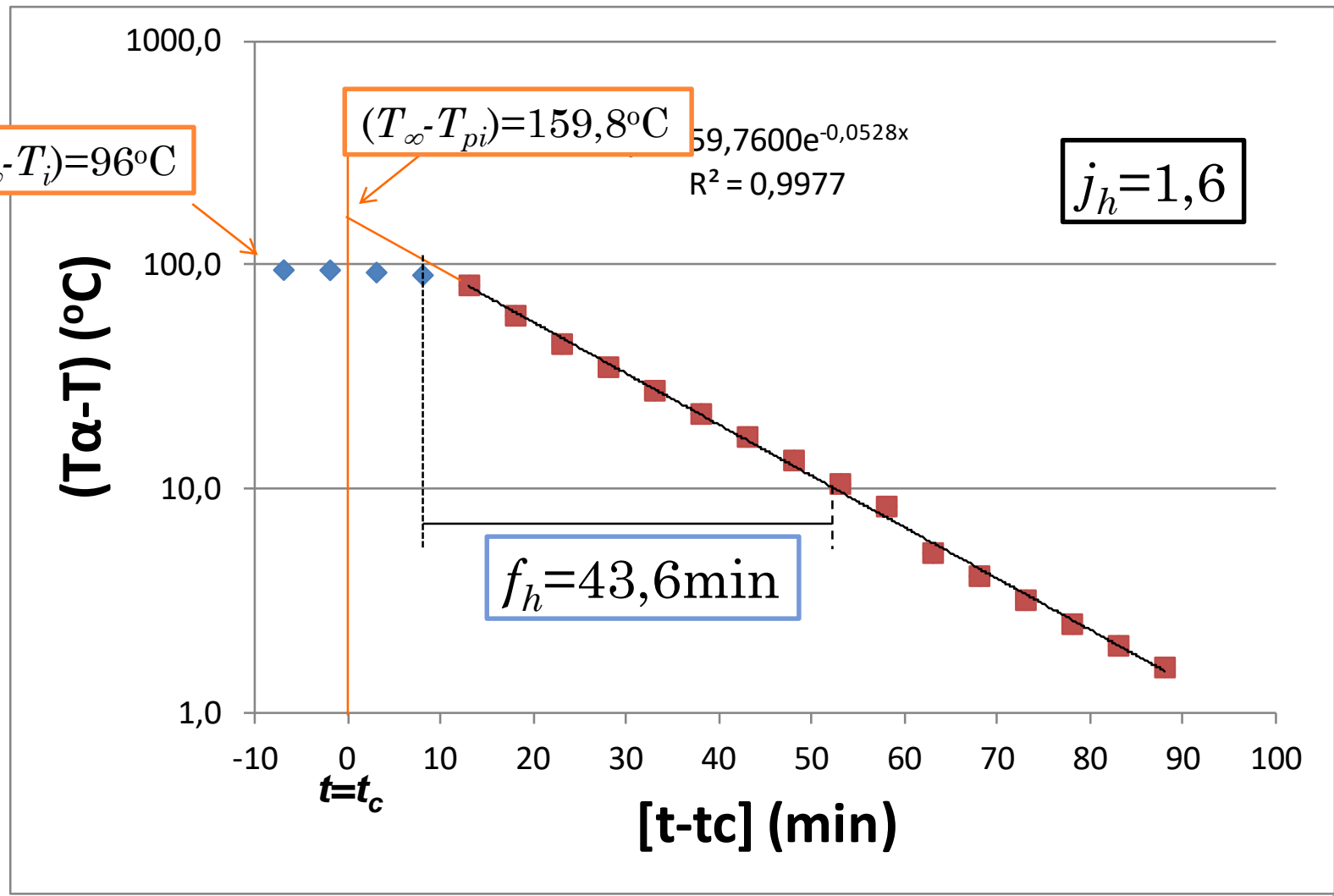
$j_h=1,6$

$(T_{\alpha}-T)$  ( $^{\circ}\text{C}$ )

$f_h=43,6\text{min}$

$t=t_c$

$[t-t_c]$  (min)



# Tratamento Térmico por Esterilização

Métodos de Cálculo para avaliação do TT

TT por esterilização em batelada : líquidos e gases

TT por esterilização em batelada : sólidos

Exemplo por esterilização contínua



# BATELADA: CURVAS DE PENETRAÇÃO DE CALOR

E para produtos sólidos ou de alta viscosidade???

