



INSTITUTO POLITÉCNICO
DE VIANA DO CASTELO

Processo de moldagem de chocolate com alto teor de gordura - Controlo de parâmetros críticos nas etapas de higienização de equipamento protótipo

Ana de Magalhães Brandão

Escola Superior de Tecnologia e Gestão



INSTITUTO POLITÉCNICO
DE VIANA DO CASTELO

Ana de Magalhães Brandão

Processo de moldagem de chocolate com alto teor de gordura
- Controlo de parâmetros críticos nas etapas de higienização
de equipamento protótipo

Nome do Curso de Mestrado
Gestão da Qualidade e Segurança Alimentar

Trabalho efetuado sob a orientação da
Professora Doutora Carla Barbosa

Viana do Castelo, maio de 2017



INSTITUTO POLITÉCNICO
DE VIANA DO CASTELO

Ana de Magalhães Brandão

Processo de moldagem de chocolate com alto teor de gordura
- Controlo de parâmetros críticos nas etapas de higienização
de equipamento protótipo

Júri Nomeado:

Viana do Castelo, maio de 2017

Agradecimentos

Nesta secção gostaria de deixar o meu sincero agradecimento a todos que de alguma forma contribuíram para a realização e sucesso deste trabalho, destacando aqui algumas pessoas que tiveram especial impacto na realização deste projeto.

Ao centro de I&T da Frulact, nomeadamente à Eng.^a Cândida Miranda por me conceder a oportunidade de desenvolver o meu estágio curricular num ambiente industrial e empresarial e a toda a sua equipa, por toda a ajuda prestada e partilha de conhecimentos.

Ao meu orientador na Frulact, Eng.^o Vítor Alves por toda a ajuda, paciência, partilha de conhecimentos, confiança demonstrada no meu trabalho e acompanhamento durante o desenvolvimento do meu projeto.

À minha orientadora do Instituto Politécnico de Viana do Castelo – Escola Superior de Tecnologia e Gestão, Professora Doutora Carla Barbosa pela orientação, partilha de conhecimentos e disponibilidade demonstrada.

A todos os meus colegas e amigos de estágio pela entreaajuda, companheirismo, paciência e ajuda prestada nos momentos mais difíceis.

Aos meus pais pela compreensão e apoio incondicional.

Resumo

As indústrias alimentares têm vindo a aumentar o seu leque de produtos, na tentativa de suprir um mercado cada vez mais crescente e exigente.

O trabalho desenvolvido nesta tese integra-se num projeto designado CHOCOBITS, cujo objetivo principal visa a investigação e o desenvolvimento de um novo processo à escala piloto, semi-industrial, capaz de produzir e incorporar pepitas de chocolate tipo “stracciatella” em matrizes alimentares hidrofílicas (preparados de fruta e matrizes láteas).

O projeto CHOCOBITS, foi realizado em duas fases: i) Desenvolvimento de uma formulação de chocolate capaz de manter as suas características físico-químicas e organoléticas em contato com um meio hidrofílico, durante o tempo de vida útil dos produtos; ii) Investigação de um novo processo à escala piloto que permita higienizar, solidificar, moldar e dosear o chocolate em preparados hidrofílicos de forma assética, sem recorrer a conservantes.

Este último ponto foi o objeto do estudo apresentado nesta tese e cujas atividades realizadas durante o estágio se centraram no desenvolvimento e condução de um equipamento protótipo com o objetivo de produzir pepitas de chocolate tipo “stracciatella”. O chocolate tradicional não necessita de ser mantido rigorosamente em assepsia, visto não entrar em contacto com nenhum meio hidrofílico. No entanto, o chocolate em pepitas, alvo deste estudo, destina-se a ser incorporado num meio hidrofílico. Este fato, pode por isso colocar em risco a segurança do produto final. Não havendo no mercado equipamentos adaptados para a realização da esterilização deste produto, nem para um processo de fabrico de forma assética, o desenvolvimento de um equipamento que permita a produção de pepitas de chocolate estéreis é uma mais valia para a indústria e uma vantagem competitiva para a Frulact.

As atividades que foram sendo desenvolvidas ao longo do estágio tiveram sempre em vista a melhoria do projeto (desenho) inicial do equipamento, que foi sendo adaptado conforme as necessidades observadas na otimização da sua condução. Neste âmbito, foi dedicada uma boa parte do tempo de estudo ao arranque e adequação das práticas de higienização do equipamento protótipo, essencial para a qualidade do produto final. A higienização do equipamento é feita através de vapor, atingindo 121 °C durante 60 segundos. O processo de solidificação do chocolate garante um filme de cerca de 1 a 2 mm de espessura e textura crocante. O processo de moldagem e doseamento ainda se encontra em fase de testes não sendo tratado neste trabalho.

No entanto, devido a algumas falhas técnicas do foro mecânico e elétrico, o arranque não foi bem-sucedido nos primeiros ensaios. Estas falhas impediram a correta afinação do caudal do chocolate, manutenção das temperaturas de trabalho adequadas, variáveis estas críticas na qualidade final do produto.

Como alternativa, ao equipamento descrito, foi realizada uma solidificação do chocolate no seio de uma solução viscosa arrefecida. Esta alternativa, realizada ao nível laboratorial, consistiu em “injetar” chocolate a 30 °C, ainda no seu estado líquido, no seio de um xarope arrefecido a 5 °C, ambos previamente esterilizados. Para tal, foi concebido um xarope cuja viscosidade promovesse a suspensão do chocolate no seu interior, tendo como objetivo principal, nesta fase, evitar a necessidade de trabalhar no sentido vertical. Ao fim do tempo de solidificação (cerca de 6 a 8 min), o chocolate é separado da maioria do xarope através de um filtro com perfuração de 1 mm. Esse filtro consiste num tapete rolante perfurado. Os testes laboratoriais realizados com a solução preconizada tiveram resultados positivos, podendo mesmo ser considerada alternativa à metodologia inicialmente proposta.

Apesar do bom desempenho observado, o equipamento ainda precisa ser otimizado de forma a permitir a produção de pepitas de chocolate que cumpram os altos padrões de qualidade exigidos pela FRULACT. Além disso, sendo este projeto de grande interesse para Frulact, mais trabalho está já planeado para que a produção assética de chocolate seja conseguida e chegue aos potenciais clientes.

Abstract

The food industry has been increasing its offer of products in number and variety aiming at supplying an increasingly growing and demanding market.

The work developed during the trainee program described in this thesis was part of a project named CHOCOBITS, which main objective is the industrial development of a new process capable of producing chocolate bits like “stracciatella”, microbiologically stable, that will be afterwards introduced into hydrophilic food matrices (fruity and lactic preparations). The research behind this was one of the main tasks developed as is described in this thesis.

This CHOCOBITS project was carried out in two phases: i) Development of a chocolate formulation capable of maintaining its physicochemical and organoleptic characteristics in contact with a hydrophilic medium during the shelf life of the final products; (ii) Investigation of a new pilot-plant scale process capable of stabilize, solidify and mold the chocolate and pour it into hydrophilic preparations in a continuous and aseptically process without the use of preservatives.

This second phase of the project was the main study carried out and presented in this thesis, which activities focused the development of a prototype equipment to produce “stracciatella” like chocolate chips. Traditional chocolate is microbiologically quite stable as it does not come into contact with any hydrophilic medium, it does not need to be kept strictly in asepsis. However, the chocolate chips of this project are produced to be incorporated in hydrophilic matrices, for this fact, safety of the final product may be affected as the latent microorganisms may gain spoilage activity. As there is no equipment on the market which is suitable for the sterilization of this product or for an aseptic chocolate manufacturing process, the development of an equipment which enables the production of sterile chocolate chips is of great importance for the industry and a competitive advantage for to Frulact.

The activities that were developed during this trainee program aimed at improving the initial design of the equipment, which was adapted e optimized according to the observations during the experiments performed. In this context, a great part of the study was dedicated to the startup of the equipment and adaptation of the hygienic procedures, essential for the quality of the final product. Every step of the pilot plant scale production of chocolate chips was study and optimized until acceptable results were obtained and leading to the definition of the main parameters. The hygienization of the equipment is done through steam, reaching 121 ° C for 60

seconds. The solidification process of the chocolate guarantees a film of about 1 to 2 mm thick and crisp texture. The molding and dosing process is still in a testing phase and will not be treated in this work.

The startup was not successful in the first trials due to some technical failures namely of mechanical and electrical origin. These failures affected the correct adjustment of the chocolate flow rate and consequently promoting constant failure in reaching adequate working temperatures, which is critical for the quality of the final product.

That problem was difficult to overcome and an alternative to this process was developed and some tests performed at the laboratory level that consisted of "injecting" chocolate at 30 °C, still in its liquid state, in a syrup cooled to 5 °C, both previously sterilized. In this alternative procedure, chocolate solidification was achieved in a cooled viscous solution. To enable the good solidification conditions, the syrup was designed with right viscosity so it could maintain the suspension of the chocolate inside the syrup, and the chocolate flow could be maintained horizontally. At the end of the solidification step (about 6 to 8 min), the chocolate is separated from most syrup through a 1 mm perforated filter. Tests performed with the recommended solution had positive feedback, and considered a good alternative to the initially proposed methodology.

Despite the good performance observed, the equipment still need to be optimize to produce the chocolate chips with high standards of quality accomplishing FRULACT demands. Moreover, being this project of great interest for the Frulact leaders more work is planned so aseptic chocolate chips production is optimized and hopefully reach the market.

Índice

Agradecimentos.....	iv
Resumo	v
Abstract.....	vii
1. Introdução	15
1.1. Enquadramento.....	16
1.2. Apresentação da empresa.....	16
1.3. O Projeto CHOCOBITS	17
1.4. Objetivos específicos do trabalho	19
2. Fundamentação teórica	22
2.1. Cacau	23
2.1.1. História do cacau	23
2.1.2. Mercado	23
2.2. Preparação dos grãos de cacau.....	25
2.3. Processamento de cacau em pó e manteiga de cacau	27
2.4. Produção de Chocolate	31
2.5. Características microbiológicas.....	38
2.6 Características Físico-Químicas.....	40
2.6.1. Atividade de água (a_w)	40
2.6.2. Propriedades reológicas	41
2.6.3. Propriedades organoléticas.....	42
2.7. Patentes.....	43
3. Materiais e Métodos	46
3.1. Formulação do chocolate base	47
3.1.1. Caraterização do chocolate recebido pelo novo fornecedor.....	48
3.2. Esterilização do chocolate.....	48
3.3. Desidratação.....	50
3.4. Métodos Analíticos.....	51
3.4.1. Atividade da água (a_w).....	51

3.4.2. Teor de humidade	51
3.4.3. Análises microbiológicas	52
3.4.4. Análise de propriedades reológicas	52
3.4.5. Análise sensorial.....	53
3.5. Otimização do equipamento protótipo	53
3.5.1. Higienização	54
3.5.2. Secagem	55
3.5.3. Arrefecimento	55
3.5.4. Solidificação.....	55
4. Resultados e Discussão	56
4.1. Formulação do chocolate base	57
4.2. Desidratação.....	58
4.3. Métodos analíticos	60
4.3.1. Atividade da água (a_w).....	60
4.3.2. Teor de humidade	61
4.3.3. Análises microbiológicas	63
4.4. Viscosidade.....	64
4.5. Otimização do equipamento protótipo	65
4.5.1. Higienização	65
4.5.2. Secagem	66
4.5.3. Arrefecimento	68
4.5.4. Solidificação.....	70
4.5.4.1. Doseadores.....	76
4.5.4.2. Tempo para a cristalização das lâminas de chocolate	81
5. Método Alternativo	82
5.1. Método alternativo para a solidificação e moldagem de chocolate asseticamente.....	83
5.1.1. Patentes.....	83
5.1.2. Metodologia	84

5.2. Solidificação do chocolate	86
5.3. Viscosidade.....	88
6. Conclusão e sugestões de trabalhos futuros	90
6.1. Conclusões	91
6.2. Trabalhos futuros.....	92
7. Referências Bibliográficas	94
8. Anexos	101
8.1. Ficha técnica Bomba KSF50	102
8.2. Ficha técnica da Bomba lobular	105
9. Apêndices	107
9.1. Apêndice I.....	108

Índice de figuras

Figura 1 - Processo de produção de pepitas chocolate tipo “stracciatella”	20
Figura 2 - Produção Global de Cacau (toneladas). Adaptado de: World Cocoa Foundation (2012)	24
Figura 3 - Produção Global de Cacau. Adaptado de: World Cocoa Foundation, (2014)	24
Figura 4 - Etapas de preparação dos grãos de cacau	25
Figura 5 - Vagem de cacau, Theobrome cacao L. (Afoakwa, 2016)	26
Figura 6 - Colheita do fruto de cacau. Adaptado de: mercado do cacau (2015)	27
Figura 7 - Processo de produção do cacau.....	28
Figura 8 - Etapas de processamento da semente de cacau até à massa de cacau, manteiga de cacau e cacau em pó.	30
Figura 9 – Processo de produção do chocolate	31
Figura 10 - Encaixe por cadeia dupla e tripla (Beckett, 2008).....	34
Figura 11 - Ângulo de inclinação do encaixe dos cristais (Akoh & Min, 2008).....	34
Figura 12 - Faixas de temperatura para a formação estável das seis diferentes formas cristalinas de manteiga de cacau (Beckett, 2008).....	34
Figura 13 - Transições polimórficas da manteiga de cacau (Akoh & Min, 2008)	35
Figura 14 - Presença e ausência de fat Bloom em chocolate negro (Beckett, 2008).....	37
Figura 15 - Bolhas de ar presentes numa barra de chocolate (Beckett, 2008)	37
Figura 16 - Influência do teor da gordura na viscosidade em dois tipos de chocolate de leite: (1) chocolate fino; (2) chocolate menos fino (Beckett, 2008)	42
Figura 17 - Percentagem de humidade perdida por amostra/tempo.....	62
Figura 18 – Percentagem de humidade de cada amostra retirada da marmitta a vácuo	63
Figura 19 – Análises microbiológicas (UFC/g) realizadas pelo departamento de qualidade da Frulact.....	64
Figura 20 - Alterações da viscosidade do chocolate em relação à temperatura	64
Figura 21 -Desenho do protótipo utilizado para os ensaios de produção de pepitas de chocolate tipo stracciatella	65
Figura 22 - Permutador de calor tubular entre o depósito de azoto e o protótipo.....	67
Figura 23 - Parte superior do equipamento protótipo.....	70
Figura 24 - Chapa com rasgos com 3 mm de comprimento e 0.8 mm de altura	75
Figura 25 - Chapa com corte de 6 cm de comprimento e 0.8 mm de altura	75

Figura 26 - Chapa com 3 furos seguidos com furação de 0.8 mm e espaçamento de 1 cm entre cada conjunto de 3 furos.....	75
Figura 27 - Chapa com furos seguidos com furação de 0.8 mm e espaçamento de 1 cm entre cada conjunto de 2 furos.....	75
Figura 28 - Estado do doseador após ensaio com as chapas perfuradas.....	76
Figura 29 - Saída do chocolate em forma de bico de pato	77
Figura 30 - Doseador de chocolate desenhado pela.....	77
Figura 31 - Aplicação de chocolate diretamente no cilindro por uma pistola de pressão de ar	77
Figura 32 - Plano de pulverização do Nozzle.....	78
Figura 33 - Doseamento do chocolate com o Nozzle.....	79
Figura 34 - Caixa de esferovite adaptada ao protótipo.....	79
Figura 35 - Chocolate derretido/sólido após passar pelo protótipo.....	81
Figura 36 - Layout esquemático do sistema de produção de pepitas.....	85
Figura 37 - Esquema laboratorial da solidificação de chocolate num xarope	87
Figura 38 - Filtração do xarope, através de um crivo com 1mm e furação.....	88

Índice de tabelas

Tabela 1 - Formulação do chocolate adotado pela Frulact (Fonte: Dados Frulact)	48
Tabela 2 - Parâmetros da esterilização do chocolate em batch (Fonte: Frulact).....	49
Tabela 3 - Parâmetros da esterilização do chocolate em contínuo (Fonte: Frulact)	49
Tabela 4– Características do chocolate recebido pelo novo fornecedor.....	57
Tabela 5 - Tempo/temperatura das amostras de chocolate recolhidas para análises	58
Tabela 6- Amostras de chocolate retiradas para análises microbiológicas/sensoriais.....	59
Tabela 7 – Dados da atividade da água e da humidade (%) presentes no produto antes e após a esterilização.....	60
Tabela 8 - Amostras de chocolate retiradas para análises microbiológicas/sensoriais	61
Tabela 9 – Média da % de humidade em cada amostra recolhida	61
Tabela 10 -Porcentagem de humidade de cada amostra retirada da marmitta a vácuo	62
Tabela 11 - Parâmetros de processo dos ensaios de higienização no equipamento protótipo.	66
Tabela 12- Parâmetros de processo e resultados dos ensaios de secagem no equipamento protótipo.	67
Tabela 13 - Parâmetros de processo e resultados dos ensaios de arrefecimento no equipamento protótipo.....	69
Tabela 14 - Parâmetros de processo e resultados dos ensaios de solidificação no equipamento protótipo	71
Tabela 15 – Resultados do fluxo de chocolate a diferentes pressões	80
Tabela 16 - Análise da velocidade do cilindro com a espessura das lâminas de chocolate.....	80
Tabela 17 - Resultados da determinação do tempo de solidificação do chocolate.....	88
Tabela 18 - Composição dos xaropes utilizados.....	89
Tabela 19 - Viscosidade determinada para os xaropes utilizados	89
Tabela 20 - Resultados das análises à percentagem de humidade em banho-termostatizado	108
Tabela 21 - Resultados das análises à percentagem de humidade na marmitta a vácuo.....	109

1. Introdução

1.1. Enquadramento

Este trabalho foi realizado no âmbito do mestrado em Gestão da Qualidade e Segurança Alimentar da Escola Superior de Tecnologia e Gestão do Instituto Politécnico de Viana do Castelo em conjunto com a empresa Frulact no âmbito do projeto CHOCOBITS.

O Projeto “CHOCOBITS”, cujo objetivo principal visa a investigação industrial para o desenvolvimento de um novo processo capaz de produzir e incorporar em matrizes alimentares hidrofílicas (preparados de fruta e matrizes láteas), pepitas de chocolate tipo “stracciatella”. Este projeto foi realizado em duas fases: i) Desenvolvimento de uma formulação de chocolate capaz de manter as suas características físico-químicas e organoléticas em contato com um meio hidrofílico, durante o tempo de vida útil dos produtos; ii) Desenvolvimento de um novo processo à escala piloto que permita higienizar, solidificar, moldar e dosear o chocolate em preparados hidrofílicos de forma assética, sem recorrer a conservantes.

O presente trabalho pretende refletir a colaboração na 2ª fase do projeto, cujas atividades foram sendo sempre orientadas na perspectiva da otimização do projeto do equipamento prototipo concebido para a produção de pepitas de forma assética.

1.2. Apresentação da empresa

O presente projeto foi desenvolvido na Frulact – Ingredientes para a Indústria Alimentar, S.A., situada na Maia.

Em 1987 a empresa surgiu da experiência na indústria de produtos lácteos do comendador Arménio Pinheiro Miranda. Esta surgiu com a finalidade de produção de preparados de fruta para a indústria alimentar com vista à sua aplicação em laticínios, gelados, pastelaria e bebidas.

No ano 1998 a empresa expandiu o seu negócio com a aquisição de uma nova unidade fabril no Ferro. Foi em 1999 que a Frulact fez uma aposta internacional, chegando a Marrocos. Em 2006 deu-se a inauguração da fábrica de Tortosendo – Covilhã, a par da expansão para França, através da aquisição da empresa francesa (Granger Bouguet Pau), trazendo uma nova dimensão ao grupo e um reforço das operações industriais. Três anos depois, 2009, a Frulact intensificou a sua presença no mercado francês com a compra de uma divisão da Kerry, uma unidade industrial localizada no sudeste de França. Esta aquisição permitiu à Frulact ser uma das principais empresas a atuar no mercado europeu do setor. Em 2011 a Frulact abriu um modelo inovador com o Centro de Pesquisa, Desenvolvimento e Inovação FRUTECH – Frulact na Maia. Este foi um importante marco e investimento da empresa, que ajudou a empresa a alavancar a inovação e

o conhecimento, que são elementos essenciais para a criação de ingredientes com valor agregado. No ano de 2012 a Frulact estabeleceu uma joint venture na África do Sul com um player local (Fruit Zest da Blendtonel), estendendo e reafirmando a sua presença no continente africano. Em 2017 foi criada uma nova unidade industrial, localizada em Kingston, no Canadá. Esta entrada na região norte-americana significa a presença internacional da Frulact em três continentes.

A unidade Frulact na Maia, onde decorreu o seguinte projeto de dissertação é uma unidade de processamento de fruta, produzindo preparados para as principais multinacionais da indústria alimentar, tendo como objetivo desenvolver preparados inovadores a partir de frutas, cereais e legumes, traduzindo-se em preparados de frutas, sumos, compotas, gelados, laticínios, doces, salgados e mais recentemente produtos dairy-free.

Em suma, a Frulact é uma empresa tida como um exemplo de sucesso e reconhecimento, sendo uma empresa jovem e dinâmica que aposta num caráter inovador e empreendedor.

1.3. O Projeto CHOCOBITS

Quando o chocolate é incorporado num meio hidrofílico (por exemplo, preparados de fruta ou iogurte), como o caso do chocolate em pepitas tipo “stracciatella”, este meio cria as condições necessárias para o crescimento microbiológico o que impossibilita a utilização de um chocolate tradicional nestas aplicações alimentares. Para evitar o desenvolvimento de carga microbiana num meio hidrofílico deve ser realizado uma esterilização ao chocolate, mantendo este em condições de assepsia.

A esterilização de chocolate e produção de pepitas asséticas para incorporar em meios hidrofílicos, como o iogurte permite à Frulact alargar os seus conhecimentos, satisfazer os seus clientes atuais e novos, aumentando a sua competitividade com outras empresas. Para tal, a Frulact levou a cabo o projeto em duas fases:

- Desenvolvimento de uma formulação de chocolate, dentro da legislação, capaz de manter as suas características físico-químicas e organoléticas em contato com um meio hidrofílico, durante o tempo de vida útil dos produtos;
- Investigação industrial de um novo processo à escala laboratorial e/ou pequena escala piloto que permita esterilizar, solidificar, moldar e dosear o chocolate em preparados hidrofílicos de forma assética, sem recorrer a conservantes.

O desenvolvimento da formulação de chocolate foi realizado numa fase anterior a este trabalho, sendo aqui referida, uma vez, que numa dada altura deste trabalho houve necessidade de validar a referida formulação por terem surgido alterações devido à otimização das etapas do processo.

Na indústria alimentar utilizam-se diferentes processos para destruir microrganismos, sendo a pasteurização ou esterilização térmica, os processos mais importantes (Miri et al., 2008). A pasteurização destrói os microrganismos patogénicos vegetativos. O tempo de vida dos alimentos pasteurizados é assim aumentado, no entanto é necessário controlar a resistência de microrganismos formadores de esporos recorrendo a um tratamento térmico mais severo como a esterilização (Fellows, 2009; Silva & Gibbs, 2012). Os requisitos legais (Regulamento (CE) 2073/2005 de 15 de novembro, versão consolidada de 2014-06-01) e os guias HPA (Health Protection Agency) (HPA, 2009) para a definição dos parâmetros microbiológicos, recomendam o controlo de *Salmonella*, *Listeria monocytogenes*, coliformes totais, bolores e leveduras, microrganismos formadores de esporos como *Clostridium perfringens*. O controlo físico-químico é também essencial pois a definição de chocolate é clara na sua formulação e o chocolate em causa está nos limites ditados por esta (Diretiva 2000/36/CE). Estes parâmetros são também importantes na definição do processo de esterilização e na manutenção das propriedades organoléticas. Nesta fase do trabalho foi analisado: teor de humidade, atividade da água (influência à estabilidade microbiológica), teor de gordura, propriedades organoléticas e comportamento reológico do chocolate (estudo das deformações e escoamentos da matéria) como viscosidade e firmeza.

A segunda fase e mais relevante no trabalho relatado nesta tese, foi a investigação/desenvolvimento de um equipamento à escala piloto. Nesta fase foram realizados ensaios recorrendo a um equipamento projetado especialmente para o processo de formação de pepitas de chocolate estéreis. A conceção deste equipamento engloba diferentes etapas, nomeadamente, higienização, solidificação, moldagem e doseamento das pepitas de chocolate em preparados hidrofílicos de forma assética, sem recorrer a conservantes. Sendo, também, um objetivo futuro integrar o processo de esterilização do chocolate ao equipamento em estudo.

Devido a vários problemas técnicos relacionados com o equipamento e os elevados custos associados ao processo, foi desenhado e analisado em laboratório um processo alternativo a este equipamento. Este processo alternativo, engloba uma técnica de solidificação do chocolate no seio de uma solução líquida arrefecida, permitindo à Frulact ter uma alternativa caso o equipamento em desenvolvimento não obtenha os resultados esperados. Este processo acarreta menos gastos tanto ao nível da construção e como na própria produção de pepitas de

chocolate. No entanto apresenta como desvantagem uma redução na capacidade de produção (kg/h).

