



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
ESCOLA DE ENGENHARIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA
ENG07053 - TRABALHO DE DIPLOMAÇÃO EM
ENGENHARIA QUÍMICA



Comparação da incorporação de essência em material sólido granular entre equipamentos operados continuamente e em batelada

Autor: Carine Klauck

Orientador: Marcio Schwaab

Porto Alegre, dezembro de 16

Sumário

Sumário	ii
Agradecimentos	iv
Resumo	v
Lista de Figuras	vi
Lista de Tabelas	vii
1 Introdução	1
2 Revisão Bibliográfica	2
2.1 O uso de essências	2
2.2 Misturadores	3
2.2.1 Microestruturas de misturas	4
2.2.2 Mecanismos de mistura	5
2.2.3 Considerações sobre outros fatores para escolha do misturador	6
2.2.4 Misturador tipo cilindro rotativo: Batelada versus Contínuo	6
2.3 Uso de ferramentas estatísticas para comparação	7
2.3.1 ANOVA	7
2.3.2 Teste de comparações múltiplas – Teste de Tukey	8
3 Materiais e Métodos	9
3.1 Processos e equipamentos	9
3.2 Delineamento experimental	11
3.3 Experimento	11
3.3.1 Etapa 1	11
3.3.2 Etapa 2	12
3.3.3 Etapa 3	13
3.3.4 Etapa 4	13
3.3.5 Etapa 5	14
3.3.6 Etapa 6	14
3.3.7 Amostragens	15
3.4 Análises	15
3.4.1 Análise de Umidade	15
3.4.1.1 Procedimento da análise de umidade	15
3.4.1.2 Cálculos de determinação de umidade	16
3.4.2 Análise de Mentol	16
3.4.2.1 Procedimento de determinação de mentol	16
3.4.2.2 Cálculo para a determinação de mentol	17
3.4.3 Análise de Vanilina	18
3.4.3.1 Procedimento de determinação de Vanilina	18
3.4.4 Análise de Propilenoglicol	18
3.4.4.1 Procedimento da análise de propilenoglicol	19
3.4.4.2 Cálculos	19
3.4.5 Painel Sensorial no Painel Olfativo	20

3.5	Metodologia de Análise Estatística	21
3.5.1	ANOVA – Experimento de um fator	21
3.5.2	Análise de Variância – Teste de Levene	22
3.5.3	Método de comparações múltiplas – Teste de Tukey	23
3.5.4	Método de comparações múltiplas – Teste de Dunnett	23
4	Resultados	25
4.1	Resultados estatísticos	25
4.1.1	Resultados de percentual de umidade	25
4.1.2	Resultados de concentração de mentol	27
4.1.3	Resultados de área relativa de vanilina	29
4.1.4	Resultados de concentração de propilenoglicol	31
4.1.5	Correlações entre os resultados	34
4.2	Resultados do Painel Sensorial	35
4.2.1	Resultados do Painel Sensorial – Mistura 1	35
4.2.2	Resultados do Painel Sensorial – Mistura 2	35
5	Conclusões e Trabalhos Futuros	37
6	Referências	39
7	Anexos	42
8	Apêndice	49

Agradecimentos

Primeiramente, agradeço ao meu atual gerente, Cleber, por ter indicado o assunto e viabilizado a realização deste trabalho dentro da empresa onde estagiei, unindo uma necessidade de obter respostas sobre dois processamentos e a minha vontade de liderar um projeto que trouxesse ganhos a empresa. Também agradeço ao técnico de operação, Elizandro, que não mediu esforços para que todos os processos ocorressem da maneira mais correta e no tempo estipulado. A todos os demais colaboradores da empresa, como operadores, programadores, coordenadores, apoiadores de outras áreas de expertise, o meu muito obrigado. Sem vocês, este trabalho não sairia do papel.

Agradeço a uma pessoa que estive diretamente ligada a este trabalho: o professor e orientador Marcio Schwaab. Não só pelos ensinamentos, mas por todo o suporte nas análises estatísticas, nas pesquisas, nas revisões, mas por ter me apoiado na escolha do trabalho, que por mais simples que possa parecer a alguns, tem aplicação industrial e trará respostas importantes na empresa onde estagiei.