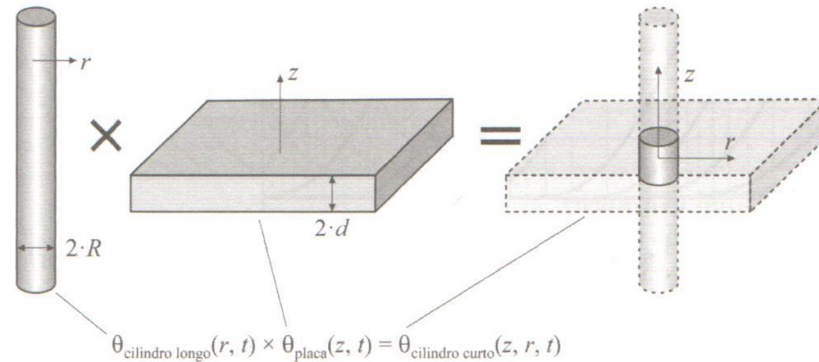
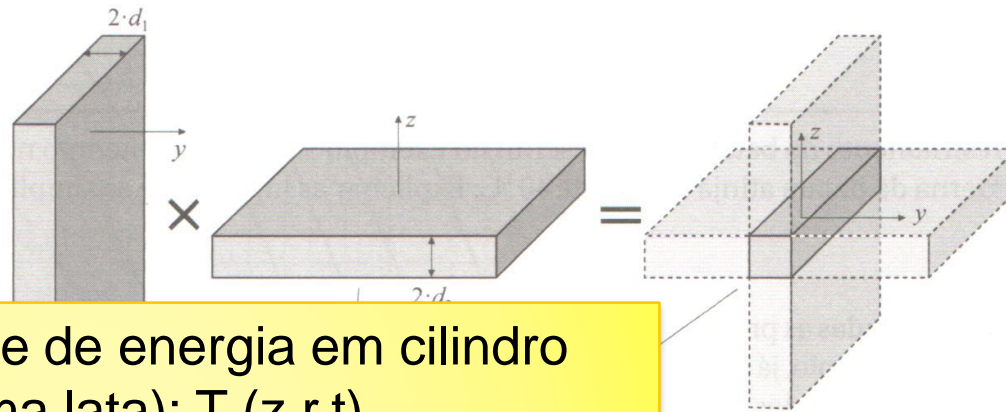