1.4. Objetivos específicos do trabalho

Este projeto teve como objetivo o estudo dos parâmetros de processo de um equipamento protótipo, com vista à obtenção de pepitas de chocolate tipo “stracciatella” estéreis. Para tal, estavam previstas as seguintes tarefas:

- Realização de ensaios com o equipamento protótipo:
 - Determinação do caudal de chocolate estéril;
 - Determinação da perfuração ideal para a tremonha de alimentação;
 - Determinação da temperatura ideal para o chocolate na tremonha;
 - Calibração da velocidade de rotação do cilindro central;
 - Definição da tipologia de corte para o chocolate sólido.
- Realização de ensaios analíticos com o produto:
 - Determinação da carga microbiológica;
 - Determinação do teor de humidade do chocolate;

Esquema da produção de pepitas de chocolate tipo “stracciatella”

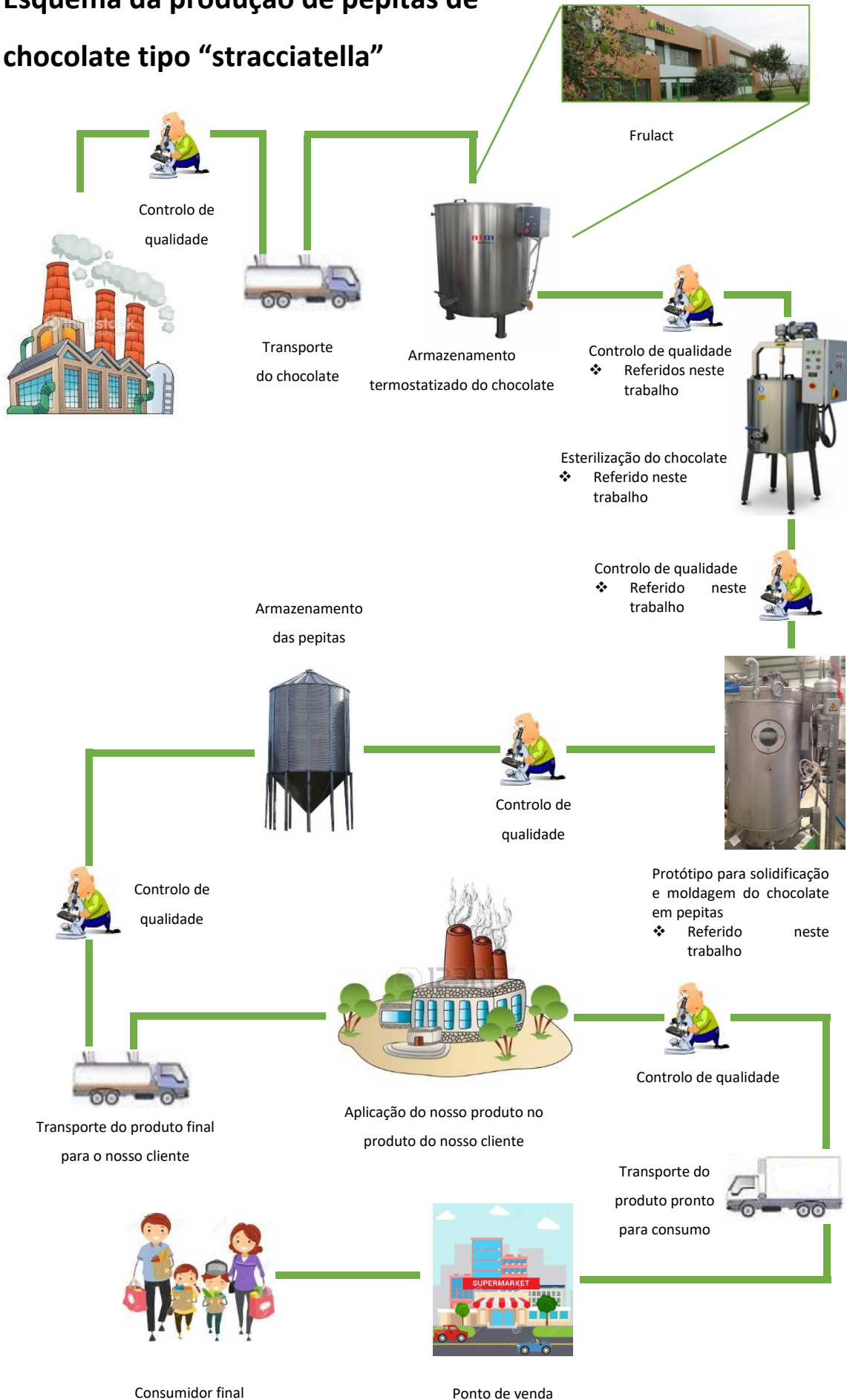


Figura 1 - Processo de produção de pepitas chocolate tipo “stracciatella”

A figura 1 ilustra todo o processo que o chocolate tem de passar desde o produtor de chocolate até ao consumidor final. Neste processo a Frulact tem um papel importante desde o produtor de chocolate, onde fornece a formulação ideal do chocolate para o produto desejado até à entrega das pepitas de chocolate ao seu cliente, onde este irá aplicar ao seu produto.

Dentro da Frulact temos os pontos de armazenamento termostatizado do chocolate, esterilização do chocolate, protótipo para solidificação e moldagem do chocolate em pepitas, armazenamento das pepitas, transporte do produto final para o seu cliente assim como análises microbiológicas necessárias durante estes processos.

Neste momento o desenvolvimento de pepitas de chocolate tipo “stracciatella” encontra-se na etapa do desenvolvimento do protótipo para solidificação e moldagem do chocolate em pepitas.

2. Fundamentação teórica

2.1. Cacau

2.1.1. História do cacau

A origem do chocolate é muito antiga, remontando ao povo Maia, que provavelmente foram os primeiros a cultivar a planta de cacau em 400 A.D. (Anno Domini, “Ano do Senhor”). A planta que conhecemos hoje é o resultado do cruzamento e da seleção que já havia começado há 35 mil anos (Verna, 2013).

O consumo de cacau era feito de forma diferente do que é hoje: Os grãos de cacau eram moídos e dissolvidos em água “*chocolatl*”, com canela e pimenta para melhorar o sabor que era decididamente amargo e forte. Pode inferir-se que a bebida foi mais apreciada pelos seus efeitos revigorantes e estimulantes do que pelo seu sabor (Talbot, 2009). O grão de cacau era considerado tão valioso que os Aztecs e Incas usavam estes como moeda de troca, ou para produzir o chamado *chocolatl*. Por volta de 1520 a bebida foi introduzida em Espanha (Minifie, 1989).

Sendo um produto caro, este era reservado para o consumo das classes sociais mais altas, apenas no século XVII o consumo de chocolate se espalhou pela Europa. Com o aumento do consumo de chocolate, o monopólio Espanhol na produção de chocolate tornou-se insustentável e as plantações logo foram estabelecidas pelos Italianos, Alemães e Portugueses. Nesta altura, o chocolate ainda era consumido em forma líquida, sendo vendido como blocos prensador de uma massa granulada que se dissolvia em água ou leite, formando uma bebida espumosa de chocolate (Afoakwa, 2010).

2.1.2. Mercado

A produção de chocolate ou produtos com chocolate tem grande impacto em importantes mercados. Os Estados Unidos apresenta cerca de 68 mil empregos que envolvem diretamente a produção e confeção de produtos com chocolate. Na Europa existe mais de 245.000 pessoas empregadas no setor. O Japão é o maior consumidor de chocolate, representando este 40 % do mercado japonês (World Cocoa Foundation, 2014).

As balanças comerciais, preços e os contratos de futuro dependem de estimativas, pelo que a produção de cacau é monitorizada pelos governos e organizações internacionais. Como mostra a Fig. 2, a produção total de cacau aumentou 13 %, de 4,3 milhões de toneladas em 2008 para

4,8 milhões de toneladas em 2012, o que, representa um aumento médio de produção de 3,1 % ano (World Cocoa Foundation, 2014).

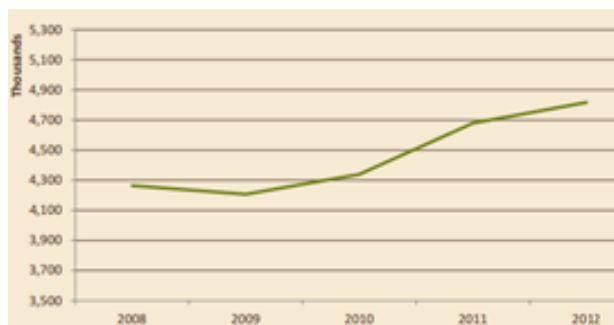


Figura 2 - Produção Global de Cacau (toneladas). Adaptado de: World Cocoa Foundation (2012)

Esta tendência de crescimento, futuramente, poderá vir a sofrer alterações uma vez que as árvores de cacau são sensíveis às acentuadas alterações dos padrões climáticos. Longos períodos de seca e picos de chuva e vento excessivos podem afetar negativamente o seu rendimento produtivo. O rendimento da produção de cacau varia também de continente para continente, até de país para país. O cacau é um importante ingrediente nas culturas globais e na história, evoluindo ao longo dos anos e continuando a ser desfrutado hoje, em milhares de formas diferentes (World Cocoa Foundation, 2014).

O cacau representa uma importante fatia nas exportações de muitos países produtores, particularmente em África, América Latina e Sudeste da Ásia. Na figura 2, pode ver-se que, 68 % do cacau é produzido na África Ocidental, 15 % no Sul da América e 17 % no Sudeste da Ásia (Afoakwa, 2016), sendo Côte d'Ivoire (África) o maior produtor, com 33 % do fornecimento global (World Cocoa Foundation, 2014).

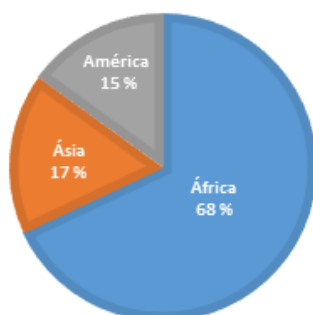


Figura 3 - Produção Global de Cacau. Adaptado de: World Cocoa Foundation, (2014)

Atualmente, estima-se que o cacau é cultivado em 8 milhões de hectares nos trópicos e assegura globalmente a subsistência de cerca de 40-50 milhões de pessoas, sendo 8 milhões pequenos produtores com culturas de 3-4 hectares, vivendo alguns exclusivamente destas culturas.

2.2. Preparação dos grãos de cacau

Os grãos de cacau provenientes da árvore *Theobroma cacao* são usados como matéria prima principal na produção de cacau em pó e manteiga de cacau, alguns produtos de confeitaria e também em produtos de cosmética (Bartley, 2005). Trata-se de uma planta nativa das densas florestas tropicais da Amazônia, onde se desenvolve em condições de clima tropical com alguma sombra, calor e muita humidade. O género *Theobroma cacao* engloba mais de 20 espécies (Minifie, 1989). A árvore pode atingir 12 metros, começando a produzir após 5 anos, sendo aos 10 anos que atinge a sua máxima produtividade (Verna, 2013).

A preparação dos grãos de cacau, cujo fluxograma se representa na Fig. 4, inicia-se com a colheita do fruto *Theobroma cacao* L. passando por um processo de fermentação e secagem dos grãos de cacau, sendo armazenado de forma controlada até ir para o mercado.

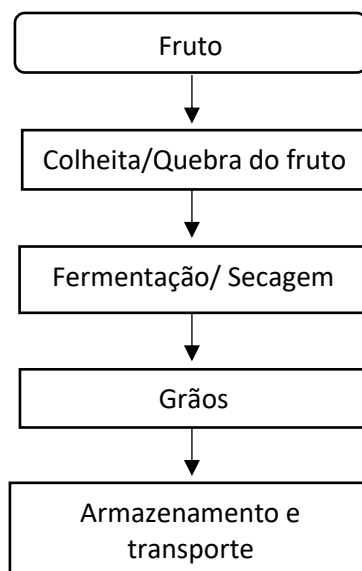


Figura 4 - Etapas de preparação dos grãos de cacau

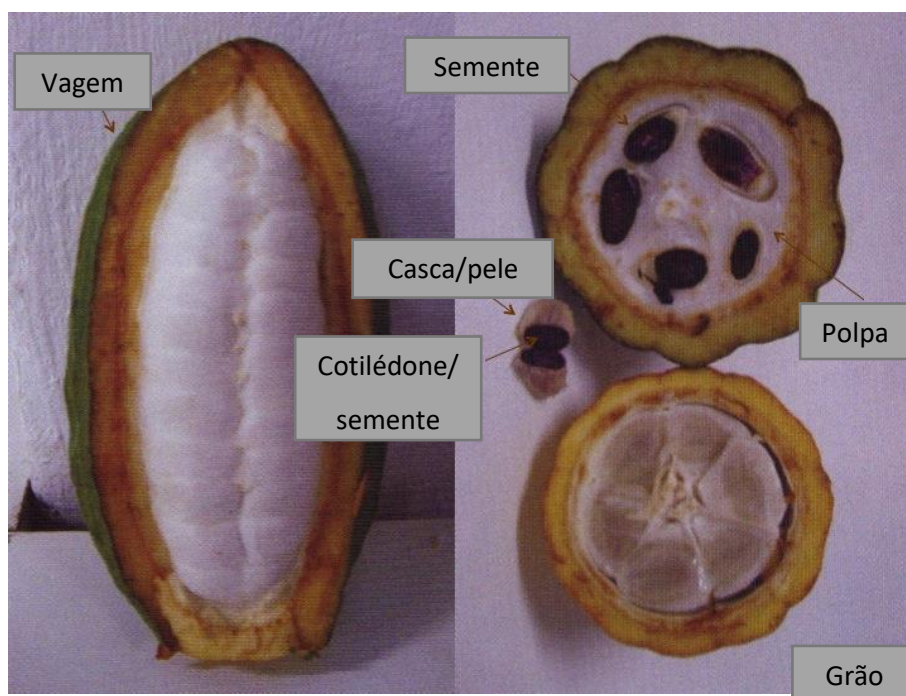


Figura 5 - Vagem de cacau, *Theobroma cacao* L. (Afoakwa, 2016)

O fruto (Fig. 5) chamado cacau apresenta uma cor entre castanho/amarelo a roxo, e contém entre 20 a 50 sementes de cacau, dependendo da variedade de cacau. Cada cacaueiro produz 20 a 50 frutos por ano, sendo necessário cerca de 10 frutos para produzir um quilograma de cacau (Verna, 2013).

Os seus frutos (vagens) contêm as sementes (grãos) que são mais tarde processadas pela indústria de chocolate (Motamayor et al., 2008). A melhoria genética do cacau tem-se centrado no aumento da produtividade e da sua resistência a doenças. Para aumentar o rendimento, os criadores capitalizaram a heterose que ocorre em cruzamentos entre árvores de diferentes grupos genéticos. Tradicionalmente há dois grupos genéticos principais, "Criollo" e "Forastero", que foram definidos dentro do cacau com base em características morfológicas e origens geográficas (Chessman, 1944).



Figura 6 - Colheita do fruto de cacau. Adaptado de: mercado do cacau (2015)

Na colheita do fruto, a casca do cacau é logo descartada, sendo só aproveitada o seu interior. As sementes removidas das vagens são embaladas em caixas, como mostra a Figura 6, cobertos com esteiras ou folhas de bananeira. A camada da polpa que envolve naturalmente as sementes aquece e fermenta, este processo de fermentação dura de três a sete dias. Após a fermentação, são secos ao sol, ou através de secadores solares por vários dias (World Cocoa Foundation, 2017).

A fermentação é um processo fundamental, pois define o sabor da pasta de cacau, o que influenciará o sabor do chocolate final. A correta fermentação e secagem do cacau são de vital importância, sendo que mais nenhum processo pode corrigir as más práticas feitas nesta fase (Minifie, 1989).

Não menos importante que a fermentação e secagem é o correto armazenamento e transporte dos grãos de cacau. A humidade relativa considerada ótima para o seu armazenamento é 6-6.5 %, este ambiente em equilíbrio com a humidade característica do grão, evita o aparecimento de bolores (Minifie, 1989).

Relativamente ao transporte do cacau e tendo em conta os diferentes mecanismos e vias de exportação, que variam de acordo com o país. Por comboio, camiões ou navios o transporte do cacau é feito em sacos grandes ou solto no reboque para instalações do fabricante num "just-in-time" base. À receção, há necessidade de um controlo, verificação da qualidade, do produto (World Cocoa Foundation, 2014).

2.3. Processamento de cacau em pó e manteiga de cacau

Na produção do cacau em pó e manteiga de cacau, a semente do cacau tem de passar por vários processos. Na Figura 7, apresenta-se a sequência destas operações, desde a receção das

sementes do cacau até à formação da massa de cacau, cacau em pó e manteiga de cacau, matérias-primas essenciais na produção de chocolate.

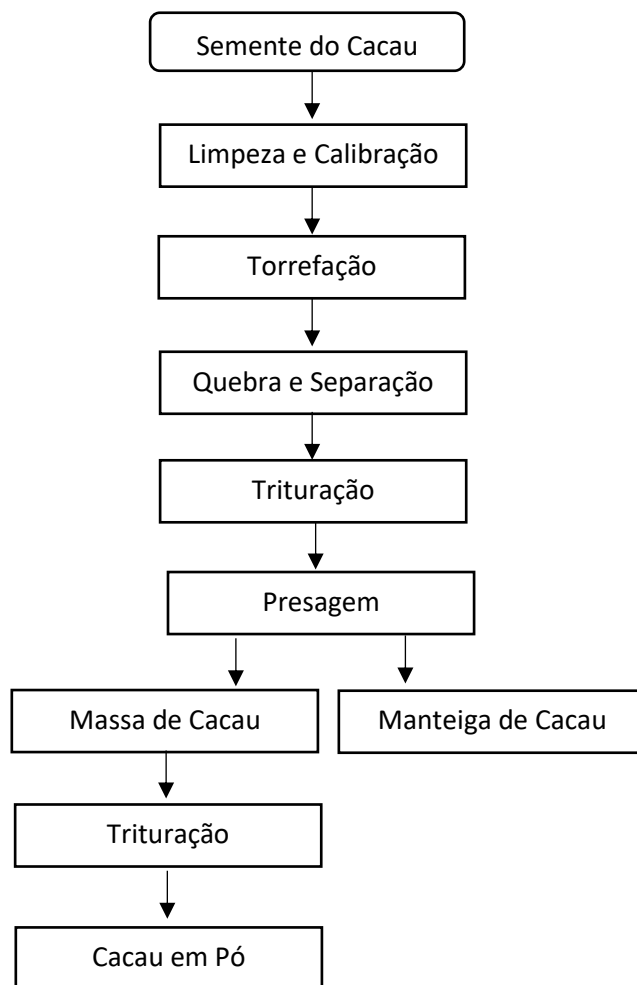


Figura 7 - Processo de produção do cacau

Limpeza e calibração

Antes de se iniciar o processamento, as sementes são cuidadosamente inspecionadas, limpas e calibradas, retirando-se os materiais estranhos (metais, fibras de juta, areias, madeira). Esta separação pode ser feita por crivos, cama fluída ou separação magnética (Minifie, 1989).

Torrefação

Neste processo, um passo muito importante é a torrefação, com o principal objetivo de converter grãos fermentados e crus em matérias-primas microbiologicamente limpas com um aroma e sabor característicos e com uma textura adequada. Nesta etapa, os grãos de cacau cru são submetidos a um fluxo forçado de ar quente, por conseguinte, é importante seleccionar as

condições adequadas deste processo (tempo, temperatura, humidade e caudal de ar), bem como a finura dos grãos (Żyżelewicz et al., 2016). É nesta etapa que se desenvolve o *flavour* tão pretendido através dos percursoros formados durante a fermentação e secagem. A literatura indica uma temperatura entre 110-150 °C durante 15 e 45 min (Belitz, Grosch & Schieberle, 2009; Krysiak, 2006; Minifie, 1989; Nebesny & Rutkowski, 1998).

No processo de torrefação podem ser utilizados grãos inteiros com a casca intacta, ou partidos (nibs). A utilização de nibs permite uma torrefação a temperaturas mais baixas. Isto permite a obtenção de um produto com mais propriedades físico-químicas conforme a preferência da indústria (Żyżelewicz et al., 2016).

A temperatura elevada juntamente com a humidade baixa presente no grão, irá controlar a carga inicial de microorganismos, tais como *salmonella*, que poderá estar presente nos grãos. Este processo pode ser controlado com a implementação de sistemas, como por exemplo HACCP (Hazard Analysis and Critical Control Points), sendo todo o processo de fabrico de chocolate monitorizado, prevenindo degradação do produto e prejuízo para o consumidor.

Trituração

A trituração dos grãos de cacau é realizada em duas grandes etapas. Na primeira etapa, o objetivo é reduzir consideravelmente as dimensões das partículas de cacau, o suficiente para que possam ser transformadas em chocolate. A segunda, consiste em remover tanta gordura quanto possível dos cotilédones. A extração desta gordura é essencial, necessária para ajudar o fluxo da massa de chocolate durante a produção e, também, como regulador da importante característica organolética, a sensação que este promove ao derreter na boca (Beckett, 2008).

Produtos do grão de cacau

➤ Manteiga de cacau

Todas as gorduras são misturas de triglicéridos, isto é, apresentam três ácidos gordos ligados a um esqueleto de glicerol. A manteiga de cacau é composta por três ácidos gordos principais que representam mais de 95 % do produto, sendo eles, ácido oleico (C18:1) cerca de 35 %, ácido

esteárico (C18:0) cerca de 34 % e ácido palmítico (C16:0) com aproximadamente 26%. Por ser uma gordura predominantemente saturada, funde-se rapidamente numa gama de temperaturas relativamente estreita, como a temperatura ambiente e da boca (Beckett, 2008).

O processo de prensagem dos grãos de cacau permite a separação da pasta de cacau e da manteiga de cacau. A eficiência da separação da manteiga de cacau por prensagem hidráulica é afetada, entre outros fatores, pelo tamanho das partículas, pressão exercida, temperatura, teor de humidade, torrefação e a homogeneização (Minifie, 1989).

O sabor da manteiga de cacau pura é considerado desagradável assim, em alguns produtos, nomeadamente no chocolate branco, é utilizada uma manteiga de cacau desodorizada, produzida por destilação a vapor da manteiga de cacau sob vácuo, e tem por objetivo eliminar os compostos voláteis que dão sabor e cor negativa (Venter, Schouten, Hink, Kuipers, & de Haan, 2007; Beckett, 2008)).

➤ Cacau em pó

Segundo o Decreto-Lei nº 229/2003 de 27 de Setembro, “Cacau em pó, cacau — designa o produto obtido pela transformação em pó das sementes de cacau limpas, descascadas e torradas que contenham no mínimo 20 %, em massa, de manteiga de cacau (expresso em relação à matéria seca) e no máximo 9% de humidade”.



Figura 8 - Etapas de processamento da semente de cacau até à massa de cacau, manteiga de cacau e cacau em pó.

(Fonte: <https://www.graogourmet.com>. Foto: Jochen Weber)

A Figura 8 mostra todas as etapas por que passa as sementes do cacau desde a colheita até aos produtos finais, como massa de cacau, manteiga de cacau e o cacau em pó.

O cacau em pó é obtido através da moagem da pasta de cacau, podendo conter até 20% de manteiga de cacau. Os principais parâmetros de qualidade avaliados neste produto são: a cor, o sabor e o pH (Meursing, 1994).

2.4. Produção de Chocolate

Segundo o Decreto-Lei no 229/2003 de 27 de Setembro, chocolate é o produto “obtido a partir de produtos de cacau e de açúcar, contendo no mínimo 35% de matéria seca total de cacau, dos quais pelo menos 18% de manteiga de cacau e no mínimo 14% de matéria seca de cacau isenta de gordura”.

No fabrico do chocolate existem diversos processos (Figura 9), físicos e químicos que promovem o *flavour*, textura, cor e brilho desejado pelo consumidor.

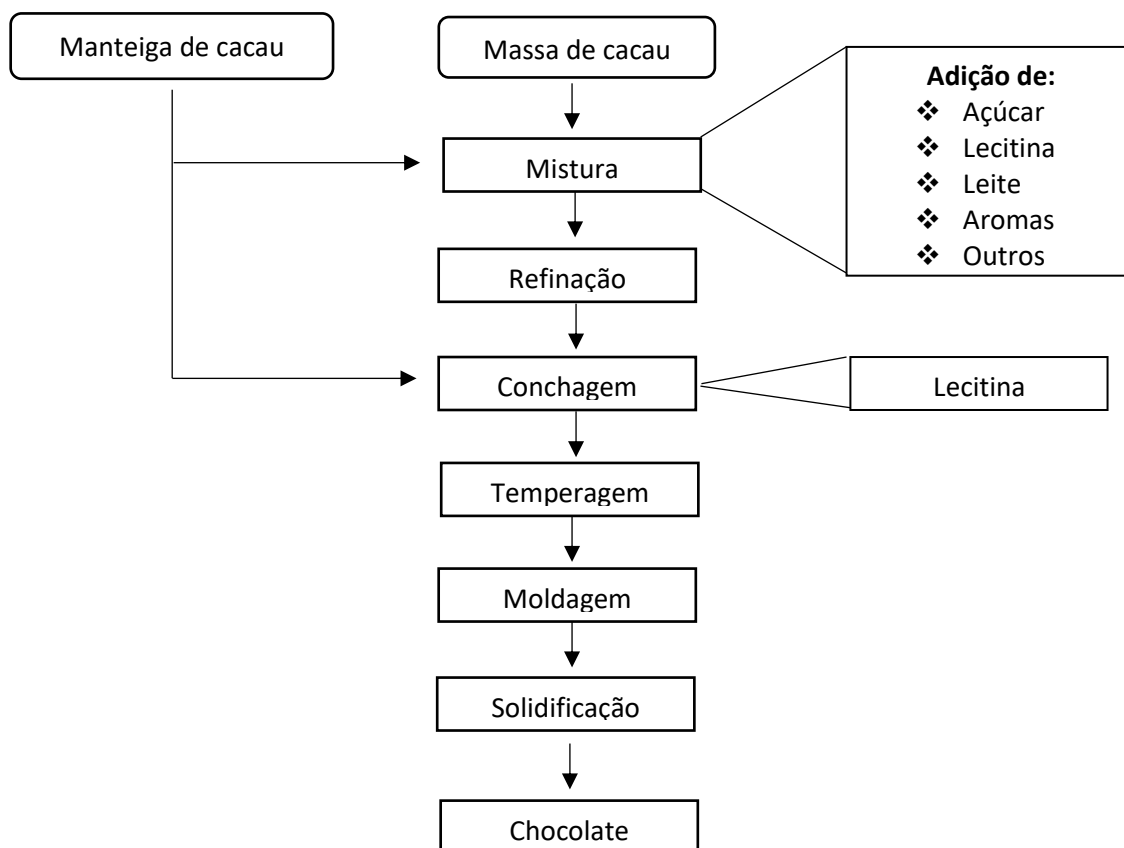


Figura 9 – Processo de produção do chocolate

Mistura

A mistura, consiste na homogeneização dos ingredientes em pó (açúcar, leite e derivados) com os ingredientes líquidos e semi-líquidos (manteiga de cacau e *líquor* de cacau fundido), consoante a formulação pré-estabelecida, transformando-se numa massa adequada para o refino. Esta etapa é normalmente realizada em cubas ou marmitas encamisadas a 40 °C, garantindo que a manteiga de cacau permanece fundida (Minifie, 1989).