Agradeço também à minha família, pela paciência e por compreender a minha ausência ao longo da minha graduação. Agradeço aos meus pais, Anisia e Guido, pelo apoio ao sair de casa pra conquistar minha formação, pelos apoios emocionais quando achava que algo não era possível, e principalmente por acreditar em mim e nas minhas escolhas. Um agradecimento muito grande ao meu namorado, Juliano, por toda paciência, motivação, apoio, cumplicidade e puxões de orelha não só na realização deste trabalho, mas também nos 5 anos e meio de faculdade.

Aos meus amigos de sempre, agradeço por entenderem a minha ausência em muitos encontros. Aos amigos que fiz na faculdade, agradeço pelas risadas, jantares, noites de estudos, horas de desespero antes de entregas de trabalhos e antes de provas. Sem vocês não seria a mesma coisa.

Por fim, agradeço a Universidade Federal do Rio Grande do Sul, seu corpo docente e funcionários, que mesmo diante de todas as adversidades e dificuldades impostas, sempre lutaram para formar bons profissionais e conscientes da realidade do seu país.

Resumo

A utilização de essências em produtos alimentícios é um processo muito comum na indústria, seja para padronizar a matriz de sabores e aromas, aprimorar o flavor ou ainda para transmitir uma assinatura do produto que o cliente está consumindo. Desta maneira, ter conhecimento de como o processo entrega o produto com essência aplicada é muito importante. O presente trabalho tem como objetivo obter um estudo comparativo entre dois processos de aplicação de essência e homogeneização de material sólido granular: um processo contínuo, o processo padrão utilizado na empresa, e outro em batelada. Para isto, duas misturas distintas foram utilizadas para a realização do estudo, e foram analisadas a umidade, concentração de essência e quantidade do veículo da essência encontrado no substrato. Para se obter as comparações, fez-se o uso de ferramentas estatísticas, como a ANOVA, testes de comparação de variâncias (Levene) e de médias (Tukey). Com as análises realizadas, foi possível observar que o processo utilizado como padrão entrega um produto de qualidade inferior quando comparado ao processo em batelada no quesito impregnação de essência, além de ser um processamento que utiliza mais recursos energéticos e matéria-prima. De forma geral, observou-se que nenhum tempo de processamento em batelada apresentou equivalência estatística para a incorporação de essência no substrato. Agora, para a escolha do melhor tempo de batelada, com base em resultados de correlações entre os resultados das análises, um tempo de 8 minutos de batelada para a mistura *premium* e 12 minutos para a mistura de baixo custo foram os mais satisfatórios e apresentam melhor incorporação *versus* tempo de batelada.

Lista de Figuras

Figura 3.1: Fluxograma simplificado do processo contínuo de produção	9
Figura 3.2: Fluxograma simplificado do processo em batelada	10
Figura 4.1: Variabilidade dos processos quanto à umidade para a mistura M01	26
Figura 4.2: Variabilidade dos processos quanto à umidade para a mistura M02	27
Figura 4.3: Variabilidade dos processos quanto à concentração de mentol para a mistura M01	29
Figura 4.4: Variabilidade dos processos quanto à área relativa de vanilina para a mistura M01	30
Figura 4.5: Variabilidade dos processos quanto à área relativa de vanilina para a mistura M02	31
Figura 4.6: Variabilidade dos processos quanto à concentração de propilenoglicol para a mistura M01	32
Figura 4.7: Variabilidade dos processos quanto à concentração de propilenoglicol para a mistura M02	33
Figura 4.8: Tendência observada nos resultados de incorporação de essência nos processos em batelada	33