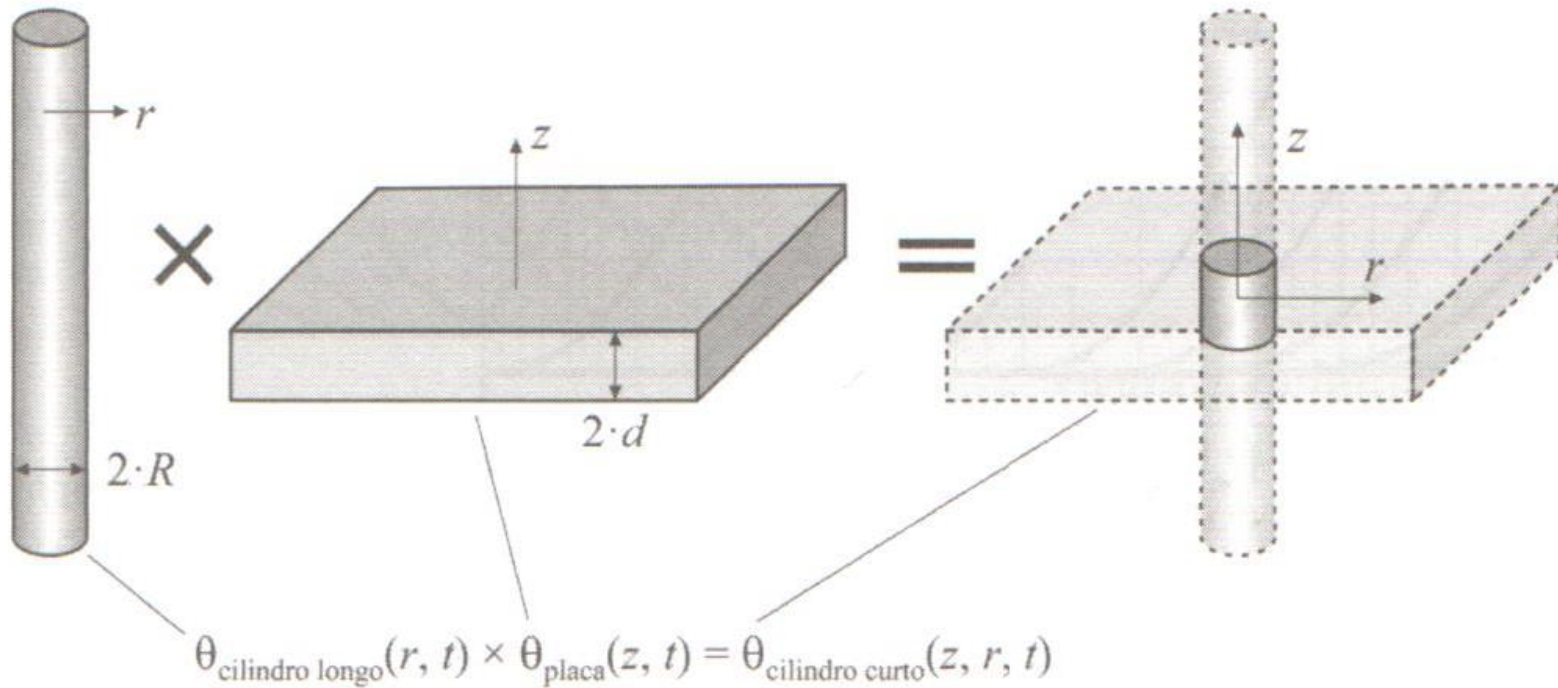
Figura 9.20 Condução bidimensional transiente em cilindro curto obtida como produto de duas soluções unidimensionais.



Condução transiente de energia em cilindro puro (formato de uma lata):  $T(z, r, t)$   
**Solução:** decompor em dois problemas mais simples: condução transiente em uma placa plana e cilindro longo

como produto de duas soluções unidimensionais.

# PARA PRODUTOS SÓLIDOS ENLATADOS



$$\theta = \frac{T - T_{\infty}}{T_i - T_{\infty}} \quad N_{Bi} = \frac{h \cdot d}{k} \quad N_{Fo} = \frac{\alpha \cdot t}{d^2} \quad \alpha = \frac{k}{\rho \cdot C_p}$$