Refinação

A refinação, neste processo promove a redução do tamanho das partículas dos ingredientes tornando-as impercetíveis ao se degustar o chocolate (Luccas, 2001).

Embora tradicionalmente o chocolate europeu tenha sido descrito como tendo uma finura de 15-22 µm e na América do Norte como sendo 20-30 µm (Jackson, 1994), com a crescente globalização da indústria, as diferenças tradicionais começam a desfocar e as especificações tornam-se muito mais acentuadas. Por exemplo, chocolate negro é geralmente mais fino do que chocolate de leite e chocolate para biscoitos pode ser mais grosso do que chocolate em barra (Beckett, 2009).

Esta etapa facilita também a distribuição da massa de cacau com outros ingredientes e provoca o desenvolvimento do *flavour* (Almeida, 2003).

Conchagem

A conchagem é uma etapa fundamental para a produção de chocolate, uma vez que esta define o *flavour* final e permite otimizar a textura do chocolate (Minifie, 1989). O nome desta operação advém do tipo de equipamento usado que faz lembrar uma espécie de concha.

É nesta fase que ocorre a volatilização dos compostos indesejáveis formados na etapa de fermentação. Segundo Martin (1988), este processo tem uma duração variável, dependendo do tipo de concha bem como da temperatura da concha. Assim, enquanto, nas conchas longitudinais a conchagem tem uma duração entre 1 e 4 dias, nas conchas rotativas tem uma duração entre 8 a 96 horas, dependendo do tipo de chocolate e da eficiência do equipamento. Quanto maior for o tempo de conchagem maior é o desenvolvimento do sabor e melhor são as suas propriedades reológicas (Beckett, 2008). A temperatura da conchagem varia consoante o tipo de chocolate, para um chocolate negro a temperatura situa-se entre 80 e 100 °C, enquanto

para o chocolate de leite varia entre os 45 e 60 °C. Esta variação ocorre pelo facto, da proteína do leite sofrer alterações acima dos 60 °C, o que pode influenciar o *flavour* bem como a textura do produto final (Martin, 1988).

Existem métodos alternativos ao método tradicional que integram as etapas de conchagem, refino e mistura (Beckett, 2008).

Temperagem

➤ Cristalização

A cristalização pode ser considerada como um subconjunto de solidificações. Os sólidos podem ser cristalinos, semi-cristalinos ou amorfos. O super-arrefecimento é um pré-requisito para a cristalização a partir de uma fusão. Uma vez formados, os cristais podem apresentar diferentes formas. Os cristais estáveis modificam a sua morfologia, enquanto os metastáveis sofrem transformações de fase (Akoh & Min, 2008).

A maioria dos cristais amadurecem e desaparecem, como resultado de mudanças no grau de supersaturação. A supersaturação evolui à medida que o crescimento do cristal prossegue, e a fase líquida torna-se menos sobressaturada. Esta redução da sobressaturação resulta na necessidade de estabilidade para os cristais maiores, uma vez que os cristais abaixo de um tamanho crítico voltarão à solução ou à fusão (Akoh & Min, 2008).

Como a manteiga de cacau apresenta uma matriz polimórfica, que cristaliza em muitas formas diferentes, o processamento do chocolate está fortemente ligado à cristalização e ao comportamento polimórfico da sua fase gorda. O processo de temperagem é uma técnica de cristalização controlada, que é necessária para induzir a forma sólida mais estável da manteiga de cacau no produto acabado (Beckett, 2009).

Existem duas maneiras possíveis das moléculas de gordura se encaixarem, por cadeia dupla ou cadeia tripla, como ilustrado na Figura 10. O ângulo de inclinação como os cristais se encaixam, determina a sua estabilidade (Figura 11) (Beckett, 2008).

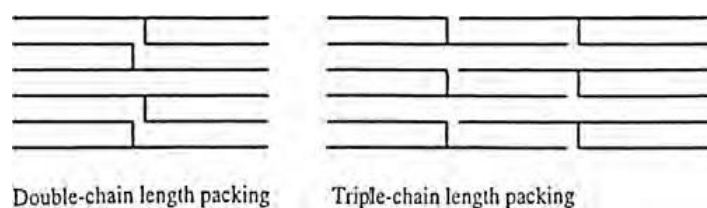


Figura 10 - Encaixe por cadeia dupla e tripla (Beckett, 2008)

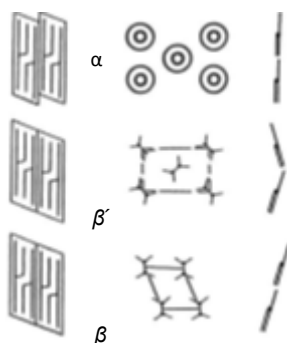


Figura 11 - Ângulo de inclinação do encaixe dos cristais (Akoh & Min, 2008)

Foram identificadas seis formas polimórficas diferentes para a manteiga de cacau, embora pesquisas mais recentes tenham sugerido que isso pode não ser o caso. Existem duas nomenclaturas utilizadas para a análise polimórfica da gordura. A indústria do chocolate tende a numerar as formas polimórficas de I a VI, como descrito por Wille e Lutton (1966), no entanto a indústria de óleos e gorduras, preferem a utilização das letras gregas (α , γ e β) definidas por Larsson também em 1966. A Figura 12 e 13 mostram as faixas de temperatura nas quais cristalizam as seis diferentes formas (Beckett, 2008).

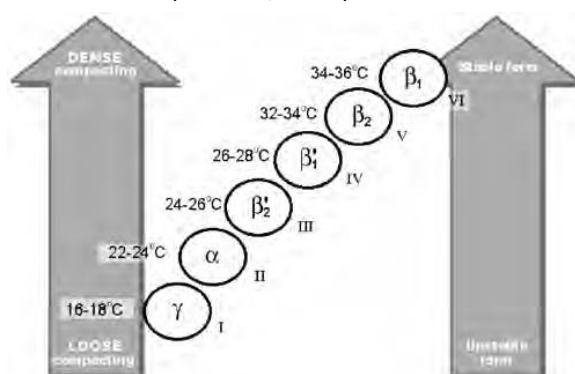


Figura 12 - Faixas de temperatura para a formação estável das seis diferentes formas cristalinas de manteiga de cacau (Beckett, 2008)

As formas V e VI são as mais estáveis sendo de cadeia tripla (Beckett, 2009).

A passagem da forma I para VI ocorre conforme aumenta a estabilidade e o ponto de fusão da forma polimórfica. A temperagem do chocolate é necessária para cristalizar a manteiga de cacau da forma polimórfica mais estável possível (Beckett, 2009).

Uma consequência única do polimorfismo da manteiga de cacau é chamada de florescimento de gordura (*fat bloom*), esta floração ocorre no chocolate aparecendo um revestimento fino branco disperso na superfície. Schlichter-Aronhime e Garti argumentaram que, como a floração resulta de uma conversão da forma IV para V e da forma V para VI, a condição é causada pela liquefação de gordura e não depende estritamente do aparecimento de uma forma polimórfica específica (Akoh & Min, 2008).

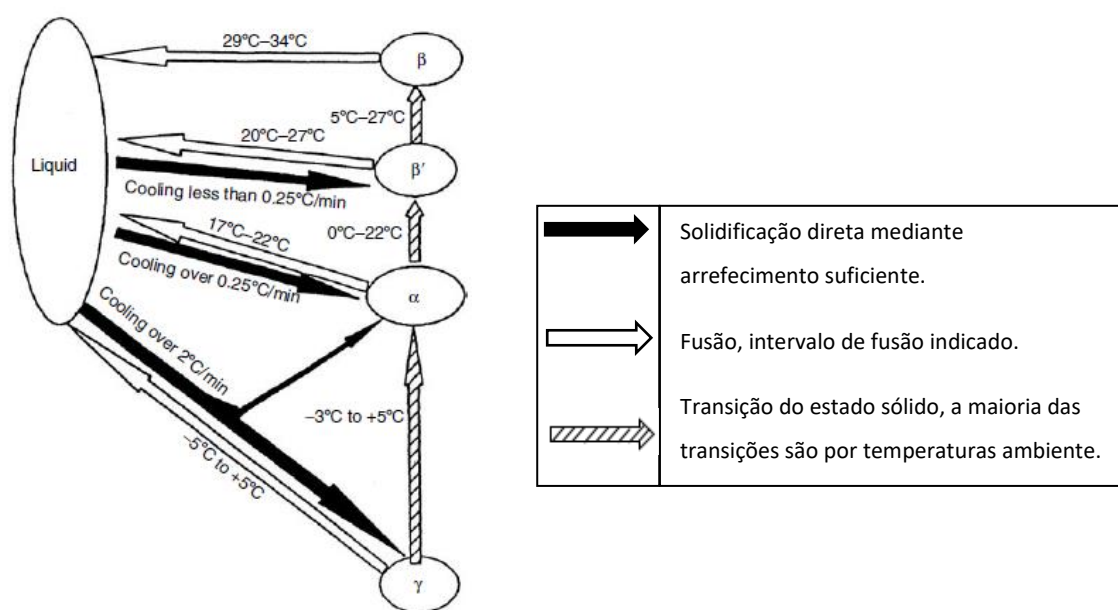


Figura 13 - Transições polimórficas da manteiga de cacau (Akoh & Min, 2008)

A velocidade com que a gordura começa a cristalizar depende não só da temperatura, como também da velocidade com que é misturada e triturada. As altas tensões de corte têm o efeito de quebrar e distribuir uniformemente os cristais de gordura sólida. Além disso, fornece calor e energia que aumentam a taxa na qual os cristais mais instáveis podem mudar para uma forma mais estável. Ziegler mostrou que, utilizando taxas de cisalhamento extremamente elevadas, a manteiga de cacau pode ser pré-cristalizada em 30 segundos em vez de várias horas ou dias (Beckett, 2008).

A transformação de cristais de manteiga de cacau do polimorfo V para VI é uma causa mais comum do florescimento em chocolates. A forma V é a forma que o chocolate comercial é fabricado, mas não é a forma mais estável. Ao longo do tempo, a manteiga de cacau transforma-

se na forma mais estável (polimorfo VI). No entanto, a transformação da forma V para a forma VI ocorre durante um longo período, tipicamente além da data de consumo do chocolate. Assim, a forma V é normalmente adequada para a produção comercial de chocolate. A floração ocorre geralmente devido à cristalização descontrolada da forma VI. Este fenómeno que resulta em “bloom”, não está completamente definido, embora existam muitas teorias acerca do mecanismo de migração da gordura e óleo através do chocolate (Beckett, 2009).

A temperagem do chocolate envolve dois estágios térmicos, sendo na primeira fase o chocolate fundido a 46 - 49 °C e controladamente arrefecido, sob agitação para cerca de 26 - 29 °C. A esta temperatura, o chocolate já deve ter suficientes cristais de manteiga de cacau na forma estável, que asseguram a sua presença após o arrefecimento. Numa segunda fase, o chocolate é aquecido para 32 - 33 °C. Este aumento de temperatura tem como objetivo a formação adequada dos cristais, assegurando que qualquer forma instável seja derretida (Minifie, 1989).

As temperaturas do processo dependem muito fortemente das gorduras presentes no chocolate (Beckett, 2008). Uma temperagem incompleta ou mal realizada resulta em um crescimento cristalino instável, trazendo como consequência, uma má solidificação, diferenças de cor e até manchas na superfície do chocolate conhecido como “bloom” (Beckett, 2009).

“Bloom”

O *bloom* no chocolate é muitas vezes caracterizado pela perda de brilho e pela presença de aglomerados cinza/ branco que têm a aparência de mofo (Fig.14) (Aguilera, Michel, & Mayor, 2006; Hartel, 1999; Timms, 2003).

Pode-se distinguir dois tipos de *bloom*, o *bloom* da gordura (*fat bloom*) e o *bloom* do açúcar (*sugar bloom*). O *fat bloom* é identificado por uma fina película de cor esbranquiçada à superfície do chocolate, sendo este prejudicial à qualidade visual do produto. O *sugar bloom* é formado pela ação da humidade, (Minifie, 1989). Segundo Minifie (1989), o *bloom* no chocolate pode ser causado por uma má temperagem, um arrefecimento incorreto, armazenamento a temperaturas inadequadas e a adição de gorduras incompatíveis com a manteiga de cacau.



Figura 14 - Presença e ausência de fat Bloom em chocolate negro (Beckett, 2008)

Moldagem

Após a temperagem o chocolate está numa temperatura entre os 30 e 40 °C (Minifie, 1989), o que antes de ser colocado nos moldes é importante estes estarem previamente aquecidos uniformemente a uma temperatura próxima da do chocolate, evitando um arrefecimento drástico do chocolate e a possibilidade de formação de *fat bloom* (Beckett, 2008).

Em seguida, o chocolate deve ser espalhado uniformemente por todo o molde, sofrendo uma acção de vibração vigorosa, para remover todas as possíveis bolhas de ar (Fig. 15). A solidificação do chocolate, realiza-se com a ajuda de uma refrigeração forçada (Minifie, 1989).



Figura 15 - Bolhas de ar presentes numa barra de chocolate (Beckett, 2008)

Solidificação

As baixas temperaturas podem dar origem a dois problemas: causar uma formação cristalina errada da gordura, ou a humidade do ar pode condensar em superfícies frias gotejando sobre o chocolate (Beckett, 2008).

Os refrigeradores são compostos por longos túneis ou várias camadas, com sopradores e refrigeradores em intervalos, de modo a que o túnel tenha diferentes temperaturas em diferentes zonas. No final do túnel, antes do produto entrar na sala de embalagem a

temperatura é ligeiramente aumentada, porque se a temperatura da superfície do produto for menor do que a temperatura do ponto de orvalho, a humidade condensará no chocolate causando manchas, ou *sugar bloom* (Beckett, 2008).

A necessidade de cristalizar a gordura com cristais pequenos na Forma V limita a taxa de arrefecimento que pode ser aplicada. Baixas temperaturas de arrefecimento, ou tempos de arrefecimento curtos dão polimorfos menos estáveis como a Forma IV e podem resultar numa baixa estabilidade (Beckett, 2009).

2.5. Características microbiológicas

Apesar de não existir uma definição simples e universal de “tempo de prateleira”, uma definição aceite globalmente é a do *Institute of Food Science and Technology* (Reino Unido) como “o período de tempo durante o qual o produto é seguro e apresenta as qualidades desejadas em termos sensoriais, químicos, físicos, microbiológicos, características funcionais e cumpre com a informação nutricional presente na rotulagem quando armazenado sob as condições recomendadas” (Robertson, 2009).

Cerca de 80% de deterioração do chocolate deve-se à presença de água, sendo os outros 20% correspondentes à presença de microrganismos e excesso de calor. Em termos de deterioração encontram-se três tipos principais (Wybauw, 2004):

- Deterioração microbiológica: desenvolvimento de fungos ou bactérias. Quando utilizado em contacto com matérias-primas de elevado valor nutricional e especialmente quando existe uma grande quantidade de água disponível, como natas, leite, polpa de fruta e manteiga;
- Deterioração física: engloba a secagem, perda de aroma, separação da gordura, dissolução e recristalização do açúcar (*sugar bloom*), migração de manteiga de cacau (*fat bloom*), absorção de cheiros, entre outros;
- Deterioração química: a principal forma é a oxidação dos ácidos gordos, potenciada pela luz, vestígios de metais, altas temperaturas e enzimas, sendo mais frequente no chocolate branco devido ao reduzido teor em fenóis. Também temos a hidrólise dos ácidos gordos, devido à presença de lípases essencialmente de origem microbiana e à disponibilidade de água livre.

A contaminação das matérias-primas na indústria alimentar é um problema que deve ser controlado, garantindo a segurança alimentar. Frutos crus, chocolate e cacau são matérias-

primas potencialmente perigosas pois normalmente estão contaminadas com bactérias e fungos. Para a utilização destas matérias-primas em preparados alimentares é necessário a destruição de microrganismos existindo soluções simples a curto prazo, através de tratamentos térmicos, sendo a pasteurização ou a esterilização os processos mais importantes. Estes processos permitem que o produto se torne mais estável, aumentando o seu prazo de validade (Wybauw, 2004). Em ambos a temperatura e tempo do tratamento variam com o preparado e os microrganismos que poderão estar presentes (Lopes, 2014). A pasteurização e esterilização são processos térmicos, cuja principal diferença reside nas temperaturas utilizadas e consequentemente na vida útil de prateleira do produto final (Lewis & Heppell, 2000), sendo que em ambos a temperatura e tempo do tratamento variam com o preparado e os microrganismos que poderão estar presentes (Lopes, 2014). A pasteurização baseia-se num tratamento térmico aplicado a alguns alimentos prolongando, sem risco, o seu prazo de validade. Efetua-se o aquecimento do produto até uma determinada temperatura (conforme o produto utilizado), mantendo esta temperatura durante um determinado tempo (tempo de pasteurização), esta combinação tempo-temperatura pode mudar dependendo do produto e das suas propriedades (viscosidade, gordura, resíduos sólidos, entre outros) (Ibarrola, Sandoval, & Garc, 2002). A esterilização térmica é a técnica mais comum para a preservação de alimentos. A esterilização ótima tem, por objetivo, assegurar que o produto é exposto a um tratamento térmico adequado durante tempo suficiente destruindo os microrganismos.

O principal risco microbiológico durante a fabricação do chocolate é a *Salmonella*. Embora o chocolate seja um produto relativamente cru e com baixa atividade de água (a_w), em torno de 0.4 - 0.5 a_w , está provado que este não cresce nestas condições mas pode sobreviver em produtos de chocolate durante longos períodos de tempo (Cordier, 1994). A presença de *Salmonella* indica-nos que esta foi introduzida através de matérias-primas ou práticas inadequadas de higiene na fábrica (Beckett, 2009).

Para eliminar a presença de *Salmonella* em grãos de cacau, é necessário aplicar um tratamento térmico obtendo um produto que satisfaça as especificações de massa de cacau geralmente aceites (Beckett, 2009). Considera-se que o processo de torrefação tradicional (temperaturas de 110 – 150 °C durante 15 min a 2 h) é suficiente para destruir microrganismos vegetativos, incluindo *Salmonella* (Beckett, 2009), uma vez que a baixa atividade da água e o elevado teor de gordura conduzem a uma resistência térmica significativamente maior da *Salmonella* na matriz de chocolate (Cordier, 1994). Portanto, os processos higiénicos e práticas de fabrico são essenciais como medidas preventivas para evitar a contaminação cruzada de *Salmonella* (Beckett, 2009). Alguns estudos sobre chocolate contaminado com *Salmonella* foram

publicados, mostram que este microrganismo pode sobreviver durante meses no produto (Craven et al., 1975; D'Aoust et al., 1975).

Os produtos de chocolate são muito sensíveis à contaminação microbiológica, um cuidado extra é vital em todas as fases do processo. Mesmo durante o armazenamento, este pode estar sujeito a contaminações, até, por insetos e roedores. Devendo, por isso, ser armazenado em recipientes selados adequadamente (Beckett, 2009).

2.6 Características Físico-Químicas

O controlo físico-químico do produto é igualmente importante, dando-nos informação do seu comportamento ao longo do processo e condicionará a estabilidade deste durante o seu armazenamento. Segundo Beckett (2009) é essencial o controlo de: (i) teor de humidade e atividade de água, que influencia a estabilidade microbiológica; (ii) teor de gordura; (iii) características reológicas como viscosidade e firmeza; e (iv) propriedades organoléticas.

2.6.1. Atividade de água (a_w)

O controlo do teor de humidade e da atividade da água para a preservação da qualidade dos alimentos reveste-se de grande importância na indústria de alimentos (Rao, Rizvi, & Datta, 2005). A a_w de cada alimento, depende de vários fatores, tais como: temperatura, pH, potencial de oxidação-redução, disponibilidade de nutrientes, inibidores de crescimento no ambiente e aditivos específicos, eventualmente, usado para diminuir a a_w . Nos alimentos com a_w superior a 0.4, as espécies químicas reativas tornam-se solúveis e móveis na água livre, aumentando, por exemplo a taxa de oxidação (Rao et al., 2005). A segurança e/ou qualidade de um alimento é determinada pelo efeito de todas as reações que ocorrem no produto, integradas ao longo do histórico completo do produto até o momento do consumo.

O chocolate apresenta valores de a_w , entre 0.4 – 0.5 (Cordier, 1994), não apresentando condições ótimas para crescimento microbiológico, sobretudo bactérias patogénicas. Um dos métodos físicos mais utilizados para a preservação de alimentos é o processamento térmico (Rao et al., 2005). Assim, a indústria tradicional do chocolate não tem a necessidade de se preocupar em esterilizar ou pasteurizar o seu produto. A grande preocupação destes é manter o produto protegido da humidade e de temperaturas elevadas, a fim de evitar o *sugar-bloom*, desenvolvimento de bolores à superfície e a sua liquefação levando à perda da sua forma, textura e degradação do seu aspeto por via da formação de *fat-bloom*.

Visto o fabrico tradicional de chocolate não ter a necessidade de adaptar um processo de esterilização ou pasteurização, ou manter o processo assético, não se encontra no mercado equipamentos que garantam essas condições. Com vista a solucionar este problema, algumas empresas fornecedoras de produtos para a indústria láctea, têm investigado e investido na solução deste problema, patenteando as tecnologias desenvolvidas.

2.6.2. Propriedades reológicas

Reologia é o estudo da deformação e fluxo da matéria, definição aceite em 1929 pela *Sociedade Americana de Reologia* (Vernier, 1997). Reologia refere-se à relação força-tensão dos materiais. As trocas químicas nos alimentos, frequentemente, ocorrem com o tempo, sendo a temperatura destes também importante (RAO, 1977).

O chocolate é uma suspensão de partículas sólidas dentro de um sistema contínuo de gordura (Beckett, 2009). As propriedades reológicas deste alimento são complexas e dependem de muitos fatores, como a sua composição e condições de processamento (Baixauli et al., 2007), taxa/tempo de cisalhamento e temperaturas (Barnes, Hutton, & Walters, 1989). O estudo da reologia do chocolate é importante, estando relacionado tanto à eficiência dos processos (Servais, Ranc, & Roberts, 2003), quanto à qualidade final e características sensoriais do produto (Ahmed & Ramaswamy, 2006).

A distribuição do tamanho das partículas é um determinante nas propriedades reológicas dos chocolates influenciando diretamente a percepção sensorial (Afoakwa, Paterson, & Fowler, 2007). Beckett (2000) concluiu que as partículas maiores são importantes para a sensação bucal em relação à granulidade, mas as menores são mais importantes no que diz respeito às propriedades de fluxo do chocolate.

Do ponto de vista reológico, o chocolate derretido exibe um comportamento de um fluido não-newtoniano (tensão de cisalhamento não é diretamente proporcional à taxa de deformação, como consequência, podem não apresentar uma viscosidade constante), convencionalmente definido por uma tensão de cedência (energia necessária para iniciar o fluxo) e uma viscosidade plástica (energia necessária para manter o fluxo). Este comportamento está estritamente dependente do processo de fabricação (Afoakwa, Paterson, & Fowler, 2008; Bourne, 2002; Servais et al., 2003), nomeadamente à presença de emulsionantes (Schantz & Rohm, 2005), tamanho das partículas (Fig. 15) (Do, Hargreaves, Wolf, Hort, & Mitchell, 2007), processamento do chocolate (Afoakwa et al., 2007), presença de manteiga de cacau (Afoakwa et al., 2007),

temperatura (Fernandes, Müller, & Sandoval, 2013), utilização de adoçantes (Sokmen & Gunes, 2006), teor de açúcar (Afoakwa et al., 2007), teor de gordura e humidade (S. T. Beckett, 2008).

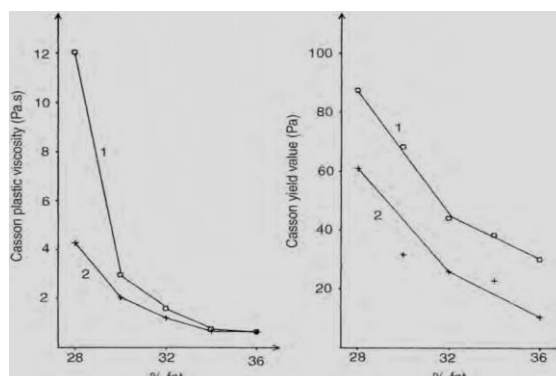


Figura 16 - Influência do teor da gordura na viscosidade em dois tipos de chocolate de leite: (1) chocolate fino; (2) chocolate menos fino (Beckett, 2008)

A presença de lecitina e manteiga de cacau, devido à sua ação lubrificante, reduz as interações entre partículas, aumentando a sua mobilidade, reduzindo assim a sua viscosidade (Vernier, 1997). Esses resultados são corroborados pelos estudos de Dzuy e Boger (1983), Coussot e Ancey (1999) e Larsson (1999) que observaram uma alta dependência do limite de elasticidade e viscosidade aparente sobre o tamanho das partículas e sua interação (Glicerina, Balestra, Rosa, & Romani, 2013). Geralmente, a viscosidade do chocolate é controlada por adição de manteiga de cacau ou modificadores de viscosidade (tais como lecitina de soja) (Afoakwa et al., 2007). Num chocolate o aumento de 1% de gordura pode trazer alterações na viscosidade deste dependendo da gordura já presente no produto. Segundo Beckett (2000), em um chocolate com 32% de gordura a adição de mais 1% não trará grandes alterações à viscosidade deste, mas se o produto apresentar 28% de gordura total, e for adicionado 1% extra de gordura a viscosidade deste apresentará grandes alterações.

Para a aprovação final do produto, recomenda-se que parâmetros de qualidade relevantes sejam determinados, nomeadamente, cor, pH, *flavour*, teor de gordura, finura e microbiologia (Beckett, 2009).

2.6.3. Propriedades organoléticas

Na verdade, as propriedades organoléticas do chocolate são essenciais na aceitação do produto final. O simples facto da sensação de boca causado no ato do consumo já é um parâmetro

sensorial importante. No que diz respeito ao controlo da qualidade, as propriedades organoléticas do chocolate são a força motriz para todas as ações de otimização e monitorização das operações levadas a cabo desde a seleção da matéria prima à obtenção do produto final. Nos pontos anteriores desta fundamentação teórica, várias são as vezes que são referidos fenómenos que podem alterar as propriedades organoléticas do chocolate. Por exemplo, o *fat bloom* ou *sugar bloom* correspondendo à cristalização e migração de manteiga de cacau e açúcares, respetivamente, causando alterações no aspeto, sabor e consistência. Neste sentido torna-se necessário a monitorização dos atributos do produto final, para garantir a aceitabilidade do produto.

No caso das pepitas de chocolate, os problemas de “*bloom*” não são, de uma forma geral um problema, uma vez que estas são posteriormente inseridas numa matriz láctea. No entanto, a firmeza e consistência e sabor, devem ser cuidados, de forma a ir de encontro às expectativas do consumidor.

2.7. Patentes

No que diz respeito à oferta do mercado em pepitas de chocolate, tipo “stracciatella” e desenvolvimentos tecnológicos, a Frulact debate-se com produtos concorrentes e alguns produtos e processos patenteados.

As patentes existentes centram-se em 3 áreas distintas: composição do chocolate (Campina EP0664959 B1 e Danone US 6790466 B1), esterilização do chocolate (Zentis EP0974275 A1 e Agrana US8435585 B2) e processo de fabrico industrial de pepitas (Wild GmbH CA2371834 A1, Zentis EP097333 A2, EP1258525 B1 e US7018670 B2)

O primeiro ponto que se coloca é qual a formulação de chocolate ideal para garantir a estabilidade físico-química e organolética do chocolate num meio aquoso. Em 1999 a empresa Campina submeteu uma patente, EP0664959 B1, afirmando que com um produto à base de gordura de cacau, sólidos de cacau e açúcar, obtém-se pepitas com textura crocante durante pelo menos 5 semanas. Referindo uma formulação com 85 % de gordura e apenas 10 % de sólidos de cacau na formulação, o que, segundo a legislação europeia em vigor (Diretiva 2000/36/CE), para se utilizar a designação “chocolate”, o produto deve conter pelo menos 14 % de sólidos de cacau sem gordura, pelo que com esta formulação, o produto não cumpre com os requisitos mínimos para ser designado de “chocolate” na União Europeia.

Em 2000 a Zentis patenteou um método de esterilização de chocolate, descrito em EP 0974275 A1, onde garante não comprometer as propriedades organoléticas do chocolate e assegurar

uma diminuição microbiana (incluindo esporos) através da combinação de temperaturas, pressões e humidades extremas. Este método consiste em aquecer o produto a uma temperatura entre 115 – 130 °C durante 3 a 30 minutos, com uma pressão atmosférica entre 2 e 4 bar, por adição direta de vapor de água, provocando também a hidratação do produto. Por fim, o excesso de água é retirado, através do sistema de vácuo a baixas temperatura, cerca de 60 °C (Franz Zentis GmbH & Co., 2000).

A empresa Agrana, em 2013, também publicou a patente US8435585 B2 sobre a esterilização de massas de chocolate com vista à redução microbiana. Para a realização do processo, referem a utilização de um contentor cilíndrico agitado, semelhante aos utilizados no tratamento de massas de chocolate, porém com capacidade de realizar uma esterilização. Nesse contentor é adicionado, já previamente liquefeita, a massa de chocolate a 50 °C e 4 % de água, também a uma temperatura de 50 °C. Esta mistura é aquecida a 105 – 110 °C com agitação. Findo este processo a massa de chocolate é arrefecida a 55 °C e a água em excesso é retirada por vácuo.

Relativamente à solidificação do chocolate a empresa WILD GmbH (CA 2371834 A1), em 2002, referiu um processo em que uma massa de chocolate à temperatura de 25 – 30 °C é pingada sobre uma superfície cilíndrica, arrefecida a -20 °C, onde no seu interior circula um fluído (exemplo azoto). Uma espátula promove a separação das pepitas do cilindro e provoca a sua queda para um tanque cónico onde são armazenadas até serem doseadas num xarope. Esta diferença de temperatura promove uma rápida solidificação do chocolate em forma de pepitas. A distância que a gota percorre até à superfície arrefecida permite definir o formato desta.

A empresa Zentis publicou em 2000 uma patente (EP097333 A2), referente à solidificação e corte de chocolate, onde uma massa de chocolate líquida a 40 °C cai em gotas num cilindro com 10 a 30 metros de altura e no qual a temperatura varia entre -80 °C no topo e -160 °C na base. Esta temperatura é mantida por um gás inerte, por exemplo azoto.

Em 2005 a mesma empresa Zentis, publicou uma patente (EP 1258525 B1), descrevendo um outro processo de solidificação e corte. Neste o chocolate com mais de 50 % de gordura a uma temperatura de 30 - 35 °C é injetado sobre um tapete que se encontra a uma temperatura compreendida entre 10 - 20 °C. O arrefecimento da placa de chocolate é efetuado num túnel com um comprimento de 10 a 30 metros, onde circula um gás inerte a uma temperatura de 10 - 15 °C em contracorrente com a massa de chocolate.

Mais recentemente, em 2006 a Zentis publicou uma outra patente (US 7018670 B2), onde o chocolate a uma temperatura entre os 30 - 35 °C é injetado num tapete ou cilindro em movimento, à semelhança do que é descrito na EP1258525 B1, porém a temperatura da

superfície e do ambiente onde esta fase do processo passa a ser, preferencialmente, inferior a - 50 °C, utilizado para isso, um gás inerte. Desta forma o chocolate torna-se sólido mais rapidamente, reduzindo substancialmente as necessidades de espaço e investimento inicial em equipamento. Mencionam ainda que todo este processo é levado a cabo no interior de uma cápsula esterilizada, eliminando a necessidade de utilizar uma sala limpa, reduzindo também desta forma a necessidade de espaço, equipamento e consequentemente custos de produção mais baixos. As pepitas resultantes não apresentam uma superfície brilhante, apreciada na indústria tradicional de chocolate, devido há inexistência de um arrefecimento lento na qual os cristais da gordura se formam na configuração mais estável, porém, visto ser um produto para ser comercializado misturado em preparados de fruta ou iogurte, o aspeto final não fica afetado pois a humidade do meio torna a sua superfície brilhante. Para não comprometer a textura do produto final é referido que a quantidade de manteiga de cacau a incorporar na formulação do chocolate, não deve ser inferior a 50 %.

Apesar das várias patentes existentes, a Frulact apenas identificou duas empresas capazes de fornecer pepitas de chocolate à indústria de lacticínios, com preparados de fruta ou xaropes, nomeadamente a Zentis e a Agrana. Como tal, a Frulact ao dotar-se de conhecimento e tecnologia necessária para fornecer esta tipologia de produtos aos seus clientes irá manter a sua competitividade face aos seus concorrentes e tornar-se-á mais competitiva relativamente aos restantes, podendo assim alavancar as suas vendas nacionais e internacionais.

3. Materiais e Métodos

Este capítulo descreve todos os materiais e métodos usados desde a formulação da matéria-prima – o chocolate, até à obtenção de lascas crocantes de chocolate. São descritas todas as metodologias analíticas usadas para validar os processos produtivos. As metodologias usadas na avaliação de alguns parâmetros de qualidade do produto em estudo foram: teor de humidade, atividade da água, viscosidade e gordura. Também são descritos os processos de higienização, secagem, arrefecimento e solidificação realizados no equipamento protótipo.

Antes da passagem para o desenho do protótipo à escala piloto, foi desenvolvida a receita ideal do chocolate (referido no ponto seguinte) e foram estudados os métodos de esterilização e desidratação ideais para eliminar a carga microbológica, mantendo todas as características desejadas no final: cor, crocância e sabor. Estes resultados, discutidos realizou-se num trabalho anterior da Frulact com a parceria do IPVC-ESTG. Já na fase da realização do trabalho a que esta tese se refere, o fornecedor de chocolate foi alterado e como tal, houve a necessidade de voltar a validar a informação acerca das características do chocolate recebido, assim como fazer uma verificação dos processos anteriormente analisados, visto haver pequenas alterações na formulação deste produto enviado pelo novo fornecedor. Assim sendo, os dados obtidos na tese de Fernandes, 2017 foram considerados, um ponto de partida para esta fase do estudo.

3.1. Formulação do chocolate base

No desenvolvimento deste projeto foi previamente estudada uma formulação base para a produção de uma matéria-prima com características específicas.

Para garantir a estabilidade físico-química, organolética e microbiana dos seus produtos a Frulact desenvolveu uma formulação que permite obter pepitas de chocolate com espessura entre 1,3 a 1,5 mm, capazes de serem dispersas em iogurte a 5 % e mantendo as suas características, descritas em baixo, durante o tempo de vida útil do produto (5 semanas):

- Não corar a massa do iogurte;
- Manter a sua cor característica;
- Manter a textura crocante característica de “stracciatella”.

Na patente EP0664959 foi identificada uma formulação adequada para este tipo de produto, sendo esta uma referência para a receita formulada pela Frulact (Tabela 1).

Tabela 1 - Formulação do chocolate adotado pela Frulact (Fonte: Dados Frulact)

Ingrediente	% de gordura da MP	Quantidade (%)	% de gordura no produto
Manteiga de Cacau	100	60	60
Licor de Cacau	50	30	15
Açúcar	0	10	0
Total	-	100	75

Devido as caraterísticas específicas que esta formulação de chocolate apresenta e sendo este para ser utilizado num meio hidrofílico, este não necessita passar pelo processo de temperagem pois, devido ao elevado teor de gordura este, mantém as caraterísticas desejadas (aspecto) em contato com a massa do iogurte.

3.1.1. Caraterização do chocolate recebido pelo novo fornecedor

A caraterização do chocolate recebido pelo novo fornecedor é muito importante pois só após a rigorosa definição da matriz em termos de percentagem de gordura, humidade e atividade da água, se poderá definir as etapas seguintes, tais como: processo de estabilização microbiológica, reológica e organolética e ainda tomar esta matriz como ponto de partida para todas as análises/estudos que futuramente poderão ser necessários.

3.2. Esterilização do chocolate

A atividade da água (a_w) num chocolate tradicional é muito baixa, entre 0.4 – 0.5 a_w , o que permite que este se conserve à temperatura ambiente sem crescimento microbiano, mas quando em contacto com um meio hidrofílico, este torna-se um meio de propagação microbiológica. Como tal, é difícil eliminar a carga microbiana, em especial a carga esporulada sem recurso à adição de humidade. Foi então desenvolvido em ensaios prévios, um processo conjugando parâmetros de humidade com temperatura e tempo de esterilização, com o objetivo de obter uma massa de chocolate estéril e que solidifique de forma homogénea e estável.

No estudo do processo de esterilização, feito previamente, foi adicionado água em percentagens diferentes e realizadas análises microbiológicas para definição da percentagem de água ideal para a eliminação da carga microbiana. A tabela 2, mostra os parâmetros ideais

obtidos para uma esterilização em batch e a tabela 3 mostra um outro estudo feito numa linha em contínuo com permutadores de tubos concêntricos, sendo este o processo usado industrialmente.

Tabela 2 - Parâmetros da esterilização do chocolate em batch (Fonte: Frulact)

Parâmetros	
Tipo de processo	Batch
Temperatura mínima de esterilização	130 °C
Tempo de holding mínimo	30 minutos
Humidade mínima da massa de chocolate	1,5%
Humidade máxima da massa de chocolate	2,0%

Tabela 3 - Parâmetros da esterilização do chocolate em contínuo (Fonte: Frulact)

Parâmetros	
Tipo de processo	Contínuo
Temperatura mínima de esterilização	140 °C
Tempo de holding mínimo	9 minutos
Humidade mínima da massa de chocolate	1,5%
Humidade máxima da massa de chocolate	2,0%

A partir destes dados o chocolate do novo fornecedor, foi esterilizado. Inicialmente optou-se por experimentar uma adição de água até um total de humidade de 1,3 % tentando assim testar se a eliminação microbológica seria também eficiente como com 1,5 %. Este processo foi realizado tal como o estudo anterior:

1. Pesou-se 4 a 6 kg de chocolate,
2. Derreteu-se o chocolate lentamente na marmita a 45 °C,
3. Ligou-se a agitação forte,
4. Aqueceu-se a massa de chocolate a 95 °C,
5. Adicionou-se água á massa de chocolate de acordo com a % final pretendida,
6. Fechou-se a marmita de forma estanque,
7. Aqueceu-se até aos 130 °C,
8. Efetuou-se um holding de 15 minutos,
9. Despressurizou-se a marmita,

10. Retirou-se amostra para análise microbiológica,
11. Voltou-se a fechar a marmita,
12. Efetuou-se o holding por mais 15 minutos,
13. Despressurizou-se a marmita,
14. Retirou-se amostra para análise microbiológica,
15. Arrefeceu-se até aos 50 °C,
16. Retirou-se o produto da marmita.

3.3. Desidratação

A adição de água ao chocolate provoca alterações organoléticas, tais como: grumos, cheiro intenso e sabor amargo. Para tentar minimizar principalmente o sabor que a adição de água promovia, foi realizada uma desidratação ao chocolate.

Foram testados 2 métodos distintos para o processo de desidratação. O primeiro foi realizado num banho termostaticado com agitação, a descoberto, fazendo uma evaporação natural da humidade. Foram retiradas amostras de hora a hora, para testes organoléticos, avaliando: sabor, crocância e aspeto visual, quando incorporado numa base de iogurte.

O segundo ensaio foi realizado numa marmita a vácuo, testando assim um método que pode ser industrializado.

Estes procedimentos em banho termostaticado e na marmita a vácuo foram realizados da seguinte forma, respetivamente:

- **Banho termostaticado**

- 1) Pesou-se 3 kg de chocolate;
- 2) Derreteu-se o chocolate lentamente a 45 °C;
- 3) Ligou-se a agitação;
- 4) Aqueceu-se a massa do chocolate a 95 °C;
- 5) Adicionou-se a água à massa de acordo com a % pretendida;
- 6) Deixou-se a panela de banho-maria aberta e a agitação ligada para haver uma evaporação natural;
- 7) Retirou-se 2 amostras/hora.

- **Marmita a vácuo**

- 1) Pesou-se 5 kg de chocolate;
- 2) Derreteu-se o chocolate lentamente a 45 °C;
- 3) Ligou-se a agitação;
- 4) Aqueceu-se a massa de chocolate a 95 °C;
- 5) Adicionou-se a água à massa de acordo com a % pretendida;
- 6) Fechou-se a marmita de forma estanque;
- 7) Retirou-se amostra;
- 8) Ligou-se o sistema de vácuo;
- 9) Retirou-se amostras a cada 10 minutos.

3.4. Métodos Analíticos

3.4.1. Atividade da água (a_w)

Como já referido anteriormente o chocolate tradicional apresenta uma baixa a_w (entre 0.4 – 0.5), o que faz com que a carga microbiológica deste esteja latente. Quando o chocolate entra em contato com um meio hidrofílico este passa a conferir todas as condições necessárias para o crescimento microbiológico. Para a eliminação desta carga microbiológica é adicionada água ao chocolate e feita uma esterilização. Análises da a_w são importantes para moitorização do tratamento térmico na redução da carga de esporos.

Para a análise da atividade da água, foi usado um medidor marca Pawkit, modelo Decagon. As análises microbiológicas foram realizadas internamente pelo Departamento da Qualidade da Frulact.

3.4.2. Teor de humidade

A humidade presente no chocolate é tão importante como a a_w , um alto teor de humidade no chocolate para além de conferir um ambiente propício para o crescimento microbiológico, também confere uma textura mole ao chocolate, tirando-lhe a crocância.

Como já referido para a morte térmica foi adicionada água ao produto o que confere grumos, cheiro intenso e sabor amargo, sendo então necessário fazer uma desidratação.

Neste ponto foi analisada a percentagem de humidade para um total de 1,3 %, sendo depois estudada a perda de humidade no processo de desidratação.

O processo de desidratação permite retirar o excesso de água colocado no produto, tentando assim fazer com que este volte às suas características iniciais. Para se avaliar se o processo de desidratação funciona como esperado realizaram-se análises à percentagem de humidade presente inicialmente no chocolate, após a adição de água e durante o processo de desidratação, tentando que este processo consiga pelo menos chegar à percentagem de humidade que o chocolate tinha inicialmente “a cru”.

Estas análises foram realizadas no IPVC, mais precisamente no laboratório de qualidade da ESTG (Certificado por: norma NP EN ISO/IEC 17025, com Acreditação IPAC (L0359)) pelo seguinte procedimento:

- 1) Derreteram-se as amostras na estufa a 65 °C;
- 2) As amostras eram levadas à secar em estufa a 105 °C durante aproximadamente 3 h (para cada amostra realiza-se 3 réplicas, usando 2 amostra padrão, que existiam no laboratório da ESTG);
- 3) De seguida arrefecidas num exsiccador.

As análises de humidade foram realizadas em triplicado. O cálculo da percentagem de humidade é feito por:

$$P \text{ ÁGUA} = (((P \text{ c.petri} + P \text{ amostra(g)}) - P \text{ total}) / P \text{ amostra(g)}) * 100$$

3.4.3. Análises microbiológicas

As análises microbiológicas realizadas pelo Departamento da Qualidade da Frulact envolveram duas fases: quantificação de mesófilos totais, fungos filamentosos e leveduras de acordo com as normas ISO 4833-1:2013 e ISO 21527:2008 e a quantificação e bactérias formadoras de esporos, mesófilos aeróbios, mesófilos anaeróbios, termófilos aeróbios e termófilos anaeróbios, segundo métodos internos da Frulact. Os métodos utilizado para as análises microbiológicas não foram revelados.

3.4.4. Análise de propriedades reológicas

A determinação do comportamento reológico da matéria-prima permitiu ter uma ideia do comportamento do chocolate a diferentes temperaturas. Contribuindo de forma importante na

otimização do desenho/conceção do doseador do equipamento protótipo. Neste trabalho, o parâmetro reológico mais relevante foi considerado a viscosidade. Num sistema não-newtoniano pequenas alterações de temperatura podem resultar em mudanças de fase que podem aumentar ou diminuir a viscosidade drasticamente (Barnes et al., 1989).

Para a determinação da viscosidade foram fundidos 300 g de chocolate num banho termostatzado a +/- 55 °C, sendo continuamente homogeneizado. Foi usado um viscosímetro rotacional a uma velocidade de 30 rpm durante 1 minuto com o spindle nº1. O viscosímetro utilizado, não possui banho-termostatzado, fazendo com que o produto perdesse temperatura, como tal, iniciou-se a medição deste parâmetro a uma temperatura de 53 °C indo retirando pontos de temperatura, com um termómetro analítico, até aos 30 °C sabendo que esta é aproximadamente a sua temperatura de solidificação.

3.4.5. Análise sensorial

A análise sensorial realizada para avaliação das propriedades organoléticas consistiu na avaliação apenas de amostras retiradas do procedimento de desidratação em banho termostatzado.

Para tal, retirou-se uma amostra diretamente do banho para um recipiente com uma espessura o mais idêntico ao que se pretende no produto final (1,3 a 1,5 mm de espessura), colocando-se rapidamente na refrigeração para fazer uma cristalização rápida, como quando feito num processo industrial. Após 2 dias as amostras de chocolate foram cortadas em pequenos pedaços, simulando “stracciatella” e foi incorporado em iogurte numa percentagem de 5 %.

Nesta análise recorreu-se a um painel interno, de profissionais na área de inovação e tecnologia semi-treinados, sendo, todos os produtos desenvolvidos nesta área analisados por este painel de provadores. Nesta análise foram avaliados os seguintes atributos: cor, sabor e textura do chocolate, tendo um produto do mercado como referência (Danone Stracciatella – sólidos e líquidos).

3.5. Otimização do equipamento protótipo

Este trabalho tem como objetivo principal testar/desenvolver um processo de solidificação de chocolate utilizando o equipamento desenhado para o efeito e construído pela Twistop (Engenharia e Equipamentos Industriais, S.A., Portugal) em parceria com a Frulact.

Foram realizados vários ensaios, com o intuito de obter as metodologias ideais para a solidificação de chocolate. Durante este processo foram realizadas algumas modificações ao nível do equipamento, sobretudo, mecânicas, térmicas e de automação. O esquema 1 mostra os diferentes passos de todos os processos realizados no equipamento protótipo.

Esquema 1 - Metodologias dos processos, realizados no equipamento protótipo.

Processo	Metodologia do processo
Higienização ↓ Secagem ↓ Arrefecimento ↓ Solidificação	a) Liga-se o protótipo; b) Ativa-se o sistema automático para a higienização; c) Abre-se a válvula (manual) do vapor para o interior do protótipo; d) Atinge-se 121 °C, durante 60 segundos (processo automático). a) Despressuriza-se de o liquitrans (depósito de azoto líquido e gasoso), até 5 bar; b) Ativa-se a válvula do azoto gasoso para o permutador de calor; c) Abre-se o vapor para o permutador de calor; d) Abre-se a válvula manual e automática para entrada do azoto aquecido no protótipo; a) Abre-se o azoto líquido; b) Abre-se a válvula do azoto líquido (automática) para a entrada deste no protótipo; c) Arrefece-se o protótipo (ST2), entre -50 e -60 °C. a) Liga-se a bomba do chocolate (chocolate estéril a uma temperatura de 30 - 40 °C); b) Abre-se as válvulas manuais para a passagem do chocolate para o protótipo; c) Liga-se a rotação do cilindro (arrefecido entre -50 e - 60 °C).

3.5.1. Higienização

Esta é a primeira etapa a ser implementada no equipamento protótipo. Tem como objetivo higienizar todo o equipamento no seu interior através de vapor aquecido. A temperatura de higienização deverá atingir 121 °C durante 60s. na tentativa de uma higienização eficaz do

equipamento. Este processo ocorre de forma automática, disparando o cronómetro quando este atinge a temperatura programada.

O tempo necessário para o processo de higienização varia conforme a temperatura inicial do equipamento, sendo que num processo industrial 15 minutos deverá ser suficiente para que o equipamento atinja a temperatura estipulada.

3.5.2. Secagem

A secagem tem como objetivo eliminar de forma eficiente a humidade da parte interna do protótipo, resultante do processo de higienização. A secagem do equipamento é realizada por azoto gasoso aquecido, por meio de um permutador de calor de tubos concêntricos e um aquecedor de ar comprimido, tendo como objetivo atingir 100 °C, permitindo assim uma evaporação e secagem mais eficiente do equipamento.

3.5.3. Arrefecimento

Após o processo de secagem com azoto gasoso aquecido, é necessário fazer um arrefecimento do equipamento, preparando este para o próximo processo de solidificação do chocolate. Este processo é realizado de modo automático no painel de controlo do equipamento. Deste modo, é acionada a abertura da válvula de entrada de azoto líquido no protótipo e aberta a válvula manual do azoto líquido no liquitrans. Este tem por objetivo atingir uma temperatura interna do equipamento na ordem dos -50 °C.

3.5.4. Solidificação

É na fase de solidificação onde o chocolate é cristalizado, tendo como objetivo a formação de lâminas de chocolate crocantes com uma espessura entre 1,3 - 1,5 mm. Para este processo é necessário que o protótipo se encontre a uma temperatura de cerca de -50 °C, no seu interior, e o chocolate, já previamente esterilizado, entre a uma temperatura entre os 30 - 40 °C (tendo sido realizados vários testes até chegar a uma temperatura ótima).

4. Resultados e Discussão

A realização deste trabalho teve como objetivo testar uma máquina protótipo previamente desenhada e construída com o intuito de produzir pepitas de chocolate tipo “stracciatella”. Para tal, foram realizados vários ensaios experimentais aos processos previstos para a produção deste produto. Foram previamente estudadas as características ideais da nossa matéria-prima e os tratamentos que esta deve estar sujeita para satisfazer os parâmetros microbiológicos e organoléticos aceitáveis. Este capítulo dedica-se a mostrar todos os ensaios que foram realizados bem com os seus resultados que servirão de base para a conceção à escala industrial do equipamento e motivarão à continuidade do estudo para otimização do produto final, as pepitas de chocolate para matrizes hidrofílicas.

4.1. Formulação do chocolate base

Caraterísticas do chocolate recebido pelo novo fornecedor:

Tabela 4– Características do chocolate recebido pelo novo fornecedor.

Características	Gordura (%)	Atividade da água (a_w)	Humidade (%)
Resultados	51	0,54	0,66

A Tabela 4 mostra as características do chocolate “cru” recebido pelo novo fornecedor. Estas determinações analíticas permitem ver se este cumpre com a formulação proposta pela Frulact, validando assim o fornecedor da matéria-prima para os próximos processos. A percentagem de gordura (análises realizadas no IPVC-ESTG) obtida está muito a baixo do pretendido (75 %), no entanto o fornecedor disse que tinha tido alguns problemas no processo de conchagem devido à alta percentagem de gordura desta formulação. A dificuldade na homogeneização terá que ser ultrapassada, pelo que o fornecedor irá resolver este problema na próxima produção. Como para já o chocolate recebido é só para testes laboratoriais a baixa percentagem de gordura não foi considerado obstáculo na fase de otimização procedimentos inerentes à condução do equipamento em termos de solidificação. Numa fase posterior dar-se-á importância à textura, pelo que nessa altura a garantia do teor de gordura será indispensável.