$\theta$ : Temperatura adimensional no plano central da placa ou do cilindro

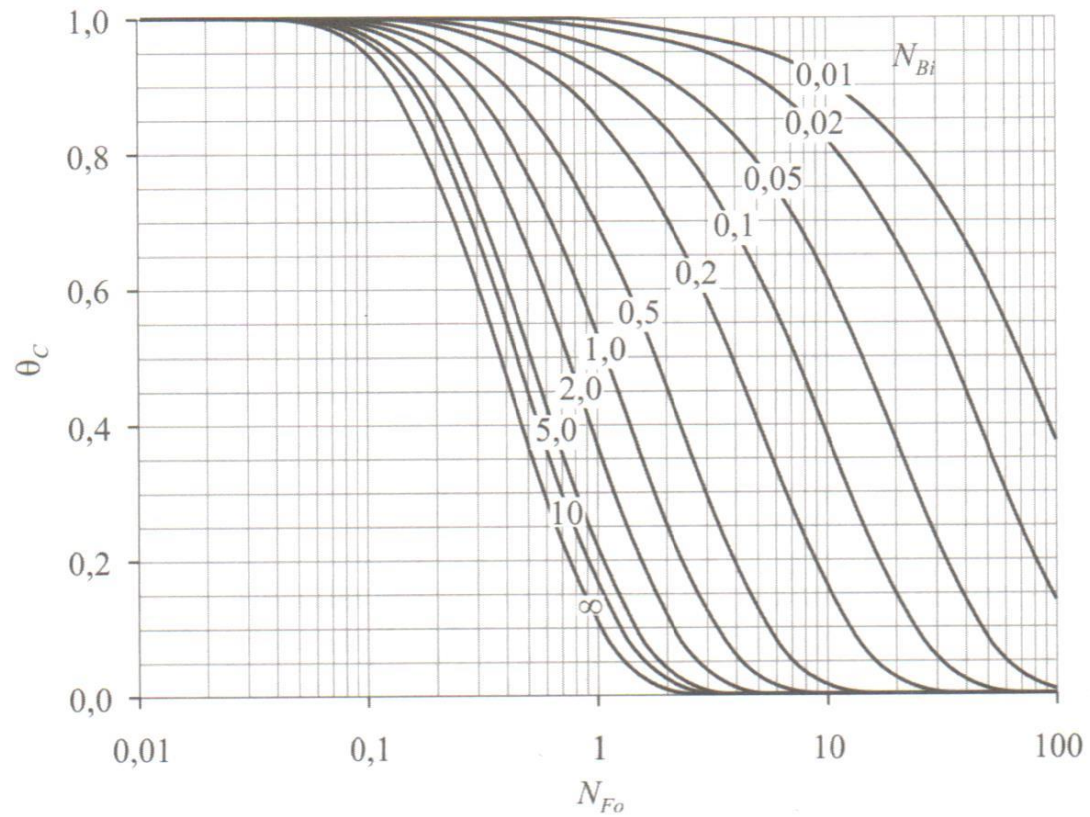
$N_{Bi}$ : Número de Biot (adimensional)

$N_{Fo}$ : Número de Fourier (adimensional):

$\alpha$ : difusividade térmica

$d$ : dimensão característica do sólido (caso placa: é a metade da espessura, no caso do cilindro, é o raio).





**Figura 9.14** Temperatura adimensional no plano médio ( $\theta_c$ ) de uma placa plana em função do tempo adimensional ( $N_{Fo}$ ).



## EXERCÍCIO 3 – AULA 10

Um alimento cárneo enlatado será processado termicamente usando vapor saturado a 110°C. O diâmetro da lata é de 8 cm e sua altura é de 12 cm. A temperatura inicial é de 30°C. O produto é pastoso e pode-se considerar que o transporte de energia se dará apenas por condução no interior da lata. O coeficiente de troca térmica por convecção estimado para o vapor sobre a lata é  $h=5000 \text{ W}/(\text{m}^2.\text{K})$  e as propriedades termofísicas médias do alimento são:

$$\rho = 1100 \text{ kg}/\text{m}^3$$

$$C_p = 3400 \text{ J}/(\text{kg}.\text{K})$$

$$k = 1,2 \text{ W}/(\text{m}.\text{K})$$

### **Determine:**

- (i) A temperatura no centro da lata após 30 min de aquecimento.
- (ii) Supondo uma temperatura uniforme de 100°C no início do resfriamento, determine a temperatura no centro da lata após 30 min de resfriamento usando água a 20°C com um coeficiente de troca térmica por convecção de  $h = 100 \text{ W}/(\text{m}^2.\text{K})$ .