4.2. Desidratação

- **Banho termostático:**

A Tabela 5 mostra o tempo e temperatura correspondente a cada amostra retirada para análise do teor de humidade (realizadas no IPVC-ESTG).

Tabela 5 - Tempo/temperatura das amostras de chocolate recolhidas para análises

Amostra	Tempo (minutos)	Temperatura (°C)
1	0	92
2	60	71
3	120	74
4	180	75
5	240	71
6	300	70

Em cada toma das amostras foi retirada uma amostra para as provas sensoriais, sendo o chocolate colocado num recipiente que permitiu formar a espessura, perto da pretendida, para as pepitas de chocolate tipo “stracciatella” (1,3 – 1,5 mm). Após a recolha foi colocado logo na refrigeração para ter um arrefecimento rápido. Após 2 dias da sua produção, as raspas das amostras 1, 3, 4 e 6 foram incorporadas em iogurte a 5 % para análise organolética. Nesta avaliação os resultados foram os seguintes:

- ✓ 1ª Amostra (0 min) - bastante amargo e pouco crocante, massa do iogurte não corada;
- ✓ 2ª amostra (60 min) – um pouco menos amargo que a 1ª amostra, massa do iogurte não corada;
- ✓ 3ª Amostra (120 min) - sabor mais intenso, menos amargo que a 1ª amostra, massa do iogurte não corada;
- ✓ 4ª Amostra (180 min) - sabor menos amargo que a 3ª amostra, crocante, massa do iogurte não corada;
- ✓ 6ª Amostra (300 min) - menos amargo, crocante, massa do iogurte não corada.

A desidratação no banho termostatzado, com agitação e não coberto, foi realizado primeiramente para verificar se o processo de desidratação por evaporação iria resultar num produto mais límpido, saboroso e com um cheiro mais agradável. Como vemos na tabela 6 foram retiradas 6 amostras durante 300 minutos para analisar a perda de humidade durante este período de tempo e fazer teste organoléticos. Para sabermos se este processo resulta em termos de textura, cheiro e sabor foram realizadas provas organoléticas internas, pelo que o resultado nos mostra que com a desidratação o chocolate tornou-se menos amargo, mais crocante e não corava a massa do iogurte. Os resultados levaram a testar este processo numa marmitta a vácuo, sendo este um método mais fiável e usado industrialmente.

- **Marmitta a vácuo:**

Este modo de processamento teve uma duração de 60 min e durante o qual foram tiradas 7 amostras. A temperatura a que o produto se encontrava em cada amostra foi registada bem como a pressão, como se apresenta na Tabela 6.

Tabela 6- Amostras de chocolate retiradas para análises microbiológicas/sensoriais

Amostras	Tempo (min)	Temperatura (°C)	Pressão Vácuo (bar)
1	0	100	0
2	10	85	-0.9
3	20	83	-0.9
4	30	84	-0.9
5	40	83	-0.9
6	50	84	-0.9
7	60	84	-0.9

Tal como no método do banho termostatzado, neste ensaio a amostra para prova sensorial também foi retirada diretamente para um recipiente, que permitiu formar a espessura pretendida para as pepitas de chocolate, tipo “stracciatella”. Após a recolha foi imediatamente colocada na refrigeração para um arrefecimento rápido. Depois de 2 dias foram adicionadas raspas das amostras 1, 2 e 7. Foram selecionadas apenas estas amostras para as provas de análise, uma vez que a amostra 2 apresentava, ao fim de 10 minutos, uma descida de percentagem de humidade muito elevada e a amostra 7, por ser a ultima amostra.

- ✓ 1ª amostra (0 min) - sabor mais intenso a chocolate e pouco crocante;
- ✓ 2ª amostra (10 min) - sem sabor a chocolate, crocante, massa do iogurte não corada;
- 7ª amostra (60 min) - sem sabor a chocolate, crocante, massa do iogurte não corada.

Nas provas organoléticas, feitas internamente, a amostra 2, após 10 minutos, e a amostra 7, após 60 minutos, dão ambos os resultados pretendidos: sem sabor a chocolate, pois em comparação com produtos de “stracciatella” já existentes no mercado o chocolate não apresenta sabor sendo a adição de aromas que fornecem o sabor a chocolate, pedaços de chocolate crocantes e o chocolate não cora a massa do iogurte.

Foi possível observar que após 10 min de desidratação na marmita a vácuo, obteve-se o resultado pretendido, como mostra no ponto 4.3.2.

4.3. Métodos analíticos

4.3.1. Atividade da água (a_w)

Visto o produto a seco apresentar 0.66 % de humidade e termos como objetivo ter 1.3 % de humidade total foi então adicionado 0.6 % de água a esta formulação de chocolate. A Tabela 8 mostra-nos a a_w e a percentagem de humidade presente no chocolate antes e após a esterilização, antes de realizar a desidratação deste. No final da esterilização foi retirada uma amostra estéril para análises microbiológicas (gráfico 4, ponto 4.3.3.).

Tabela 7 – Dados da atividade da água e da humidade (%) presentes no produto antes e após a esterilização

	Antes da esterilização	Após a esterilização
Atividade da água (a_w)	0.54	0.66
Humidade (%)	0.66	1.3

4.3.2. Teor de humidade

- **Banho termostático**

A Tabela 8 mostra o tempo e a temperatura em que se encontravam as amostras retiradas para análise da percentagem de humidade (dados registados no apêndice I).

Tabela 8 - Amostras de chocolate retiradas para análises microbiológicas/sensoriais

Amostra	Tempo (minutos)	Temperatura (°C)
1	0	92
2	60	71
3	120	74
4	180	75
5	240	71
6	300	70

Tabela 9 – Média da % de humidade em cada amostra recolhida

Nº amostra	Média da % de humidade presente	Desvio Padrão
1	1,492	0,052
2	1,369	0,043
3	1,241	0,057
4	1,218	0,085
5	1,169	0,055
6	0,903	0,030

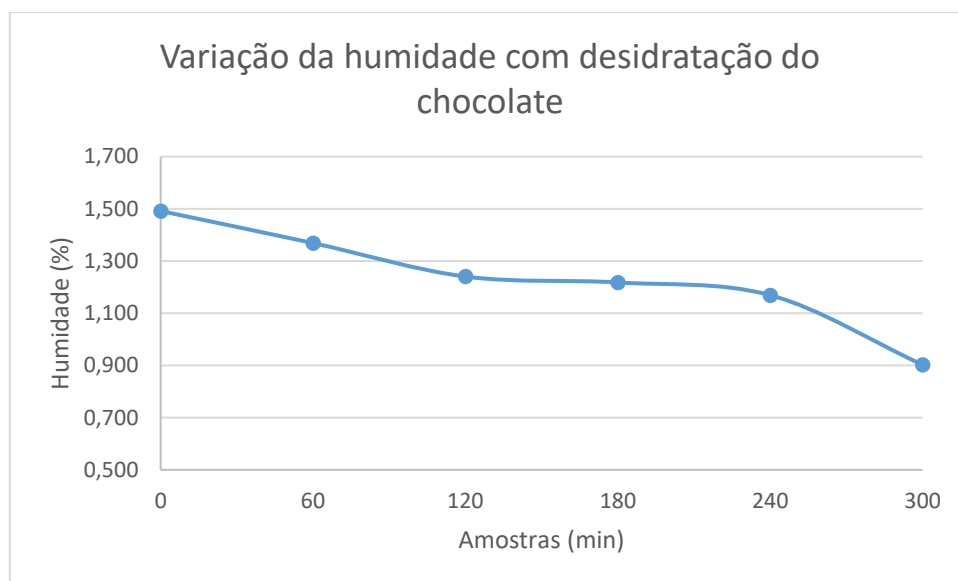


Figura 17 - Percentagem de humidade perdida por amostra/tempo

- **Marmita a vácuo**

As amostras que foram retiradas a cada 10 minutos (tabela 6) e a sua respetiva temperatura e pressão. Seguidamente estas amostras foram analisadas quanto à percentagem de humidade perdida por tempo (Tabela 11). As análises de humidade foram realizadas em triplicado (dados registados no apêndice I).

Tabela 10 - Percentagem de humidade de cada amostra retirada da marmita a vácuo

Nº amostras	Média da % de humidade presente	Desvio padrão
1	1,364	0,095
2	0,511	0,008
3	0,556	0,129
4	0,481	0,039
5	0,451	0,054
6	0,428	0,026
7	0,595	0,278

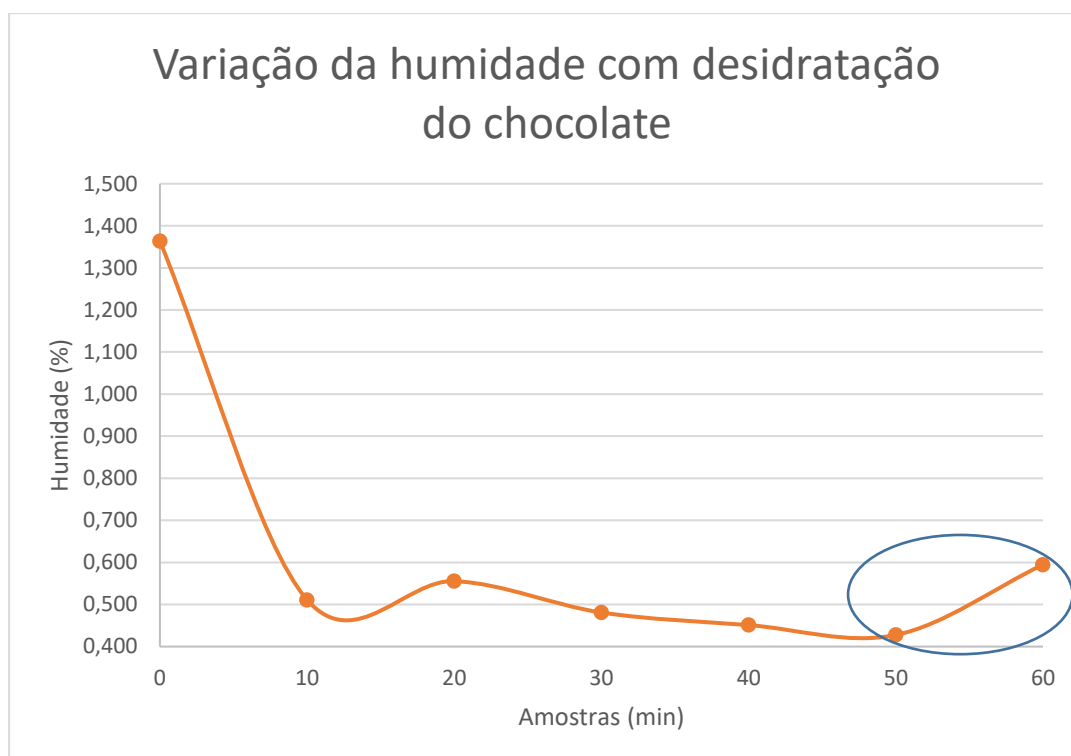


Figura 18 – Percentagem de humidade de cada amostra retirada da marmita a vácuo

Na amostra 7 houve um problema com a amostra dentro da caixa de petri dando um valor de % de humidade errado.

Neste processo, foram retiradas 7 amostras de chocolate durante 60 minutos, sendo nestas analisado o seu teor de humidade e realizadas provas organoléticas. Através da Tabela 12 e da Figura 18, verificou-se que existe uma descida muito acentuada da 1ª amostra para a 2ª amostra com apenas 10 min de vácuo, passando de uma % de humidade de cerca de 1,36 % para cerca de 0,51 %. Isto indica-nos que em apenas 10 minutos de vácuo temos a % de humidade que pretendemos. Industrialmente o processo de desidratação a vácuo realizar-se-á durante 20 minutos para nos certificarmos que a % humidade final do produto vai aos 0,5 %.

4.3.3. Análises microbiológicas

Os resultados da monitorização microbiológica, apresentados na Figura 19, mostram que com 1,3 % de humidade total no chocolate não é suficiente para a eliminação de toda a carga microbiológica, existindo a presença de mesófilos totais numa quantidade muito pequena. Podemos concluir que a presença de 1,5 % de humidade total será o ideal para a eliminação microbiológica total, o que deverá ser futuramente novamente verificado.

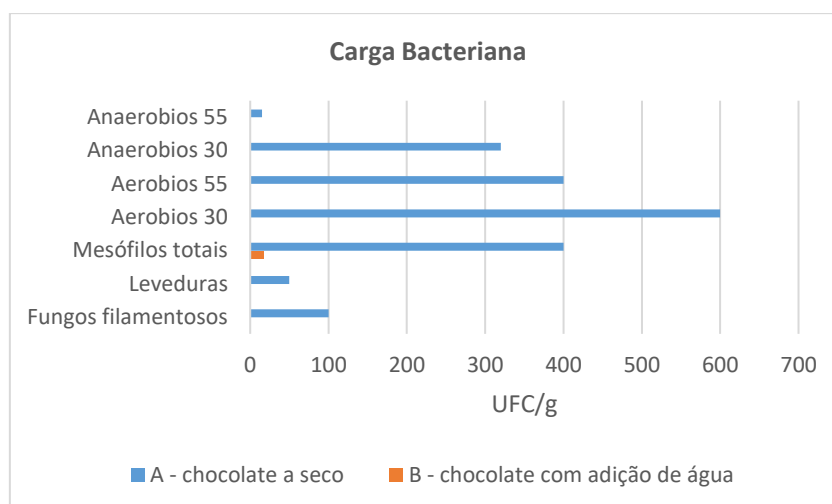


Figura 19 – Análises microbiológicas (UFC/g) realizadas pelo departamento de qualidade da Frulact

4.4. Viscosidade

Como esperado, a viscosidade do chocolate aumenta com a diminuição da temperatura (Gráfico 5). A 50 °C o chocolate produzido é muito líquido devido à elevada % de gordura. Aos 30 °C, perto do seu ponto de solidificação, este continua com uma textura líquida, o que permite trabalhar com o chocolate mais próximo do seu ponto de fusão tendo menos gastos de energia e um período mais curto de tempo para ocorrer a cristalização do chocolate.

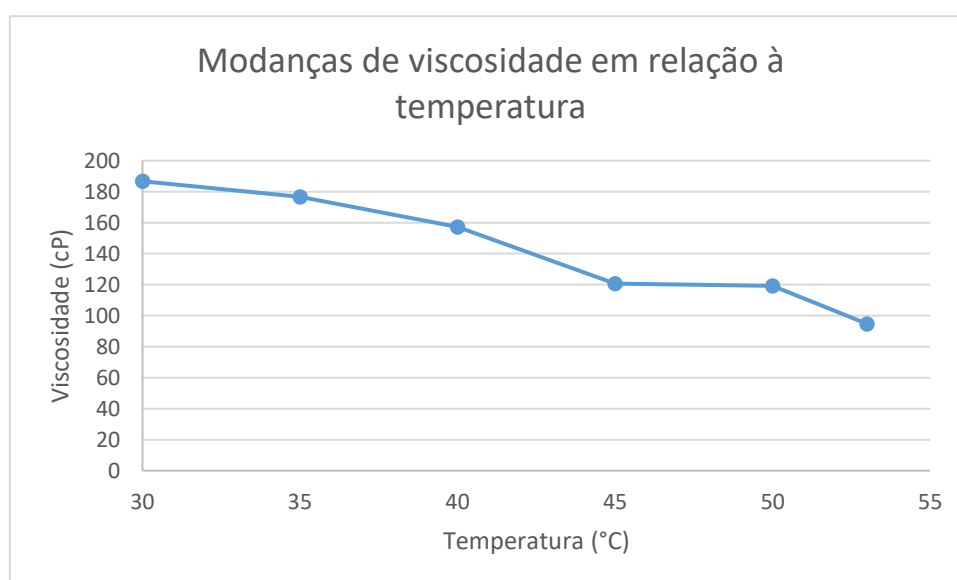


Figura 20 - Alterações da viscosidade do chocolate em relação à temperatura

4.5. Otimização do equipamento protótipo

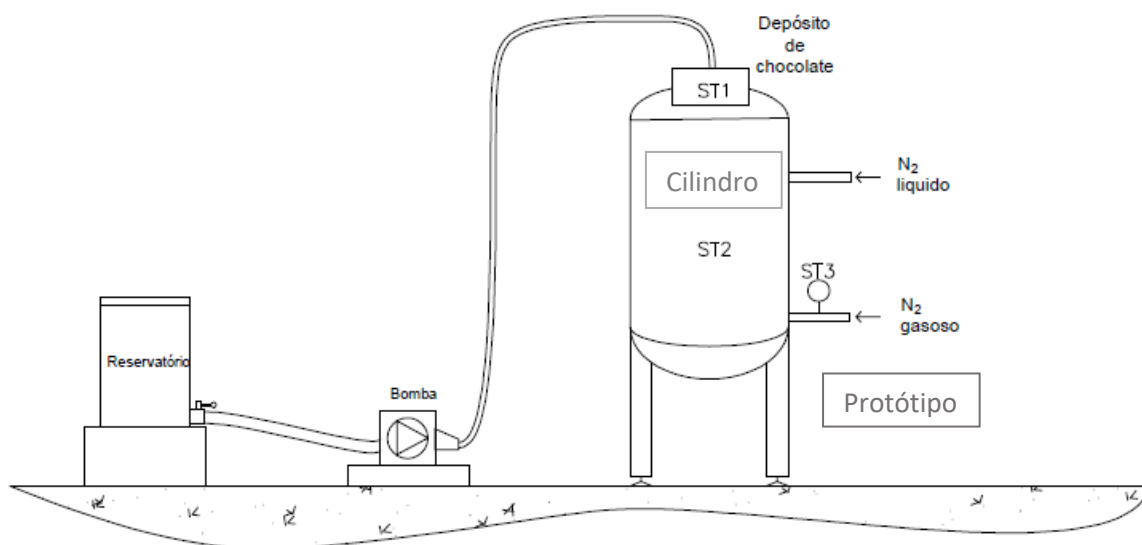


Figura 21 -Desenho do protótipo utilizado para os ensaios de produção de pepitas de chocolate tipo stracciatella

Na Figura 21 está ilustrado o desenho do equipamento protótipo usado para os ensaios na Frulact. O chocolate é colocado no reservatório a uma temperatura entre 40 – 50 °C sendo enviado através de uma bomba lobular para o equipamento protótipo, onde é solidificado.

4.5.1. Higienização

A etapa de higienização foi objeto de estudo, por se tratar de uma etapa para garantir a assepsia do processo. Em todos os ensaios onde foi realizada a higienização do equipamento, o processo foi capaz de responder ao esperado, atingindo 121 °C durante um holding de 60 segundos, como mostra a Tabela 12. O tempo necessário para o equipamento atingir os 121 °C varia com a temperatura interna da máquina.

Estima-se que este *set-point* será suficiente a nível industrial uma vez que o produto já entra esterilizado e o equipamento nunca irá ser aberto, este é um processo realizado no início de cada produção para garantir a qualidade do produto e para fazer uma limpeza à máquina antes de cada utilização. Numa produção industrial o equipamento não deverá parar, logo não necessita de um processo de desinfecção diário, sendo este realizado com pouca frequência.

Tabela 11 - Parâmetros de processo dos ensaios de higienização no equipamento protótipo.

Ensaio	Temperatura de higienização (°C)	Tempo de holding (s)	Tempo necessário para atingir 121 °C (min)
Ensaio 1	121	60	----
Ensaio 2	121	60	----
Ensaio 3	121	60	7
Ensaio 4	121	60	8
Ensaio 5	121	60	7
Ensaio 6	121	60	6
Ensaio 7	121	60	13
Ensaio 8	----	----	----
Ensaio 9	121	60	11
Ensaio 10	----	----	----
Ensaio 11	----	----	----

Os ensaios sem dados na tabela, referem-se a ensaios realizados sem a análise deste processo.

Como se pode verificar pelos dados apresentados na Tabela 12, o ensaio 7 foi mais demorado, até atingir os 121 °C, muito provavelmente devido à temperatura interna, estima-se que 10 minutos serão suficientes para uma higienização eficaz. No processo industrial o ideal será realizar o processo durante 15 minutos garantindo assim a eficácia do processo.

4.5.2. Secagem

O processo da secagem nem sempre foi eficaz, sendo necessário realizar algumas modificações no equipamento com o objetivo de melhorar o processo. A Tabela 13, resume os resultados obtidos nos ensaios e as alterações necessárias até chegar a um processo eficaz de secagem do equipamento.

Discussão de resultados

Tabela 12- Parâmetros de processo e resultados dos ensaios de secagem no equipamento protótipo.

Pontos de análise Ensaio	ST1 máximo (°C)		ST2 máximo (°C)		Pressão, entrada de N ₂ gasoso (bar)	Temp. N ₂ à entrada (°C)	Δt (min)	Observações	Alterações
	Inicial	Final	Inicial	Final					
Ensaio 1	-		60		-	-	5	Secagem não foi eficaz	
Ensaio 2	-		-		-	-	15	Secagem não foi eficaz	
Ensaio 3	-		75		3	-	52	Secagem eficaz	Permutador de calor. Fig. 17 (1) Válvula de regulação fina na entrada de N ₂ gasoso. (2)
Ensaio 4	-		75		3		60	Secagem eficaz	
Ensaio 5		131		111	2.2	57	48	Secagem eficaz	
Ensaio 6	75	79	97	80.4	4	87	20	Secagem eficaz	Aumento da pressão de N ₂ gasoso. (3)
Ensaio 7	105	91.6	94.8	80.6	4.2	85	21	Secagem eficaz	
Ensaio 8									
Ensaio 9	123	88.1	104	88.6	4	84	19	Secagem eficaz	
Ensaio 10									
Ensaio 11									

Inicialmente, este processo foi feito com azoto gasoso não aquecido, o que como se pode verificar nos resultados dos ensaios 1 e 2, o processo não foi eficaz. Para solucionar este problema, foi incorporado ao sistema um permutador de calor de tubos concêntricos (Fig. 22), Tabela 13 (1), com o objetivo de aquecer o azoto o máximo possível, sendo o ideal em torno dos 100 °C, fazendo com que a humidade existente no interior do equipamento seja arrastada e evaporada na totalidade

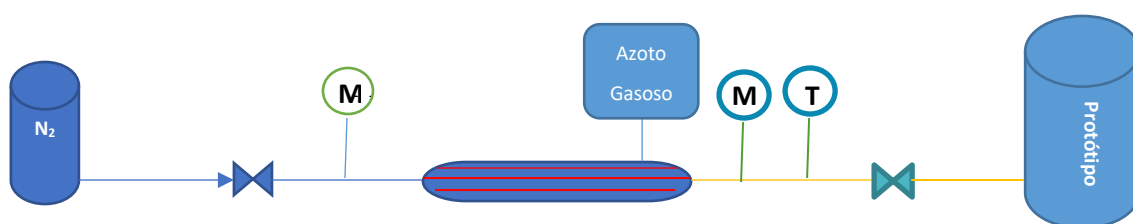


Figura 22 - Permutador de calor tubular entre o depósito de azoto e o protótipo.

O permutador utilizado é do tipo tubos concêntricos onde os fluídos circulam em contracorrente. O vapor admitido é utilizado para elevar a temperatura do azoto gasoso que se apresenta à temperatura ambiente, até à temperatura máxima possível. Como se pode ver dos resultados da Tabela 13, no ensaio 3, 4 e 5 a secagem mostrou-se eficaz, mas mais demorada, para finalizar o processo. Visto ser um processo que requer muito tempo e não se mostrar muito fidedigno, pois a temperatura atingida no interior do protótipo era baixa, por volta dos 50 °C, foi estudada e analisada a relação entre a pressão da entrada do azoto na câmara com a temperatura que este atinge, dada por um manómetro colocado à entrada da máquina, concluindo que quanto mais alta for a pressão do azoto mais alta é a temperatura que este atinge, Tabela 13 (3). Após o ensaio 6 verifica-se que a temperatura máxima conseguida, por este sistema, foi de 87 °C com uma pressão de 4 bar, reduzindo o tempo do processo para 20 minutos. Mais recentemente foi adaptado um aquecedor de ar comprimido, após o permutador e fazendo ligação à máquina, conseguindo-se atingir uma temperatura máxima do azoto gasoso de 99,8 °C. Este equipamento foi testado apenas para verificação do funcionamento, não sendo utilizado em nenhum ensaio completo, não estando assim assinalado na Tabela 13.

Inicialmente a entrada de azoto gasoso era feita através da ativação de uma válvula automática (on/off), no entanto esta válvula não permitia o correto controlo da admissão de azoto gasoso na câmara. Assim sendo, optou-se por uma válvula de regulação fina, Tabela 13 (2), que permite abrir mais ou menos de acordo com as necessidades.

4.5.3. Arrefecimento

O processo de arrefecimento também sofreu algumas alterações durante os ensaios (Tabela 14).

Tabela 13 - Parâmetros de processo e resultados dos ensaios de arrefecimento no equipamento protótipo

	ST1 máximo (°C)		ST2 máximo (°C)		Pressão câmara (bar)	Abertura válvula azoto líquido (segundos)	Δt (min)	Observações	Alterações
	Inicial	Final	Inicial	Final					
Ensaio 1	-			-10		Manual		Arrefecimento não foi eficaz	
Ensaio 2	-		-	-50		4 aberto / 12 fechado	15	Arrefecimento eficaz	Redução de 16 para 4 o número de furos do difusor de azoto líquido. (1) Electroválvula (2)
Ensaio 3	-		72	-50		50 aberto / 1 fechado 10 aberto / 6 fechado	25	Arrefecimento eficaz	
Ensaio 4	-		70	-50		Manual (devido a intervenção na válvula)	25	Arrefecimento eficaz	
Ensaio 5	65	21,5	65	-77			32	Arrefecimento eficaz	
Ensaio 6	77		75	-60			21	Arrefecimento eficaz	
Ensaio 7									
Ensaio 8									
Ensaio 9	85,8	65,5	82	-55	1,6	50 aberto / 1 fechado	25	Arrefecimento eficaz	
Ensaio 10									
Ensaio 11	21,3	-1,9	20,4	-50	0,8	Manual	21	Arrefecimento eficaz	Ajuste manual do azoto líquido. (3)

O difusor (Figura 23) de saída de azoto líquido, desenhado inicialmente era composto por 16 difusores. Devido à difícil manutenção da temperatura do cilindro, reduziu-se para 4 difusores Tabela 14 (1), o que permitiu um melhor controlo da temperatura, diminuindo as variações muito bruscas desta.

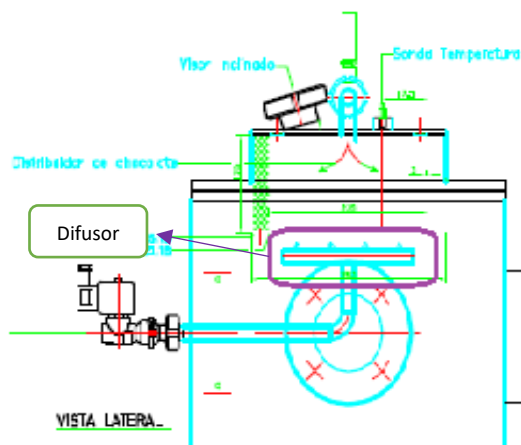


Figura 23 - Parte superior do equipamento protótipo

Nos primeiros ensaios do arrefecimento a alimentação de azoto líquido era feita por uma válvula automática (on/off) acionada no painel de controlo da máquina. Tendo como objetivo manter a temperatura do interior do protótipo o mais constante possível e visto a válvula automática (on/off) não o fazer, foi sugerido a aplicação de uma electroválvula, Tabela 14 (2), a fim de regular automaticamente o tempo de abertura e fecho da válvula. Após alguns ensaios, com problemas no processo, verificou-se que um dos problemas era as variações de pressão que o sistema de abertura e fecho da entrada do azoto provocava, pois quando a pressão interna da máquina passava a pressão da entrada do chocolate, a passagem do chocolate parava provocando a cristalização do chocolate nas chapas e por vezes no interior do doseador. Na tentativa de ultrapassar estes problemas, o sistema automático foi desativado voltando-se à utilização da válvula de regulação fina, Tabela 14 (3). Numa fase posterior, este sistema automático, terá que ser ajustado.

4.5.4. Solidificação

O objetivo da etapa de solidificação do chocolate era obter lâminas de chocolate estaladiças com uma espessura entre 1,3 a 1,5 mm para em seguida serem partidas em formato de “stracciatella” (processo ainda não adaptado ao protótipo). Para tal, foi necessário testar vários doseadores e métodos até se obter o desejado. Este processo revelou-se complexo, sendo feitas várias alterações nas variáveis inicialmente previstas e que se resumem na Tabela 15.

Discussão de resultados

Tabela 14 - Parâmetros de processo e resultados dos ensaios de solidificação no equipamento protótipo

Ensaio	Temp. chocolate (°C)	ST1 máximo (°C)		ST2 máximo (°C)		Pressão câmara (bar)	Pressão depósito (bar)	Pressão bomba (bar)	Bomba (%)	Cilindro (%)	Resistência (%)	Δt (min.)	Chapas	Observações	Alterações
		Inicial	Final	Inicial	Final										
Ensaio 1		-												Solidificação não foi eficaz	
Ensaio 2		-		-								15		Solidificação não foi eficaz	✓ Válvula de retenção da alimentação de chocolate. (1) ✓ Alterar a superfície do cilindro. (2) ✓ Alteração da posição do raspador. (3) ✓ Adição de um bypass na bomba. (4) ✓ Alteração da ativação do aquecimento de ST1. (5)
Ensaio 3	60	-		50		2,3		2,5		50			Vários furos 0,75mm de diâmetro	Solidificação não foi eficaz	✓ 2 Válvulas na entrada de chocolate e um manômetro entre as válvulas. (6) ✓ Redução da potência de aquecimento do depósito de chocolate. (7) ✓ Alteração do termômetro ST1 (8)

Discussão de resultados

Ensaio 4	60	50		-50		2,2		2,5		50 / 25 / 15			Pequenos furos de 0,8 mm	Solidificação não foi eficaz	✓ Nova bomba (9)
Ensaio 5															
Ensaio 6															
Ensaio 7															
Ensaio 8	52,6	47	41	-50	-50	2 / 1,8	2,2 / 2,1	2,2 / 2,2	100 / 55 / 80				3 Furos	Solidificação não foi eficaz	
Ensaio 9	50	-2	-2	-40	-41	1,4 / 0,8	1,6 / 1	1,8	40 / 20 / 10	15	5		3 Furos / sem chapa	Solidificação não foi eficaz	✓ Remoção da chapa. (10)
Ensaio 10	52	-2	13	-60	-36	1,8	2,1	2,1	100 / 70 / 60 / 50 / 30 / 20	15 / 5	15	6	Sem chapa		
Ensaio 11	85	21	-2	20	-50	0,8						11	Sem chapa	Solidificação não foi eficaz	✓ Novo doseador (11)

Quando iniciado o processo de solidificação, a bomba (KSF50; ficha técnica no anexo 8.1) para transporte do chocolate, encontrava-se ligada diretamente à tremonha sem nenhuma válvula de retenção, Tabela 15 (1). O chocolate ao passar diretamente da bomba para a tremonha, ficava sujeito às variações de pressão do interior do protótipo. Quando esta pressão interior era superior à pressão do chocolate este entrava muito lentamente, o que por vezes provocava a cristalização do chocolate no doseador. Por outro lado, quando a pressão interna era inferior à do chocolate o débito era muito elevado, chegando mesmo a escorrer líquido e depositar-se no fundo do protótipo. Para tentar controlar o caudal de chocolate foram adicionadas duas válvula e dois manómetros, Tabela 15 (6) (válvula - manómetro - válvula - manómetro) antes da entrada do produto na tremonha, permitindo fazer a passagem do chocolate só quando fosse desejável, fazendo também com que este passa-se com mais pressão ao ser estrangulado. A incorporação das válvulas permitiu fazer um controlo das pressões do chocolate em relação à pressão interna da câmara.

Ainda nesta fase, Inicialmente, a parte externa do cilindro (que se encontra em contacto com o produto) apresentava várias ranhuras na horizontal, Tabela 15 (2). Nestas, poderia ficar produto acumulado e/ou retido no raspador (colocado por baixo do cilindro, com a função de retirar o chocolate que poderá vir agarrado ao cilindro). Ao longo destes ensaios, verificou-se que este estaria mal colocado. Uma vez colocado na parte de trás do cilindro, não havia visibilidade e ainda por cima, no mesmo sentido de rotação do cilindro, anulando toda a sua funcionalidade, Tabela 15 (3).

A bomba KSF50 inicialmente apresentava um caudal 300 l/h, o que, para a capacidade do protótipo e tamanho do cilindro, era excessivo. A capacidade prevista deste protótipo deveria ser aproximadamente 30 l/h, para reduzir o caudal da bomba foi introduzido no desenho um bypass, Tabela 15 (4). Esta decisão melhorou o debito, no entanto, com esta bomba, nunca foi atingido o caudal pretendido.

O chocolate solidifica por volta dos 30 °C, o que indica que este tem de ser mantido a uma temperatura igual ou superior a 30 °C desde o depósito de chocolate até ao protótipo. Para que tal aconteça a tremonha do doseador é aquecida por resistências elétricas, inicialmente colocadas na parede destas, sendo ativadas quando iniciava o processo de arrefecimento no protótipo. Durante cerca de 20 minutos, tempo para o processo de arrefecimento estar finalizado, as resistências da tremonha estavam ligadas sem produto, isto, provocava um sobreaquecimento das paredes da tremonha o que, quando o chocolate entrava em contacto com estas “torrava” formando pedaços de chocolate queimado que entupia as chapas de

passagem do chocolate (ilustradas mais à frente). Desativou-se a ativação das resistências, Tabela 15 (5), quando era iniciado o processo de arrefecimento, sendo só ativo após a máquina estar arrefecida, tentando assim não sobreaquecer a tremonha do chocolate. Mesmo com a ativação da resistência da tremonha após o arrefecimento do protótipo, a potência deste continuava a ser excessiva, torrando continuamente o chocolate. Reduziu-se então a potência das resistências de 6000 W para 3000 W, Tabela 15 (7).

Quando testada esta alternativa o chocolate voltou a “torrar” na tremonha. Verificou-se então, que talvez o problema não estivesse nas resistências terem uma potência elevada, mas sim no local onde o termómetro (ST1) (Fig.16) indica a temperatura. O sensor de temperatura foi colocado nas paredes da tremonha, Tabela 15 (8). Como a temperatura de ST1 (Fig. 16) era dada das paredes da tremonha não havia informação exata da temperatura do produto, sendo então alterada a posição do termómetro ST1 (Fig. 16) para o interior da tremonha. Esta alteração não foi eficaz, pois o termómetro nem sempre entrava em contacto com o produto, fornecendo não a temperatura do chocolate como esperado, mas do espaço vazio da tremonha.

Ao longo dos testes, concluiu-se que o sistema de controlo da temperatura do chocolate não era o mais indicado, devido ao fenómeno de inércia térmica, sempre que era atingida a temperatura de *set point* o chocolate já estava queimado.

Como referido anteriormente, a bomba KSF50 com o bypass não resultou pois nunca se conseguiu reduzir o caudal para 30 l/h. Adquiriu-se então, uma bomba lobular, Tabela 15 (9) com uma pressão máxima de 2 bar e um caudal de 30 l/h, sendo este o modelo usado para trabalhar com produtos como o chocolate, pois tem a capacidade de trabalhar mesmo que o chocolate cristalize no seu interior (ficha técnica em anexo, ponto 8.2).

Após a aquisição da nova bomba, continuou-se com problemas no processo de solidificação, concluindo-se que talvez o problema não estivesse só na bomba, mas também no sistema de passagem do chocolate da tremonha para o cilindro. A tremonha é composta por um depósito cónico, onde a passagem do chocolate da tremonha para o cilindro é feita através de uma chapa com ranhuras. Foram testadas várias chapas com ranhuras diferentes, ilustrada na Figura 24, 25, 26 e 27 estas ranhuras foram desenhadas com o intuito de, à passagem da pasta de chocolate, possibilitar logo a formação das lascas de chocolate com uma espessura de 1,3 - 1,5 mm.

Chapas testadas:

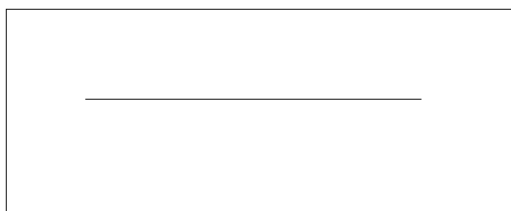


Figura 25 - Chapa com corte de 6 cm de comprimento e 0.8 mm de altura

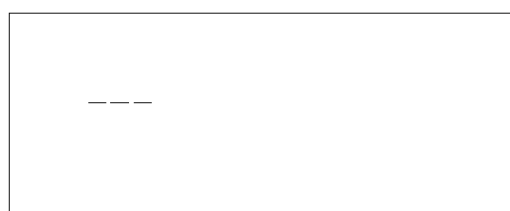


Figura 24 - Chapa com rasgos com 3 mm de comprimento e 0.8 mm de altura

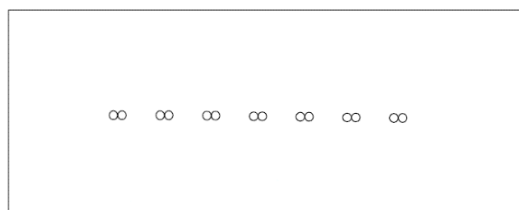


Figura 27 - Chapa com furos seguidos com furação de 0.8 mm e espaçamento de 1 cm entre cada conjunto de 2 furos

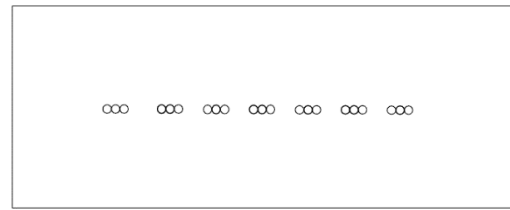


Figura 26 - Chapa com 3 furos seguidos com furação de 0.8 mm e espaçamento de 1 cm entre cada conjunto de 3 furos

Depois de vários ensaios com as diferentes chapas, conclui-se que este método de doseamento do chocolate não será o mais adequado. A chapa de passagem do chocolate estava colocada muito próxima do cilindro, que arrefecido a -50 °C, provocava a imediata cristalização deste, e sobretudo quando o chocolate sai a baixa pressão ou quando não estivesse a fluir. Mais, verificou-se que por vezes chegava a solidificar já dentro do doseador, o que provocava o entupimento do sistema, Figura 28. Na tentativa de corrigir, foi removida a chapa, Tabela 15 (10), fazendo-se a passagem direta do chocolate da tremonha para o cilindro, através de uma fenda, com cerca de 0,5 cm. Esta solução, de retirar a chapa, permitiu ver alguns resultados por mais tempo, apesar de as lâminas de chocolate formadas serem muito grossas e por consequência não solidificarem no cilindro.

Sem se conseguir atingir os resultados esperados, foram estudados e analisados outros métodos para dosear o chocolate, de forma a criar lascas de chocolate com uma espessura entre 1,3 e 1,5 mm. Estes estão referidos no ponto seguinte (4.5.4.1.).



Figura 28 - Estado do doseador após ensaio com as chapas perfuradas

4.5.4.1. Doseadores

Inicialmente o protótipo foi desenhado e construído com a saída do chocolate colocado na tampa do doseador, com duas saídas tubulares, caindo num depósito e pingando para o cilindro através de uma chapa perfurada (referidas anteriormente).

Quando utilizadas as chapas perfuradas, o chocolate apenas fluia pelo cilindro durante alguns segundos acabando por solidificar na chapa, devido à baixa temperatura no interior da máquina, provocando a paragem do processo. A ativação das resistências da tremonha para derreter o chocolate consegue reativar o sistema, porém provoca que o chocolate “torre” nos pontos de contato com as paredes da tremonha.

Como referido anteriormente, retirou-se a chapa e doseou-se o chocolate diretamente sobre o cilindro, utilizando um tubo de inox moldado de forma a assemelhar-se a um bico de pato, Figura 29, com o intuito de formar uma película de chocolate no cilindro. O resultado foi melhor, não ocorrendo entupimento do sistema, porém, devido ao baixo caudal da bomba não se consegue atingir uma pressão suficiente para que o leque de chocolate se forme, criando assim um fio de chocolate no cilindro.

A fim de tentar conseguir uma lâmina de chocolate, construiu-se um novo doseador conforme mostra a Figura 30, onde foi criado um pequeno depósito com uma saída na diagonal direcionada para a parede do depósito. Este doseador foi assim pensado e desenhado com a finalidade de encher o depósito escorrendo o chocolate uniformemente criando uma cortina de

chocolate sobre o cilindro. Com este doseador, verificou-se que o chocolate, após sair do doseador volta a juntar-se num único fio, não formando a lâmina de chocolate pretendida.



Figura 29 - Saída do chocolate em forma de bico de pato

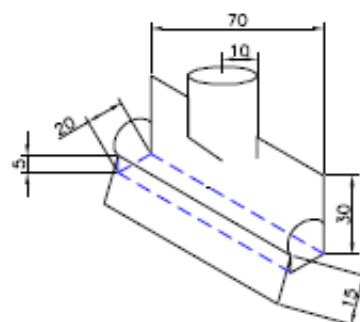


Figura 30 - Doseador de chocolate desenhado pela equipa da Frulact

Por fim, testou-se uma pistola de pressão de ar (de pintar paredes), Figura 31, e verificou-se que, com este sistema se conseguiu formar uma lâmina de chocolate de forma contínua e estável.



Figura 31 - Aplicação de chocolate diretamente no cilindro por uma pistola de pressão de ar

Visto este sistema ter funcionado, pesquisou-se sistemas mais adequados, para a mesma finalidade. Encontrou-se então uma empresa especialista em sistemas de pulverização, tendo eles sistemas e equipamentos já adaptados para chocolate. Foi-nos apresentado um sistema de pulverização que garante: um controle preciso de temperatura, uma cobertura uniforme, mínimo de desperdício e resposta conforme velocidade e produção. Este equipamento é

composto por um sistema de aquecimento através de água quente que permite manter o produto, neste caso o chocolate, derretido do depósito até ao nozzle (ponta do doseador). O sistema permitiu assim, manter o chocolate a uma temperatura a rondar os 30 - 40 °C sem solidificar no doseador.

Para testar este sistema a empresa em causa foi contactada e solicitada para testar o sistema no nosso protótipo. Os testes realizados foram feitos, com uma “panela” capaz de suportar até 7 bar e um sistema de controlo de pressões. O chocolate foi pulverizado diretamente para o cilindro arrefecido (protótipo aberto). Nestes testes foram avaliadas:

- ✓ Pressão do doseador;
- ✓ Distância do doseador ao cilindro e velocidade do cilindro;
- ✓ Espessura e crocância das lâminas de chocolate;
- ✓ Tempo para a cristalização das lâminas.

Este nozzle pulveriza em forma de jato plano, fornecendo uma cobertura uniforme, como ilustra a Figura 32.

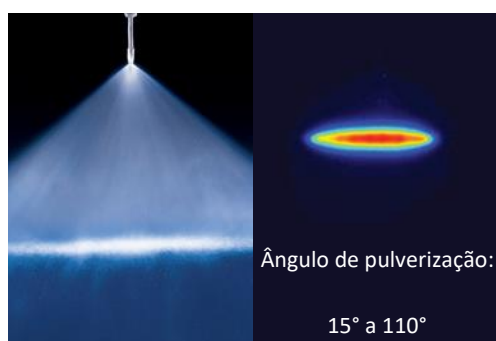


Figura 32 - Plano de pulverização do Nozzle

Este sistema de pulverização é composto por um circuito fechado de água quente, que assegura que a temperatura do produto seja mantida por todo o sistema, desde o tanque até ao bico do pulverizador.

Para o ensaio foram testados dois *nozzles*:

- 0,2 mm, que entupiu logo devido a impurezas no chocolate,
- 0,3 mm, que resultou como esperado. Não foram testados mais tamanhos pois a cabeça utilizada não aceita mais que 0,3 mm.



Figura 33 - Doseamento do chocolate com o Nozzle

Para fazer estes testes, visto que o equipamento precisa estar aberto na parte superior, para permitir colocar o chocolate diretamente no cilindro (Figura 33), e em baixo para facilitar resultado final, adaptou-se uma caixa de esferovite à parte inferior do protótipo (Figura 34), ajudando a não haver tantas perdas de azoto líquido, mantendo assim, o interior da máquina mais tempo arrefecido. Esta caixa adaptada também teve a finalidade de simular a adaptação de um tapete refrigerado por baixo do cilindro, para manter as lâminas de chocolate mais tempo em processo de cristalização.



Figura 34 - Caixa de esferovite adaptada ao protótipo

Foram, então, testadas 2 pressões diferentes, com o Nozzle de 0,3 mm e analisada a largura da lâmina de chocolate e a produção (l/h) os resultados apresentam-se na Tabela 16.

Tabela 15 – Resultados do fluxo de chocolate a diferentes pressões

Fluxo chocolate (bar)	Produção de chocolate (l/h)	Largura das lâminas de chocolate (cm)	Distância do doseador ao cilindro
4	37,73	± 10 cm	± 10 cm
5	50,06	± 14 cm	± 10 cm

À pressão de 4 bar a largura das lâminas de chocolate apresentava-se mais estreita tendo de estar o doseador mais perto do cilindro para produzir lâminas mais largas e mais espessas, como desejado. Com a pressão a 5 bar e com a mesma distância do doseador ao cilindro que com 4 bar verificou-se a produção de lâminas com uma largura de cerca de 14 cm e com a espessura pretendida.

Realizaram-se alguns ensaios analisando as possíveis alterações na espessura das lâminas de chocolate com a variação da velocidade do cilindro e distância do doseador ao cilindro (Tabela 17).

Tabela 16 - Análise da velocidade do cilindro com a espessura das lâminas de chocolate

Velocidade do cilindro (%)	Espessura das lâminas de chocolate (mm)	Distância do doseador ao cilindro (cm)	Pressão (bar)
25	2	10	5
25	1.15	20	5
50	1.16	10	5
60	1.1 / 1.2	10	5
75	1.2	10	5
80	1	10	5

Foram calculadas as rotações por minuto dadas pelo cilindro, conforme a velocidade (%), colocada automaticamente no painel de controlo, verificando-se que a % de rotação não é proporcional às rotações /minuto.

Inicialmente testou-se com a velocidade do cilindro a 25 % (equivalendo a cerca de 4 voltas e meio por minuto) colocando o doseador a 10 cm de distância obtendo-se uma lasca com 2 mm, com o doseador a 20 cm de distância obteve-se uma lasca com 1,15 mm de espessura, mas verificou-se que esta nas pontas apresentava uma maior espessura, não obtendo uma lâmina uniforme. Assim excluiu-se a possibilidade de colocar o doseador a mais de 10 cm de distância do cilindro. Os testes seguintes foram realizados todos a uma distância de 10 cm, do doseador

ao cilindro, alterando-se a rotação do cilindro. Visto a rotação do cilindro não ser uniforme não foi possível chegar a nenhuma conclusão da velocidade ideal para formar lascas de chocolate com 1,3 / 1,5 mm de espessura. Este estudo terá de ser novamente realizado quando os equipamentos estiverem todos devidamente instalados e alterados.

4.5.4.2. Tempo para a cristalização das lâminas de chocolate

Ao longo dos ensaios deparou-se com o facto do chocolate se depositar no fundo do equipamento ainda líquido (Fig. 35), devido à presença de curvas neste. Com estas constatações verificou-se a necessidade de estudar o tempo necessário de contacto com as superfícies frias, até ficar crocante.



Figura 35 - Chocolate derretido/sólido após passar pelo protótipo

Para realizar este estudo foi adaptada uma caixa em esferovite do final do protótipo prolongando e mantendo a temperatura baixa por mais tempo, Figura 30. Este ensaio foi realizado com o protótipo aberto em cima e em baixo. Apesar da caixa de esferovite existiam algumas fugas de azoto líquido, não conseguindo manter a temperatura negativa sempre constante.

No equipamento, após a formação das lascas de chocolate estas são orientadas pelo túnel de esferovite e à saída deste são partidas e mantidas no frio, com o tempo calculado, até se obter a lasca crocante. Durante este processo, verificou-se que o tempo ideal para as lâminas de chocolate solidificarem e ficarem crocantes, como pretendido, é de aproximadamente 1 min, num meio arrefecido a cerca de -50 °C.

A partir destes ensaios foi calculado o tamanho do tapete, que irá ser futuramente adaptado ao protótipo e sabendo que este tapete terá de ter a mesma velocidade do cilindro, para não haver sobreposição das lâminas de chocolate, que o diâmetro do cilindro é de 2,40 cm e que as lâminas de chocolate necessitam de cerca de 1 minuto para solidificarem o tapete terá de ter cerca de 6 metros de comprimento.

5. Método Alternativo

5.1. Método alternativo para a solidificação e moldagem de chocolate aseticamente

Após a realização de vários ensaios com o protótipo concebido para a solidificação do chocolate estéril, no qual o chocolate será solidificado sobre um cilindro arrefecido por azoto líquido, em rotação. Esta operação tem vindo a revelar alguma complexidade, mais do que o expectável, apresentando problemas sistematicamente. Para ultrapassar esta situação, surgiu a ideia de uma técnica em que o chocolate poderia ser solidificado no seio de uma solução viscosa arrefecida. Este tipo de processo já foi estudado por outras entidades, existindo algumas patentes relacionadas a este: Danone WO2006046139 A1, General Mills WO2004008867 A1 e Nestlé US6231902 B1. Segundo algumas pesquisas nenhuma destas patentes foi renovada, não estando de momento nenhuma ativa. O processo laboratorial testado foi realizado na análise e estudo destas patentes.

5.1.1. Patentes

A Danone na sua patente WO 2006046139 A1 de 2006, alega que basta a pasteurização por pressão para não ocorrer crescimento de bactérias esporuladas, em meios com pH inferior a 4.8 à temperatura de 0 a 10 °C, durante pelo menos 30 dias. Nesta patente também referem um método para a solidificação da massa do chocolate, em que injetam uma corrente continua de chocolate, à temperatura de 24 a 38 °C numa corrente paralela de um produto lácteo acidificado à temperatura de 8 a 10 °C. Neste processo o chocolate solidifica rapidamente, sendo posteriormente quebrado em pequenos pedaços ou pepitas.

Outra patente com um método de solidificação similar do utilizado pela Danone é a patente WO 2004008867, criada pela General Mills, em 2004. Este descreve uma metodologia em que o chocolate com 32 a 43 °C é injetado numa corrente de iogurte a menos de 7 °C, provocando assim a sua solidificação em filamentos. O chocolate utilizado apresenta uma percentagem de gordura compreendida entre 24 e 45 %. O injetor de chocolate com a saída em forma de lápis com diâmetro de 1 a 2 mm, colocado de forma a garantir que a corrente de chocolate entre em contato com a corrente de iogurte num ângulo de 15°, facilita a quebra dos filamentos de chocolate solidificados. O tamanho e espessura dos filamentos pode ser regulado através do formato e diâmetro do injetor. A homogeneidade do produto final em termos de quantidade de filamentos de chocolate, é garantida por um agitador estático.

Em 2001, a Nestlé publicou a patente US6231902 B1, onde refere a esterilização da massa de chocolate a uma temperatura de 110 a 130 °C durante 10 a 30 minutos. No processo de solidificação referem uma massa de chocolate a 25 - 30°C com uma massa de mousse láctea entre os 8 a 12 °C, levando cerca de 30 a 60s a solidificar e sendo posteriormente cortada por batimento.