## Aquecimento: 30 min

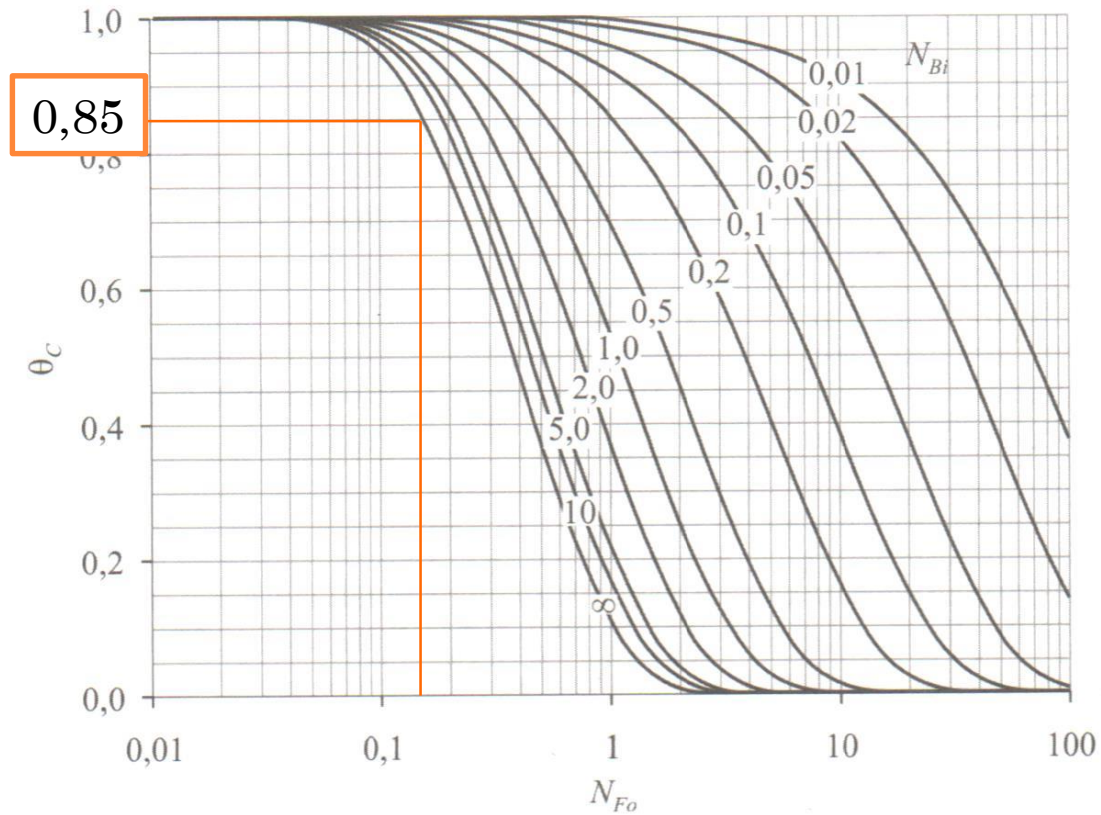


Figura 9.14 Temperatura adimensional no plano médio ( $\theta_c$ ) de uma placa plana em função do tempo adimensional ( $N_{Fo}$ ).