5.1.2. Metodologia

Este método, esquematizado na Figura 31, consiste em “injetar” o chocolate a 30 °C, no seio de um xarope arrefecido a 5 °C no ponto 1. Ambos adicionados já previamente esterilizados.

O xarope encontra-se no interior de uma tubagem e em movimento com uma velocidade suficientemente lenta para que o seu fluxo seja laminar, sendo o chocolate doseado à mesma velocidade no seu interior.

O doseador do chocolate é concebido de modo a formar uma lâmina de chocolate com a espessura pretendida para o produto final e deverá ter uma camisa de água morna a fim de evitar que o chocolate solidifique no seu interior. Desta forma, a lâmina de chocolate é transportada pela secção de tubo 2, envolta em xarope arrefecido, solidificando devido á baixa temperatura do xarope ao final de algum tempo.

O fato de o fluxo ser laminar e o alto teor de gordura do chocolate utilizado, faz com que o chocolate não se disperse ou misture com o xarope até solidificar.

Esta secção de tubo tem uma camisa de água a 5 °C, cuja finalidade é garantir que a temperatura do xarope se mantém baixa ao longo do processo. Para evitar a necessidade de trabalhar no sentido vertical, a viscosidade do xarope deverá ser tal que promova a suspensão do chocolate no seu interior, permitindo que a linha de holding, zona onde o chocolate circula no interior do xarope até solidificar, possa ser estendida na horizontal. A linha não pode ter curvas pois o chocolate torna-se pouco maleável à medida que vai solidificando.

No final de um determinado tempo de solidificação (cerca de 6 a 8 minutos), o chocolate é separado da maioria do xarope através de um filtro com perfuração de 1 mm (zona 3 da Figura 32). Este filtro é um tapete rolante perfurado.

O xarope é recuperado pela aparadeira colocada no interior do tapete perfurado (zona 6 da Figura 32) e reciclado para o sistema onde a sua temperatura será reajustada. O chocolate em pequenas fitas é encaminhado pelo tapete até ao equipamento (ponto 4), que o irá partir em

pequenas partículas tipo “stracciatella”, e posteriormente armazenado em contentor (5). A sua conservação será feita à temperatura de 5 a 10 °C, mergulhado em xarope numa proporção de cerca de 50 % chocolate e 50 % xarope.

O sistema é totalmente isolado do ar ambiente de forma a manter a assepsia através de uma cápsula, ponto 7 da Figura 36.

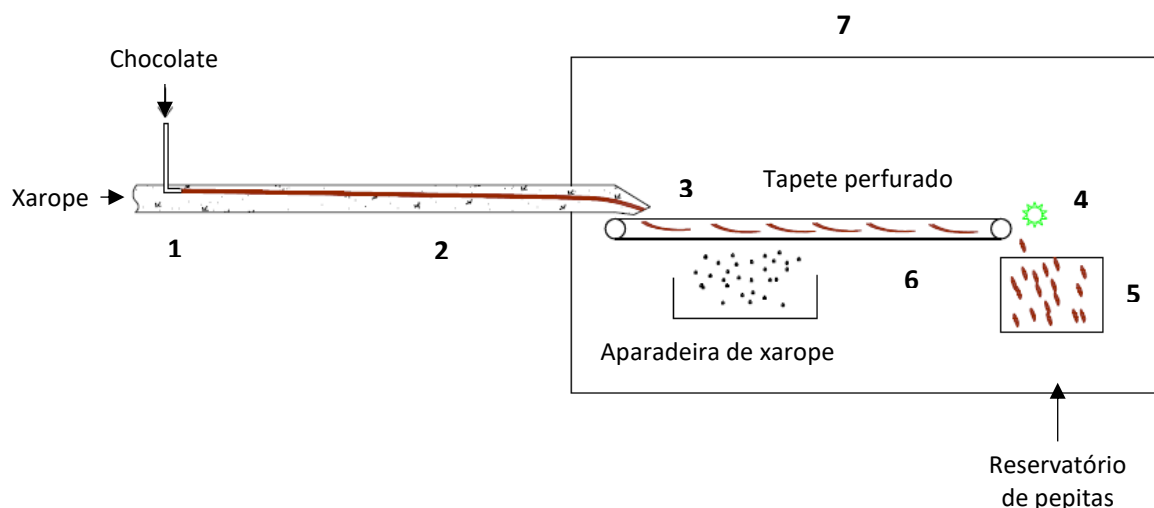


Figura 36 - Layout esquemático do sistema de produção de pepitas

Foram identificadas algumas vantagens deste sistema em relação ao sistema de solidificação de chocolate sobre um cilindro arrefecido por azoto líquido, nomeadamente:

- Facilidade de esterilização do sistema antes de iniciar a produção - o sistema pode ser totalmente esterilizado com vapor antes de se iniciar a produção sem que seja necessário proceder à sua secagem, uma vez que o processo de solidificação se dá em ambiente húmido. A única secção que terá que ser seca é a secção de tubo por onde vai passar o chocolate antes de ser doseado.
- Temperaturas de operação menos extremas - neste sistema a temperatura de operação mais baixa é de 5 °C, pelo que não deverá ser necessário recorrer a azoto líquido para o seu arrefecimento.
- Maior facilidade de controlo do sistema de doseamento de chocolate - como a zona de doseamento não se encontra a temperaturas muito baixas, é mais fácil controlar o doseamento de forma que não se verifique a solidificação do chocolate no seu interior. Será possível também trabalhar com pressões de doseamento do chocolate relativamente baixas, uma vez que será o formado da ponta do doseador que dará a maior parte da forma à fita de chocolate a produzir,

- Produção em contínuo - uma vez que o chocolate vai ser armazenado para utilização posterior, este sistema pode estar a trabalhar em contínuo,
- Escala de produção - para aumentar a capacidade da linha de produção pode aumentar-se o número de tubos de onde o chocolate é doseado e a largura do tapete perfurado,
- Patentes - até agora não foi identificada nenhuma patente em vigor que descreva este sistema de produção.
- Custos de operação - A não necessidade de utilizar azoto líquido torna, provavelmente, este sistema mais barato de operar. Para além disso, o xarope utilizado para solidificar o chocolate pode ser reciclado e reutilizado assim como utilizado para mergulhar as pepitas para armazenamento.
- Custos de construção - aparentemente trata-se de um sistema mais simples pelo que a sua construção e scale-up deverá ser mais barata.

No entanto, este sistema, apresenta também algumas limitações, nomeadamente:

- Limitações de aplicação das pepitas - Como as pepitas são produzidas em ambiente húmido e armazenadas em xarope, a sua utilização em seco ou em percentagens muito elevadas não será possível.
- Necessidade de ser considerado na rotulagem - Como o xarope deverá ter alguma textura, terá que ser usado um hidrocolóide, que obrigará à sua declaração em rótulo do cliente.
- Alterações de forma - Para obter diferentes espessuras de pepitas é necessário alterar o bico do doseador. Em alternativa, ter-se-á que estudar se, alterando a velocidade do xarope em relação ao chocolate, se poderá controlar esse parâmetro.

5.2. Solidificação do chocolate

Este conceito de produção de pepitas foi realizado laboratorialmente, estudando-se o comportamento do chocolate com 75 % de gordura quando doseado a 30-35 °C num xarope a 5 °C. Para tal, colocou-se no depósito (num.1, Figura 33) um xarope à base de água, açúcar e goma xantana, previamente arrefecido a 5 °C, e se fez o mesmo escorrer por gravidade através de um tubo de silicone ((2) da Figura 33). Neste tubo de silicone fez-se um pequeno furo por onde se fez passar a agulha de uma seringa ((3), Figura 33) a fim de injetar chocolate, com 75% de gordura previamente aquecido a 30 °C, no seio do xarope que flui no tubo.

O chocolate escorre a uma velocidade próxima ou igual à velocidade do xarope através do tubo de silicone, solidificando e caindo no depósito ((4), Figura 37) sob a forma de uma fita de chocolate.

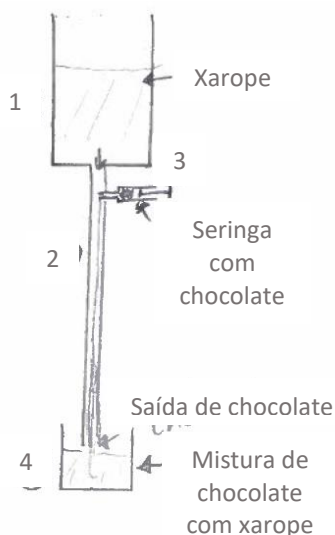


Figura 37 - Esquema laboratorial da solidificação de chocolate num xarope

Uma vez que o comprimento do tubo de silicone desta instalação era relativamente pequeno, cerca de 1 m e a velocidade de circulação do xarope no seu interior não era controlada, o tempo de residência do chocolate no seio do xarope foi muito curto (cerca de 30s), não sendo suficiente para que o chocolate ficasse crocante. Porém, verificou-se que o chocolate não se mistura com o xarope e que solidifica nestas condições sendo que, aproximadamente 8 minutos depois de cair no reservatório já se encontrava crocante.

Para determinar o tempo necessário para que o chocolate com 75 % de gordura, doseado a 30 °C num xarope á base de água, açúcar e goma xantana a 5 °C, doseou-se cerca de 10 g de chocolate em fitas numa tina contendo xarope e retiraram-se pequenas amostras dessas fitas de chocolate ao longo de 10 minutos, obtendo-se os resultados resumidos na Tabela 18.

Tabela 17 - Resultados da determinação do tempo de solidificação do chocolate

Tempo (min)	Observações (propriedades organoléticas)
1	Flexível
2	Flexível
3	Flexível, mas nota-se dureza nas partes mais finas
4	As fitas mais finas já partem
5	Já é possível partir o chocolate
6	Parte com ruído
7	Parte com ruído
8	Estaladiço
10	Estaladiço

De acordo com as observações, verifica-se que, ao fim de 6 minutos já poderá ser possível partir o chocolate e ao fim de 8 minutos o chocolate está já bastante estaladiço. Desta forma, o tempo ideal de contato do chocolate com o xarope antes de ser partido, deverá ser entre 7 e 8 minutos dependendo da espessura da fita de chocolate produzida.

5.3. Viscosidade

Uma vez que se pretende que o xarope contendo fitas de chocolate sólidas no seu interior seja filtrado através de um tapete perfurado, testou-se se o xarope utilizado à temperatura de 5 °C, flui através de um crivo com perfuração de 1 mm. Para tal, fez-se solidificar algumas fitas de chocolate no interior de xarope a 5 °C e posteriormente fez-se passar o xarope através de um crivo, de forma a que as fitas de chocolate ficassem retidas no crivo, Figura 38.



Figura 38 - Filtração do xarope, através de um crivo com 1mm de furação

Foram desenvolvidas duas formulações de xarope com diferentes composições (Tabela 19). Para cada uma das formulações foi analisada a sua viscosidade usando o viscosímetro Brookfield modelo D 220 (Tabela 20).

Tabela 18 - Composição dos xaropes utilizados

Ingrediente	Xarope 1	Xarope 2
Água	✓	✓
Goma Xantana	✓	✓
Açúcar	✓	X
Ácido cítrico	✓	✓

Tabela 19 - Viscosidade determinada para os xaropes utilizados

Viscosidade	Xarope 1	Xarope 2
cP (5,5 °C, Sp2, 20rpm, 1 min)	687,0	-
cP (7,5 °C, Sp2, 20rpm, 1 min)	645,0	-
cP (7 °C , SP1, 20rpm, 1 min)	-	195,0

Verificou-se que ambos os xaropes utilizados fluíam através do crivo de 1 mm, porém, o xarope 1, devido à sua maior viscosidade, demorou mais tempo a escoar obrigando a que, caso se utiliza um xarope com esta viscosidade, se tenha um tapete de filtração com maior comprimento.

Durante a fase de solidificação do chocolate, verificou-se ainda que, em ambos os xaropes utilizados, o chocolate permanece suspenso do seio do xarope, podendo assim prever-se que, a instalação pode ser feita na horizontal.

6. Conclusão e sugestões de trabalhos futuros

6.1. Conclusões

Este trabalho teve como principal objetivo o estudo das etapas de produção de pepitas de chocolate, tipo “stracciatella”, recorrendo a um equipamento protótipo. Este estudo debruçou-se maioritariamente em torno do processo de estabilização de pasta de chocolate e produção das pepitas de chocolate de modo assético, para futura incorporação num meio hidrofílico, como por exemplo o iogurte. Neste sentido, o trabalho desta tese de mestrado, integrando este projeto, centrou-se na Investigação industrial de um novo processo à escala laboratorial e pequena escala piloto que permita esterilizar, solidificar, moldar e dosear o chocolate em preparados hidrofílicos de forma assética, sem recorrer a conservantes. Este estudo permitiu à Frulact alargar os seus conhecimentos, com vista a satisfazer os seus clientes atuais e outros novos, aumentando assim a sua competitividade.

Neste trabalho foram realizadas análises que permitiram a confirmação das características da matéria prima a usar na produção de pepitas, nomeadamente carga microbiológica inicial, teor de humidade e atividade de água e teor de gordura. Esta confirmação foi importante, principalmente na seleção e validação do fornecedor de chocolate.

No que diz respeito ao arranque e implementação do processo de produção de pepitas, o principal obstáculo residiu na otimização da solidificação do chocolate no equipamento protótipo, uma vez que este opera numa gama de temperaturas muito extremas (desde -50 °C a 121 °C) e consequentemente na definição do método para dosear o chocolate sem que este cristalizasse no seu interior. Esta, foi a etapa de maior dificuldade e consequentemente a mais trabalhosa. O desenvolvimento do equipamento, na fase de testes de implementação, revelou, também, que a etapa de higienização do equipamento é crítica, de alguma forma já expectável, sendo alvo de um estudo pormenorizado e que se concluiu com sucesso, tendo sido possível atingir uma temperatura de 121 °C durante um *holding* de 60 segundos, com injeção de vapor. No entanto, este binómio pode necessitar de ser otimizado, se as análises de controlo da qualidade ao produto final, a realizar numa fase posterior, assim o exigirem. Tal não constituirá qualquer problema pois, o tempo de holding pode ser pré-definido no painel de controlo do protótipo, estando assim capacitado para se adaptar ao tempo/temperatura ideal.

Após a higienização do equipamento, segue-se a etapa de secagem da parte interna do equipamento, com o objetivo de eliminar totalmente a humidade resultante da higienização pelo vapor. Nesta etapa, estava previsto o recurso a azoto gasoso aquecido por um permutador de calor e um aquecedor de ar comprimido que permitem atingir uma temperatura máxima de 99.8 °C. Os ensaios realizados até ao momento não foram feitos com a utilização do aquecedor

de ar comprimido, tendo sido apenas usado o azoto gasoso, aquecido só pelo permutador de calor, atingindo-se um máximo de 87 °C e uma secagem eficiente ao fim de 20 minutos.

O processo de arrefecimento tem como parâmetros atingir, uma temperatura mínima de -50 °C, garantindo uma cristalização rápida das lâminas de chocolate. O tempo para o arrefecimento interno do protótipo varia com a temperatura interna a que este se encontrava quando se inicia o processo de arrefecimento. O arrefecimento é feito com azoto líquido ligado diretamente do liquitrans ao protótipo, estando os pontos de saída do azoto dentro do cilindro, virados para a parte superior deste, onde o chocolate tem o primeiro contacto. Neste trabalho, esta etapa, foi também concluída com sucesso, considerando-se definida a fase do arrefecimento.

A última etapa estudada foi a da solidificação, ficando definidas as variáveis de projeto relevante, mas ainda necessitam de ser otimizados. Nesta etapa, interior do protótipo deve estar a uma temperatura de -50 °C, sendo, o chocolate doseado por um sistema de pulverização, a uma temperatura entre 30 - 40 °C. O chocolate será pulverizado diretamente para um cilindro em rotação, que faz com que o chocolate caia num tapete, que se encontra à mesma velocidade do cilindro. O cilindro que se encontra adaptado ao equipamento é muito pequeno não sendo suficiente para a cristalização das lâminas de chocolate. O tempo que o chocolate necessita permanecer num ambiente arrefecido, aproximadamente -50 °C, será de cerca de 1 min para ficar solidificado e crocante como pretendido.

6.2. Trabalhos futuros

Este trabalho não ficou finalizado, sendo necessário, ainda, dar continuidade ao estudo do equipamento protótipo projetado inicialmente, passando pelos seguintes processos:

- Construção do novo doseador adaptado à parte superior do protótipo (já em processo);
- Testes ao novo doseador e voltar a medir os parâmetros velocidade do cilindro/espessura das lâminas de chocolate, assim como as temperaturas previstas para o interior do protótipo e para o chocolate;
- Incorporação de um tapete rolante, arrefecido com azoto líquido, adaptado à parte inferior do protótipo onde as lâminas do chocolate deverão ser guiadas até ele, terminando no triturador. O tapete deverá ter a mesma velocidade do cilindro, para não haver sobreposições do chocolate que lá chega, o percurso do chocolate deverá ter um tempo mínimo de 1 minuto como testado neste trabalho (já definido).

- Aplicação do triturador no final do percurso de cristalização do chocolate (equipamento em fase de análise).
- Depósito de armazenamento das pepitas.
- Outro ponto importante para adaptar ao protótipo é uma marmitta para derreter o chocolate. Adaptar uma marmitta ligada diretamente ao sistema de doseamento do protótipo iria facilitar os testes, conseguindo-se assim manter uma temperatura mais homogénea do produto.

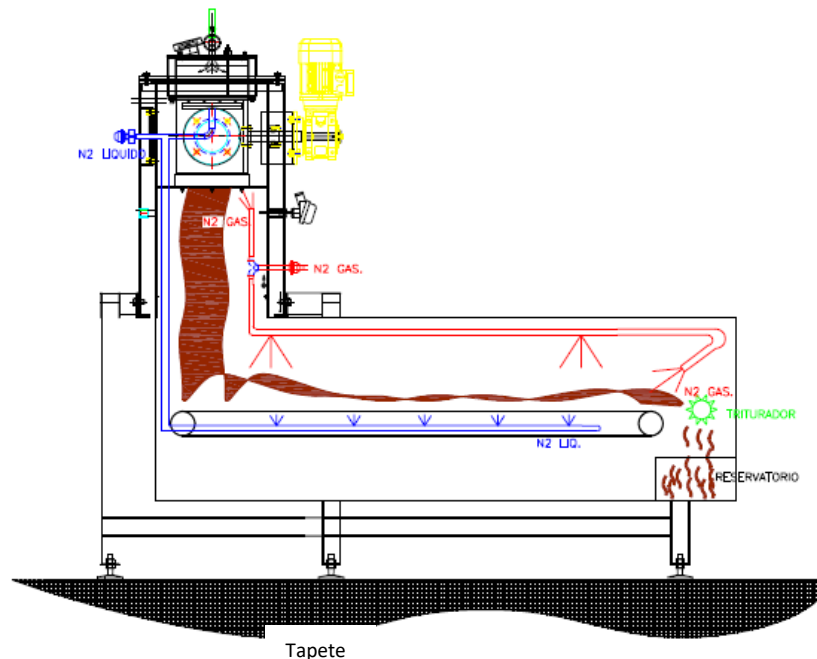


Figura 34 - Desenho do protótipo finalizado

Se for considerado o método alternativo, a fim de dar continuidade a estes ensaios, deverão ser levados a cabo, ainda, os seguintes trabalhos:

- Preparação de uma instalação de testes utilizando a bomba de lóbulos para bombear xarope através de um tubo de silicone horizontal a fim de se testar a viabilidade de se fazer esta instalação na horizontal. O chocolate poderá ser doseado manualmente através de uma seringa;
- Dimensionamento do sistema;
- Desenho de uma instalação piloto;
- Construção de uma instalação piloto;
- Ensaio da instalação piloto.

7. Referências Bibliográficas

- Afoakwa, E. O. (2010). *Chocolate Science and Technology* (1st ed.). Oxford: Wiley-Blackwell.
<https://doi.org/10.1002/9781444319880.fmatter>
- Afoakwa, E. O. (2016). *Chocolate science and technology* (2nd ed.). Oxford: Wiley-Blackwell.
- Afoakwa, E. O., Paterson, A., & Fowler, M. (2007). Factors influencing rheological and textural qualities in chocolate - a review. *Trends in Food Science and Technology*, 18(6), 290–298.
<https://doi.org/10.1016/j.tifs.2007.02.002>
- Afoakwa, E. O., Paterson, A., & Fowler, M. (2008). Effects of particle size distribution and composition on rheological properties of dark chocolate. *European Food Research and Technology*, 226(6), 1259–1268. <https://doi.org/10.1007/s00217-007-0652-6>
- Aguilera, J. M., Michel, M., & Mayor, G. (2006). Fat Migration in Chocolate: Diffusion or Capillary Flow in a Particulate Solid?-A Hypothesis Paper. *Journal of Food Science*, 69(7), 167–174.
<https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2004.tb13615.x>
- Ahmed, J., & Ramaswamy, H. S. (2006). Viscoelastic properties of sweet potato puree infant food. *Journal of Food Engineering*, 74(3), 376–382.
<https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2005.03.010>
- Aikpokpodion, O. P. (2012). *Defining Genetic Diversity in the Chocolate Tree , Theobroma cacao L . Grown in West and Central Africa. Genetic Diversity in Plants*. InTech.
- Akoh, C., & Min, D. (2008). *Food Lipids: Chemistry, Nutrition, and Biotechnology* (3rd ed.). Taylor & Francis, Group.
- Almeida, M. (2003). Efeito da tecnologia pós-colheita na fracção volátil do flavour a cacau. Estudo de uma fermentação em S. Tomé e Príncipe. Retrieved from <https://www.repository.utl.pt/bitstream/10400.5/2199/1/REP-ANAIS-25.pdf>
- Alverson, W. S., Whitlock, B. A., Nyffeler, R., Bayer, C., & Baum, D. A. (1999). Phylogeny of the core Malvales: Evidence from ndhF sequence data. *American Journal of Botany*, 86(10), 1474–1486.
- Baixauli, R., Sanz, T., Salvador, A., & Fiszman, S. M. (2007). Influence of the dosing process on the rheological and microstructural properties of a bakery product. *Food Hydrocolloids*, 21(2), 230–236. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2006.03.014>
- Barnes, H. A., Hutton, J. F., & Walters, K. (1989). *An Introduction to Rheology. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*. Netherlands: Elsevier. <https://doi.org/10.1016/0377->

0257(89)85015-3

- Bartley, B. G. D. (2005). *The Genetic Diversity of Cacao and Its Utilization*. (CABI Publishing, Ed.). London, UK: CABI Publishing. Retrieved from [https://books.google.pt/books?hl=pt-PT&lr=&id=_l40iGVJD64C&oi=fnd&pg=PR7&dq=Bartley,+B.+G.+D.+\(2005\).+The+genetic+diversity+of+cacao+and+its+utilization.+CABI,+Wallingford,&ots=M6L8M5mSY-&sig=-kmqUfcsM30mNRx5ihC5AxxUrvA&redir_esc=y#v=onepage&q=Bartley%252](https://books.google.pt/books?hl=pt-PT&lr=&id=_l40iGVJD64C&oi=fnd&pg=PR7&dq=Bartley,+B.+G.+D.+(2005).+The+genetic+diversity+of+cacao+and+its+utilization.+CABI,+Wallingford,&ots=M6L8M5mSY-&sig=-kmqUfcsM30mNRx5ihC5AxxUrvA&redir_esc=y#v=onepage&q=Bartley%252)
- Beckett, S. T. (2000). *The Science of Chocolate*. (Royal Society of Chemistry Paperbacks, Ed.). Retrieved from [https://books.google.pt/books?hl=en&lr=&id=miv82VGPL9cC&oi=fnd&pg=PR12&dq=Bec kett,+S.+T.+\(2000\).+The+science+of+chocolate.&ots=J3Ma-up17H&sig=7Ac9uGXSX6zM5utkMw1Xf_cF-6o&redir_esc=y#v=onepage&q&f=false](https://books.google.pt/books?hl=en&lr=&id=miv82VGPL9cC&oi=fnd&pg=PR12&dq=Bec kett,+S.+T.+(2000).+The+science+of+chocolate.&ots=J3Ma-up17H&sig=7Ac9uGXSX6zM5utkMw1Xf_cF-6o&redir_esc=y#v=onepage&q&f=false)
- Beckett, S. T. (2008). *"The Science of chocolate."* *The Royal Society of Chemistry* (2nd ed.). UK: The Royal Society of Chemistry. <https://doi.org/10.1089/jam.2007.0571>
- Beckett, S. T. (2009). *Industrial Chocolate Manufacture and Use* (4th ed.). UK: Blackwell Publishing. <https://doi.org/10.1002/9781444301588>
- Belitz, H.D.; Grosch, W.; Schieberle, P. (2009). *Food Chemistry*. *Food Chemistry* (4th ed.). Berlin, Germany: Springer. <https://doi.org/10.1007/978-3-40-69934-7>
- Bourne, M. C. (2002). *Food texture and viscosity : concept and measurement* (2nd ed.). Academic Press. Retrieved from https://books.google.pt/books?hl=pt-PT&lr=&id=S2HNNvSOuf8C&oi=fnd&pg=PP2&dq=Food+Texture+and+Viscosity:+Concepts +and+Measurements&ots=uZPOqkZVzl&sig=kT16EIDRtugWjl6T-NlIAfhmQII&redir_esc=y#v=onepage&q=Food Texture and Viscosity%3A Concepts and Measurement
- Chessman, E. E. (1944). "Notes on the nomenclature, classification and possible relationships of cocoa populations." *Trop Agri* 21, 144–159.
- Cordier, J.-L. (1994). HACCP in the chocolate industry. *Food Control*, 5(3), 171–175. [https://doi.org/10.1016/0956-7135\(94\)90078-7](https://doi.org/10.1016/0956-7135(94)90078-7)
- Craven, P., Baine, W., Mackel, D., Barker, W., Gangarosa, E., Goldfield, M., ... Swanson, R. (1975). INTERNATIONAL OUTBREAK OF SALMONELLA EASTBOURNE INFECTION TRACED TO CONTAMINATED CHOCOLATE. *The Lancet*, 305(7910), 788–792. [https://doi.org/10.1016/S0140-6736\(75\)92446-0](https://doi.org/10.1016/S0140-6736(75)92446-0)