# Aquecimento: 30 min

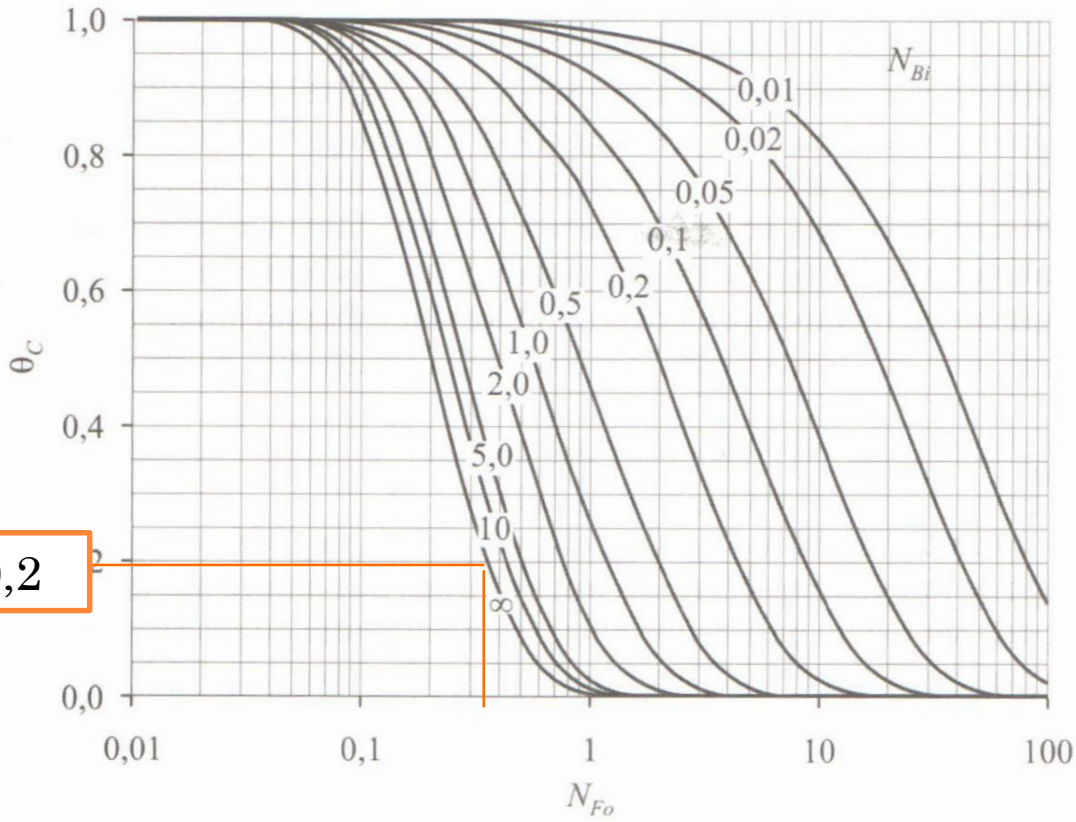
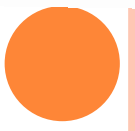


Figura 9.16 Temperatura adimensional no eixo central de um cilindro longo em função do tempo adimensional ( $N_{Fo}$ ).





## Resfriamento: 30 min

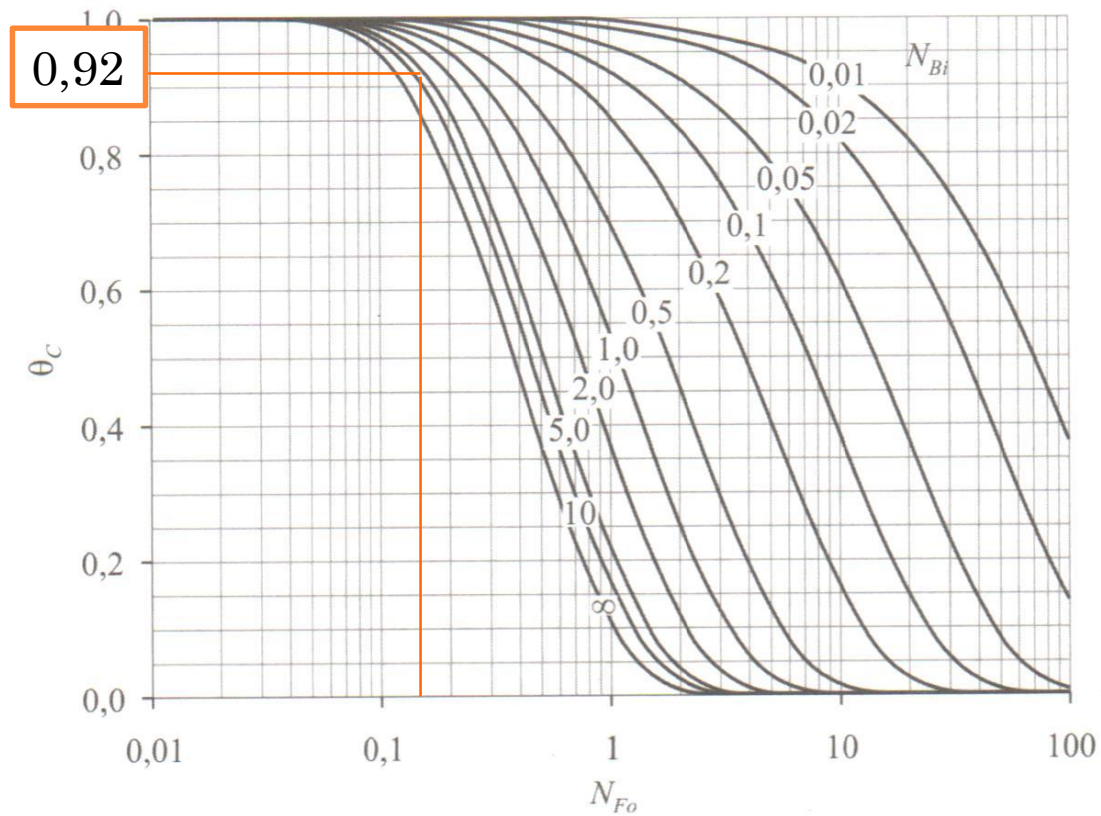


Figura 9.14 Temperatura adimensional no plano médio ( $\theta_c$ ) de uma placa plana em função do tempo adimensional ( $N_{Fo}$ ).