- D'Aoust, J. Y., Aris, B. J., Thisdele, P., Durante, A., Brisson, N., Dragon, D., ... Laidley, R. (1975). Salmonella eastbourne outbreak associated with chocolate. *Canadian Institute of Food Science and Technology Journal*, 8(4), 181–184. [https://doi.org/10.1016/S0315-5463\(75\)73804-X](https://doi.org/10.1016/S0315-5463(75)73804-X)
- Do, T.-A. L., Hargreaves, J. M., Wolf, B., Hort, J., & Mitchell, J. R. (2007). Impact of Particle Size Distribution on Rheological and Textural Properties of Chocolate Models with Reduced Fat Content. *Journal of Food Science*, 72(9), E541–E552. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2007.00572.x>
- Fellows, P. (2009). *Food processing technology : principles and practice* (3rd ed.). CRC Press.
- Fernades, F. (2017). Caracterização microbiologica de chcolte para uso industrial. Escola Superior de Tecnologia e Gestão, Instituto Politécnico de Viana do Castelo.
- Fernandes, V. A., Müller, A. J., & Sandoval, A. J. (2013). Thermal, structural and rheological characteristics of dark chocolate with different compositions. *Journal of Food Engineering*, 116(1), 97–108. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.12.002>
- Glicerina, V., Balestra, F., Rosa, M. D., & Romani, S. (2013). Rheological, textural and calorimetric modifications of dark chocolate during process. *Journal of Food Engineering*, 119(1), 173–179.
- Hartel, R. W. (1999). Chocolate : Fat Bloom During Storage, the influence of structural elements. *The Manufacturing Confectioner*, 79, 89.
- HPA. (2009). *Guidelines for Assessing the Microbiological Safety of Ready-to-Eat Foods Placed on the Market*. London, UK: Health Protection Agency.
- Ibarrola, J. J., Sandoval, J. M., & Garc, M. (2002). Predictive control of a high temperature – short time pasteurisation process. *Control Engineering Practice*, 10, 713–725.
- Jackson, K. (1994). *Recipes*. In: *Industrial Chocolate Manufacture and Use* (S.T. Beckett).
- Krysiak, W. (2006). Influence of roasting conditions on coloration of roasted cocoa beans. *Journal of Food Engineering*, 77(3), 449–453. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2005.07.013>
- Lewis, M. J., & Heppell, N. J. (2000). *Continuous thermal processing of foods : pasteurization and UHT sterilization*. Aspen Publishers. Retrieved from <https://books.google.pt/books?id=6ROLbW8kIRsC&dq=Continuous+thermal+processing+of+foods-+Pasteurization+and+UHT+Sterilization&hl=en&sa=X&ved=0ahUKEwjwlyd9vTTAhVP9m>

MKHcuVBUCQ6AEIjAA

- Lopes, M. (2014). Caracterização microbiológica de matérias primas e validação do binómio : tempo x temperatura de esterilização de preparados alimentares. Retrieved from <http://repositorio.ucp.pt/handle/10400.14/16166>
- Luccas, V. (2001). Fracionamento termico e obtenção de gorduras de cupuaçu alternativas a manteiga de cacau para uso na fabricação de chocolate. Retrieved from <http://unicamp.sibi.usp.br/handle/SBURI/18896>
- Lund, B., Baird-Parker, T., & Gould, G. W. (2000). *Microbiological Safety and Quality of Food*. (A. Publishers, Ed.) (Volume I). USA.
- Martin, R. A. (1988). Chocolate. *Advances in Food Research - Elsevier*, 31, 211–342. [https://doi.org/10.1016/S0065-2628\(08\)60168-8](https://doi.org/10.1016/S0065-2628(08)60168-8)
- Meursing, E. H. (1994). Cocoa mass, cocoa butter, cocoa powder. In *Industrial Chocolate Manufacture and Use* (pp. 70–82). Boston, MA: Springer US. https://doi.org/10.1007/978-1-4615-2111-2_6
- Minifie, B. (1989). Chocolate, Cocoa and Confectionery: Science and Technology - Bernard Minifie - Google Livros. <https://doi.org/10.1007/978-94-011-7924-9>
- Miri, T., Tsoukalas, A., Bakalis, S., Pistikopoulos, E. N., Rustem, B., & Fryer, P. J. (2008). Global optimization of process conditions in batch thermal sterilization of food. *Journal of Food Engineering*, 87(4), 485–494. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2007.12.032>
- Motamayor, J. C., Lachenaud, P., da Silva e Mota, J. W., Loor, R., Kuhn, D. N., Brown, J. S., & Schnell, R. J. (2008). Geographic and genetic population differentiation of the Amazonian chocolate tree (*Theobroma cacao* L). *PLoS ONE*, 3(10), e3311. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0003311>
- Nebesny, E., & Rutkowski, J. (1998). Effect of roasting and crundary fermentation on cocoa bean enrichment. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, 7(3), 437–445.
- Norma NP EN ISO/IEC 17025:2005. *Acreditação de Laboratórios*
- RAO, M. A. (1977). RHEOLOGY OF LIQUID FOODS - A REVIEW. *Journal of Texture Studies*, 8(2), 135–168. <https://doi.org/10.1111/j.1745-4603.1977.tb01173.x>
- Rao, M. A., Rizvi, S., & Datta, A. (2005). *Engineering properties of foods. The Microwave Processing of Foods* (3rd ed.). Taylor & Francis, Group.

- REGULAMENTO (CE) N.º 2073/2005 de 15 de Novembro, versão consolidada de 2014-06-01 (2005).
- Robertson, G. L. (2009). *Food Packaging and Shelf Life: A Practical Guide*. Brisbane, Australia: CRC Press.
- Schantz, B., & Rohm, H. (2005). Influence of lecithin-PGPR blends on the rheological properties of chocolate. *LWT - Food Science and Technology*, 38(1), 41–45. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2004.03.014>
- Servais, C., Ranc, H., & Roberts, I. D. (2003). Determination of chocolate viscosity. *Journal of Texture Studies*, 34(5–6), 467–497. <https://doi.org/10.1111/j.1745-4603.2003.tb01077.x>
- Silva, F. V. M., & Gibbs, P. A. (2012). Thermal pasteurization requirements for the inactivation of Salmonella in foods. *Food Research International*, 45(2), 695–699. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2011.06.018>
- Sokmen, A., & Gunes, G. (2006). Influence of some bulk sweeteners on rheological properties of chocolate. *LWT - Food Science and Technology*, 39(10), 1053–1058. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2006.03.002>
- Talbot, G. (2009). *Science and technology of enrobed and filled chocolate, confectionery and bakery products*. CRC Press. Retrieved from [https://books.google.pt/books?hl=en&lr=&id=A1CkAgAAQBAJ&oi=fnd&pg=PP1&dq=Science+and+technology+of+enrobed+and+filled+chocolate,+confectionery+and+bakery+products&ots=p88L8zKTvg&sig=jZPy_zMQJ7T9ALDwBIRdz_6Le1E&redir_esc=y#v=onepage&q=Science and technology of enrobed and filled chocolate%2C confectionery and bakery products&f=false](https://books.google.pt/books?hl=en&lr=&id=A1CkAgAAQBAJ&oi=fnd&pg=PP1&dq=Science+and+technology+of+enrobed+and+filled+chocolate,+confectionery+and+bakery+products&ots=p88L8zKTvg&sig=jZPy_zMQJ7T9ALDwBIRdz_6Le1E&redir_esc=y#v=onepage&q=Science+and+technology+of+enrobed+and+filled+chocolate%2C+confectionery+and+bakery+products&f=false)
- The International Cocoa Organization (ICCO) | Cocoa Producing and Cocoa Consuming Countries. (1973). Retrieved May 14, 2017, from <https://www.icco.org/>
- Timms, R. E. (2003). Confectionery fats handbook: properties, production and application. *Confectionery Fats Handbook: Properties, Production and Application*. Retrieved from <https://www.cabdirect.org/cabdirect/abstract/20033099186>
- Venter, M. J., Schouten, N., Hink, R., Kuipers, N. J. M., & de Haan, A. B. (2007). Expression of cocoa butter from cocoa nibs. *Separation and Purification Technology*, 55(2), 256–264. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2006.12.003>
- Verna, R. (2013). The History and Science of Chocolate. *Malaysian J. Pathol*, 35(2), 111–121.

- Vernier, F. c. (1997). *Influence of emulsifiers on the rheology of chocolate and suspensions of cocoa or sugar particles in oil*. University of Reading.
- World Cocoa Foundation. (2014). Cocoa Market Update. *Www.Worldcocoa.Org*.
- Wybauw, J. (2004). *Bombones finos. Una gran experiencia*. Bélgica: Lannoo Tielt Publishing.
- Żyżelewicz, D., Krysiak, W., Oracz, J., Sosnowska, D., Budryn, G., & Nebesny, E. (2016). The influence of the roasting process conditions on the polyphenol content in cocoa beans, nibs and chocolates. *Food Research International*, 89, 918–929. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2016.03.026>

8. Anexos

8.1. Ficha técnica Bomba KSF50



3. General information

3.1. DESCRIPTION

With a compact and robust design, INOXPA's KSF/KSFT progressive cavity pumps form part of our range of positive-displacement pumps with helical rotor, intended for viscous fluids.

The hydraulic parts that form the pump are the rotor and the stator. The rotor is a round-section worm. The stator has two ribs and its pitch doubles that of the rotor, thus allowing empty cavities between the stator and the rotor. These cavities are used to transport the fluid. When the rotor turns within the stator, the cavities move longitudinally from the suction area to the discharge nozzle.

These kinds of pumps are suitable for pressures from 6 bar (single-stage stator) to 12 bar (double-stage stator).

KSF pumps are designed with a fully health-compliant and easy-to-clean transmission. For KSFT, bolts are fixed through some countersink. The standard connections are DN 11851. The discharge nozzle is eccentric.

Moreover, there is a more robust design of transmission for a longer service life under heavy duty working conditions.

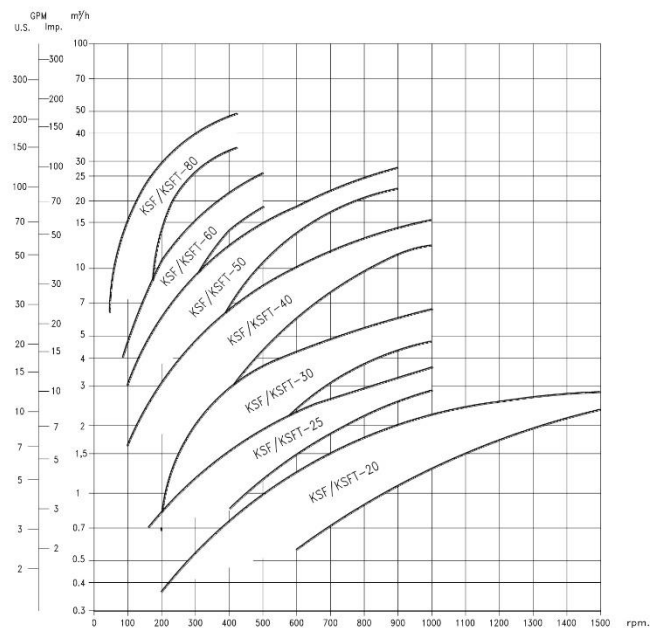
Also it is possible to choose other types of connections for the pump, like the CLAMP, SMS, RJT, flanges DIN-2633 PN-16, etc.

All pump parts in contact with the pumped product are manufactured in AISI 316L stainless steel. The stator is manufactured in NBR, according to the FDA norm, and the standard sealing is EN 12756 L₁K mechanical seal.

This equipment is suitable for his use in food process.

3.2. RANGE OF APPLICATIONS

The curves shown below are valid for both the single- and double-stage stators.



The range of application for each type of pump is limited. The pump was selected for a given set of pumping conditions when the order was placed. INOXPA shall not be liable for any damage resulting from the incompleteness of the information provided by the purchaser (nature of the fluid, RPM, etc.).

8. Technical specifications

8.1. TECHNICAL SPECIFICATIONS

Maximum viscosity	1,000,000 mPa.s.
Maximum temperature	+85°C (NBR)
	+185 °F (NBR)
Sound level	60-80 dB(A)
Suction / discharge connections	DIN 11851



Use special protection when the noise level in the operation area exceeds 85 dB(A).

Materials

Parts in contact with pumped material	AISI 316L
Other parts in stainless steel.....	AISI 304
Gaskets in contact with pumped material	NBR
Stator.....	NBR black
Other materials for optional gaskets	Check with the supplier
Surface finishing	Ra 0.8 polished

Mechanical seal

Type of seal	single inside seal
Stationary parts material	ceramic
Rotary parts material	graphite
Seals material	NBR

Cooled mechanical seal

Working pressure	0,5 bar (7 PSI) of maximum pressure
Flow rate of the circulation	2,5-5 l/min.

Double mechanical seal

Operating pressure.....	1,5~2 bar (22~29 PSI) above the operating pressure of the pump
-------------------------	--

Gland packing

Packing material.....	Teflon-reinforced aramid fiber
-----------------------	--------------------------------

Pump type	Capacity at 100 rev [l.]	Maximum output [m³/h]	Maximum pressure [bar]		Maximum speed [r.p.m.]	Minimum starting torque [Nm.]	
			Single stage	Double stage		Single stage	Double stage
KSF-20	3.3	2.8	6	12	1450	18	30
KSF-25	6.1	3.5			950	20	36
KSF-30	10.6	6			950	25	45
KSF-40	25.7	14.6			950	45	80
KSF-50	47.2	20.4			720	70	125
KSF-60	86.4	25.9			500	110	190
KSF-80	201.6	48.4			400	150	260



8.1.1. Particles size



Only soft particles can be pumped.

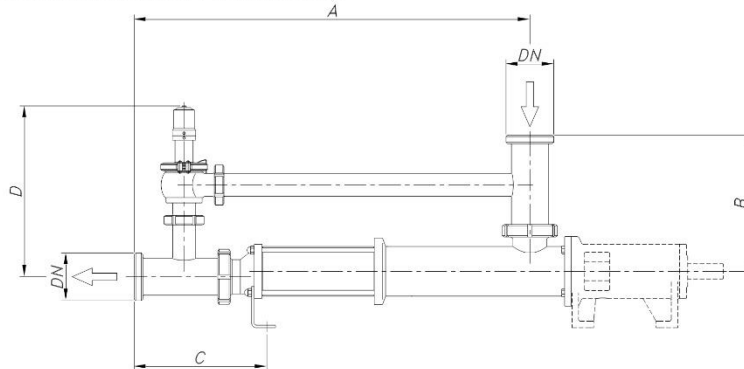
Pump type	Inside diameter of connections [mm]	Maximum nominal sphere size [mm]	Recommended nominal sphere size [mm]
KS-20	35	13	5
KS-25	48	18	6
KS-30	48	24	8
KS-40	60.5	30	10
KS-50	72	40	13
KS-60	97.5	48	16
KS-80	97.5	62	20

8.2. WEIGHTS

Pump type	Weight [Kg]	Pump type	Weight [Kg]	Pump type	Weight [Kg]	Pump type	Weight [Kg]
KSF-20	11	2KSF-20	12	KSFT-20	11	2KSFT-20	12
KSF-25	18	2KSF-25	19	KSFT-25	18	2KSFT-25	19
KSF-30	19	2KSF-30	20	KSFT-30	19	2KSFT-30	20
KSF-40	32	2KSF-40	38	KSFT-40	32	2KSFT-40	38
KSF-50	36	2KSF-50	45	KSFT-50	36	2KSFT-50	45
KSF-60	68			KSFT-60	68		
KSF-80	85			KSFT-80	85		

Pump weight without the dive

8.3. PUMP DIMENSIONS WITH BY-PASS PRESSURE



Type	DN	A	B	C	D	Type	DN	A	B	C	D
KSF-20	40	475	230	208	330	2KSF-20	40	575	230	208	330
KSF-25	50	613	262	236	360	2KSF-25	50	705	262	236	360
KSF-30						2KSF-30		763			
KSF-40	65	831	294	277	385	2KSF-40	65	1021	294	277	385
KSF-50	80	913	334	302	420	2KSF-50	80	1167	334	302	420
KSF-60	100	1104	375	339	475						
KSF-80		1224		349							

Connections DIN 11851 (standard)

8.2. Ficha técnica da Bomba lobular

Introduction

Waukesha Cherry-Burrell

Introduction

Pump Receiving

STOP **DANGER:** The pump contains internal moving parts. DO NOT put hands or fingers into the pump body ports or drive area at any time during operation. To avoid serious injury, DO NOT install, clean, service, or repair the pump unless all power is off and locked out.

All ports are covered at the factory to keep out foreign objects during transit. If covers are missing or damaged, remove the pump cover for a thoroughly inspect the fluid head. Be sure that the pumping head is clean and free of foreign material before rotating the shaft.

Each Waukesha Cherry-Burrell pump is shipped completely assembled, lubricated and ready for use. Review "Operation" on page 18 before operating the pump.

Pump Characteristics

Waukesha Cherry-Burrell Universal I pumps are positive-displacement, low-slip, stainless steel pumps designed with larger diameter shafts for greater strength and stiffness, mounted on a heavy-duty cast iron bearing frame (stainless steel option available) with double-tapered roller bearings.

- Up to 200 psi (13.8 bar) pressure capability.
- No bearings in the product zone.
- Heavy-duty bearing frame with large diameter shafts.
- Greased lubed bearings for positive lubrication to all bearings over entire speed, temperature and pressure range.
- Exclusive, non-galling Waukesha "88" alloy rotors are standard; permits running at tighter clearances and pumping a wide range of viscosities.

Equipment Serial Number

All Waukesha Cherry-Burrell pumps are identified by a serial number on the gear case nameplate, which is stamped on the pump body and cover.



CAUTION: The gear case, body, and cover must be kept together as a unit due to backface, rotor, and cover clearances. Failure to do so will damage the pump.

Pump Shaft Location

There are two pump drive shaft locations:

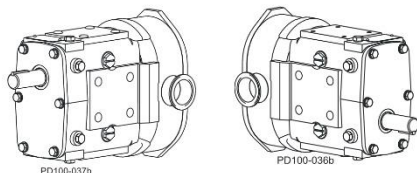


Figure 1 - Upper and Lower Shaft Mount

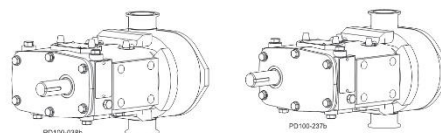


Figure 2 - Sidemount Left Hand and Right Hand (as viewed from pump cover)

Waukesha Cherry-Burrell

Introduction

Operating Parameters

UI Model	Displacement per revolution	Maximum Nominal Capacity	Inlet/Outlet	Optional Inlet/Outlet	Maximum Pressure Range	Maximum RPM	Temp Range*
006	.0082 gal. (.031 liter)	6 gpm (1.3 m ³ /hr.)	1"	1-1/2"	200 psi (13.8 bar)	800	Std. Rotors: -40°F (-40°C) to 200°F (93°C); Hot Clearance Rotors: 180°F (82°C) to 300°F (149°C)
015	.0142 gal. (.054 liter)	9 gpm (2.0 m ³ /hr.)	1-1/2"	-	200 psi (13.8 bar)	700	
018	.029 gal. (.110 liter)	17 gpm (3.8 m ³ /hr.)	1-1/2"	2"	200 psi (13.8 bar)	600	
030	.060 gal. (.227 liter)	36 gpm (8.2 m ³ /hr.)	1-1/2"	2"	200 psi (13.8 bar)	600	
040	.076 gal. (.288 liter)	45 gpm (10.2 m ³ /hr.)	2"	2-1/2"	150 psi (10.3 bar)	600	
060	.153 gal. (.579 liter)	90 gpm (20.4 m ³ /hr.)	2-1/2"	3"	200 psi (13.8 bar)	600	
130	.254 gal. (.961 liter)	150 gpm (34.1 m ³ /hr.)	3"	-	200 psi (13.8 bar)	600	
220	.522 gal. (1.976 liter)	310 gpm (70.4 m ³ /hr.)	4"	-	200 psi (13.8 bar)	600	
320	.754 gal. (2.854 liter)	450 gpm (102 m ³ /hr.)	6"	-	200 psi (13.8 bar)	600	

Rectangular Flange Models

UI Model	Displacement per revolution	Maximum Nominal Capacity	Inlet W x L Inches	Outlet	Maximum Pressure Range	Max. RPM	Temp Range *
014	.0142 gal. (.054 liter)	5.68 gpm (1.3 m ³ /hr.)	1.44 x 4.94	1-1/2"	200 psi (13.8 bar)	400	Std. Rotors: -40°F (-40°C) to 200°F (93°C); Hot Clearance Rotors: 180°F (82°C) to 300°F (149°C)
024	.026 gal. (.110 liter)	11 gpm (2.5 m ³ /hr.)	1.31 x 4.93	1-1/2" (2")	200 psi (13.8 bar)	400	
034	.060 gal. (.227 liter)	24 gpm (5.5 m ³ /hr.)	1.75 x 6.75	2"	200 psi (13.8 bar)	400	
064	.153 gal. (.579 liter)	60 gpm (13.6 m ³ /hr.)	2.24 x 8.82	2-1/2" (3")	200 psi (13.8 bar)	400	
134	.254 gal. (.961 liter)	100 gpm (22.7 m ³ /hr.)	2.97 x 9.25	3"	150 psi (10.3 bar)	400	
224	.522 gal. (1.976 liter)	200 gpm (45.4 m ³ /hr.)	3.87 x 11	4"	300 psi (20.7 bar)	400	
324	.754 gal. (2.854 liter)	300 gpm (68.1 m ³ /hr.)	5 x 17.38	6"	300 psi (20.7 bar)	400	

Aseptic Models

UI Model	Displacement per revolution	Maximum Nominal Capacity	Inlet/Outlet	Maximum Pressure Range	Maximum RPM	Temp Range *
033A	.051 gal. (.193 liter)	30 gpm (6.8 m ³ /hr.)	1-1/2"	225psi (15.5 bar)	600	Std. Rotors: -40°F (-40°C) to 200°F (93°C); Hot Clearance Rotors: 180°F (82°C) to 300°F (149°C)
133A	.205 gal. (.776 liter)	120 gpm (27.3 m ³ /hr.)	3"	225psi (15.5 bar)	600	
223A	.440 gal. (1.666 liter)	260 gpm (59.1 m ³ /hr.)	4"	225psi (15.5 bar)	600	
323A	.616 gal. (2.332 liter)	360 gpm (81.8 m ³ /hr.)	6"	225psi (15.5 bar)	600	

* Contact WCB Application Engineering for higher pressures or higher temperature applications.

"Standard" clearance rotors may be used with liquid temperatures up to 200°F (93°C). However, between 180°-200°F (82°-93°C), consider other application factors such as:

- speed of operation
- differential pressure
- lubricating properties of liquid being pumped.

If these factors trend toward a difficult application (high speed, high pressure, non-lubricating) then "Front Face" or "Hot" clearance rotors are recommended.

9. Apêndices

9.1. Apêndice I

Análises da percentagem de humidade do ensaio realizado em banho-termostatizado*Tabela 20 - Resultados das análises à percentagem de humidade em banho-termostatizado*

nº cx. Petri	m(amostra)/g	cx. Petri vazia	cx. Petri c/amostra apos estufa	Humidade (%)	Média	Desvio Padrão
1	2,007	13,322	15,298	1,545	1,492	0,052
	2,005	13,179	15,155	1,441		
	2,001	13,156	15,128	1,489		
2	2,001	12,642	14,614	1,410	1,369	0,043
	2,002	12,915	14,889	1,373		
	2,002	13,163	15,138	1,324		
3	2,002	12,602	14,578	1,299	1,241	0,057
	2,019	13,678	15,672	1,238		
	2,001	13,108	15,085	1,185		
4	2,000	12,491	14,466	1,240	1,218	0,085
	2,000	12,665	14,639	1,290		
	2,001	13,020	14,999	1,124		
5	2,002	13,344	15,322	1,169	1,169	0,055
	2,000	13,160	15,136	1,225		
	2,002	12,992	14,972	1,114		
6	2,002	13,030	15,013	0,929	0,903	0,030
	2,000	13,066	15,048	0,870		
	2,002	12,987	14,971	0,909		

Análises da percentagem de humidade do ensaio realizado na marmita a vácuo

Tabela 21 - Resultados das análises à percentagem de humidade na marmita a vácuo

nº cadinho	m (amostra)/g	cx. petri vazia	cx. Petri + amostra após estufa	Humidade (%)	média	desvio padrão
1	2,006	12,640	14,621	1,256	1,364	0,095
	2,005	13,042	15,018	1,397		
	2,004	13,158	15,133	1,437		
2	2,003	13,054	15,047	0,519	0,511	0,008
	2,002	12,687	14,678	0,510		
	2,003	13,178	15,170	0,504		
3	2,005	12,596	14,587	0,703	0,555	0,129
	2,006	12,986	14,983	0,464		
	2,002	13,677	15,670	0,499		
4	2,003	12,663	14,658	0,449	0,481	0,039
	2,001	13,661	15,652	0,525		
	2,005	12,956	14,952	0,469		
5	2,001	13,019	15,011	0,440	0,451	0,054
	2,001	13,065	15,055	0,510		
	2,007	13,319	15,318	0,404		
6	2,004	13,161	15,157	0,434	0,428	0,026
	2,002	13,180	15,173	0,449		
	2,004	13,185	15,181	0,399		
7	2,002	12,601	14,594	0,430	0,595	0,278
	2,009	13,059	15,050	0,916		
	2,006	12,484	14,481	0,439		