# Resfriamento: 30 min

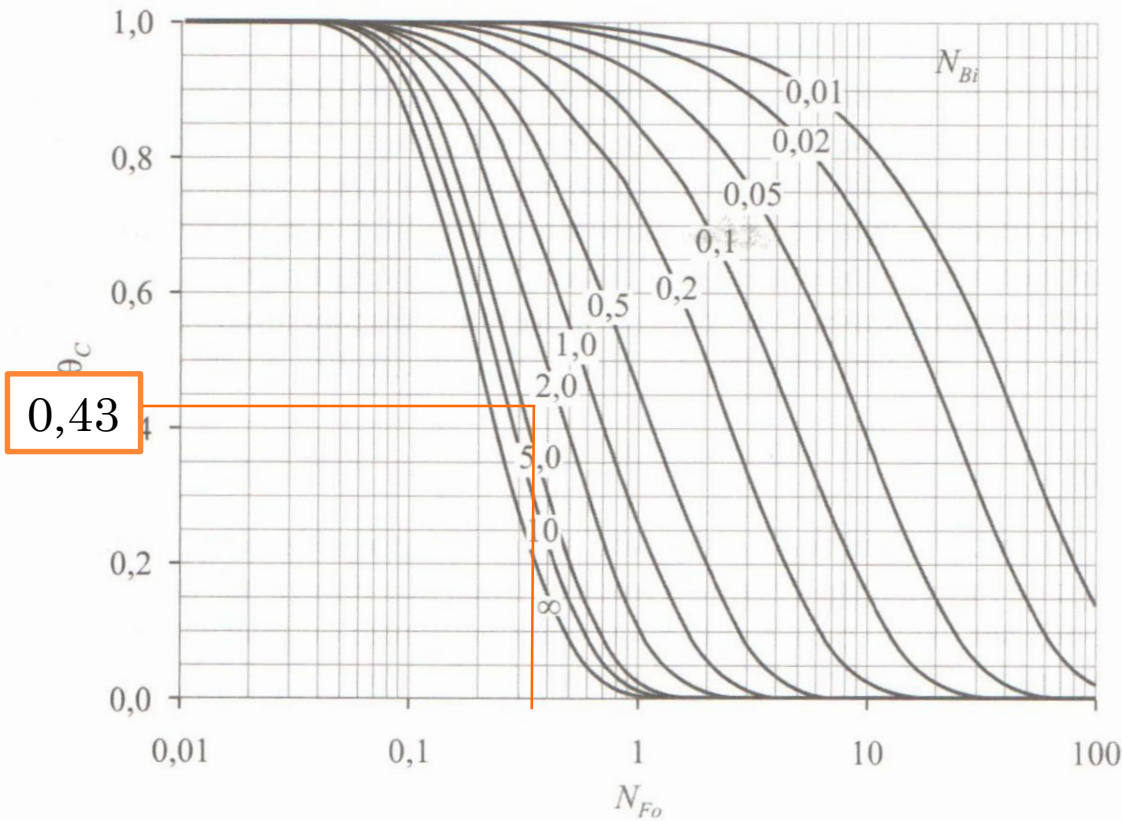


Figura 9.16 Temperatura adimensional no eixo central de um cilindro longo em função do tempo adimensional ( $N_{Fo}$ ).



# Tratamento Térmico por Esterilização

Métodos de Cálculo para avaliação do TT

TT por esterilização em batelada : líquidos e gases

TT por esterilização em batelada : sólidos

Exemplo por esterilização contínua



## EXERCÍCIO 4 – AULA 10

Uma mistura para sorvete deve ser submetida ao processo de esterilização contínua seguido de enchimento asséptico. O fluido apresenta comportamento reológico que segue a Lei da Potência cujo índice de fluxo na T do processo é 0,80 (n). O tubo de retenção, de diâmetro interno de 2,54 cm, deve ter um comprimento suficiente para garantir um valor de esterilização de 5D para o microrganismo *Bacillus stearothermophilus*. Está prevista uma vazão volumétrica de 1,15 m<sup>3</sup>/h com **escoamento laminar** no tubo e a temperatura de saída no tubo de 141°C. Calcular o comprimento do tubo com base na velocidade máxima, sendo:

Regime Laminar  $v_{\max} = \left( \frac{3n+1}{n+1} \right) \bar{v}$  → Fluido não-Newtoniano

$v_{\max} = 2\bar{v}$  → Fluido Newtoniano

Regime Turbulento  $v_{\max} = \frac{\bar{v}}{0,0336 \log(\text{Re}) + D \cdot 0,662}$



**Tabela 13.1** Dados cinéticos de destruição térmica de esporos microbianos

MICROORGANISMO	INTERVALO DE TEMPERATURA [°C]	pH	$T_{ref}$ [°C]	$D_{ref}$ [s]	$z$ [°C]
<b><i>Bacillus stearothermophilus</i></b>					
TH 24, meio aquoso	120-160	—	120	1000	7,3
TH 24, leite	120-160	—	160	0,32	11,2
ATCC 7953, água	121	—	121	33,6	8,0
ATCC, tampão fosfato	111-125	7	121	126	8,5
NCA 1518, leite desnatado	128-140	—	128	134	7,8
NCIB 8710, tampão fosfato	100-140	7	121	210	12,1
FS 128, tampão	110-135	7	110	10 <sup>4</sup>	7,7
FD 7954, água	105-120	—	121	138,2	10,43
<b><i>Clostridium botulinum</i></b>					
Tipo C, meio aquoso	93-104	—	104	60	5,6
Tipo A, meio aquoso	115,6-121	—	121	1,2	10
213, tampão fosfato	120-140	7	120	8,75	10
213B, cenouras	104-116	—	107	143,9	11,3
213B, milho	104-116	—	110	92,1	11,1
A35B, tampão fosfato	105-115,5	6,8	121	19,2	10,8
<b><i>Anaeróbio putrefativo</i></b>					
PA 3679, água destilada	115,5-143,3	—	115,5	39	10,4
PA 3679, meio aquoso	110-132,2	—	121	48	9,8