Lista de Tabelas

Tabela 3.1: Parâmetros de processo	10
Tabela 3.2: Porcentagens de cada componente de misturas de estudo	12
Tabela 3.3: Quantidades em quilograma de cada componente para cada mistura e para cada processo	12
Tabela 3.4: Identificação das amostras da Etapa 4 com relação ao tempo de homogeneização	14
Tabela 3.5: Identificação das amostras da Etapa 5 com relação ao tempo de homogeneização	14
Tabela 3.6: Tabela de Análise de Variância (ANOVA)	21
Tabela 4.1: Comparação dos processos P1 e P2 para a mistura M01, com relação ao percentual de umidade	26
Tabela 4.2: Comparação dos processos P1 e P2 para a mistura M02, com relação ao percentual de umidade	27
Tabela 4.3: Comparação dos processos P1 e P2 para a mistura M01, com relação a concentração de mentol	29
Tabela 4.4: Comparação dos processos P1 e P2 para a mistura M01, com relação a área relativa de vanilina	30
Tabela 4.5: Comparação dos processos P1 e P2 para a mistura M02, com relação a área relativa de vanilina	31
Tabela 4.6: Comparação dos processos P1 e P2 para a mistura M01, com relação à concentração de propilenoglicol	32
Tabela 4.7: Comparação dos processos P1 e P2 para a mistura M01, com relação à concentração de propilenoglicol	32

1 Introdução

As essências estão cada vez mais presentes em produtos alimentícios industrializados. Os objetivos para sua utilização são vários, mas pode ser ressaltado a necessidade de padronizar a matriz de sabores e aromas do produto, de aprimorar ou enfatizar um flavor específico, ou ainda, pode ser utilizado no intuito de transmitir uma assinatura característica daquele produto ao consumidor. Desta maneira é muito importante se ter bem controlado e entendido os sistemas e processos que aplicam essências nos produtos.

O sistema em estudo é composto por dois processos distintos de aplicação de essência e homogeneização do material. Um deles é o processo contínuo, que é o mais utilizado na empresa e o mais dispendioso, pois a capacidade de produção aliada a se obter um processo em estado estacionário acarreta num maior uso de matéria prima que nem sempre é totalmente utilizada na etapa seguinte de produção. O segundo processo é um equipamento que opera em batelada, que tem capacidade menor de produção, porém atende a quantidade necessária da maioria das etapas seguintes de produção.

Para a realização deste estudo, foram escolhidas duas misturas e essências distintas que abrangem os extremos de produção quando há aplicação de agentes flavorizantes. Uma delas é considerada uma mistura *Premium* com essência mentolada, a outra, uma mistura de baixo custo e essência mais leve, contendo vanilina.

Levando em consideração que não há nenhum estudo que compara os dois tipos de processamentos e que avaliem a incorporação de essências nos materiais granulares em questão, o presente trabalho tem o objetivo de avaliar a variância do processo padrão comparado com o processo em batelada, e avaliar também se as propriedades relacionadas a incorporação de essências permanecem as mesmas. E por fim, por questões econômicas e técnicas, se deseja identificar qual o melhor tempo de processamento em batelada.

2 Revisão Bibliográfica

Neste capítulo é apresentada uma revisão da bibliografia relativa ao uso de essências e o uso de misturares para incorporação das essências em algum substrato, além de técnicas estatísticas utilizadas para a avaliação e comparação de processos de incorporação de essências.

2.1 O uso de essências

Não há dúvidas de que os produtos com sabor e cheiro agradáveis e estáveis são mais facilmente aceitos pelos consumidores (ZHANG, Y. *et al.*, 2013). Por esse motivo, a utilização de essências ou de agentes flavorizantes é muito comum na indústria alimentícia como uma chave para a apreciação do produto pelo consumidor.

As essências são uma mistura de vários tipos de aditivos e aromatizantes que são amplamente adicionados ou pulverizados sobre produtos para melhorar o sabor dos alimentos, bem como proporcionar um aroma especial e estável (HOU *et al.*, 2016). Segundo Abdallah (2004), além de aprimorar o sabor, transmitir uma assinatura que é única para um produto em particular, complementar o sabor e aroma natural do mesmo, a aplicação de essências também é necessária para gerar um balanceamento na matriz de sabores, mantendo os lotes de produtos o mais uniformes possíveis quanto ao flavor final. Os agentes flavorizantes são comumente chamados de aditivos, e em geral, devem complementar e não dominar o sabor base do produto.

Os principais ingredientes presentes nos agentes flavorizantes são variáveis, sempre dependendo do que é esperado para o produto final. Podem ser utilizados aromatizantes químicos, óleos essenciais, componentes flavorizantes comerciais, extratos naturais ou sintéticos, e possivelmente melhoradores, modificadores e potencializadores de aromas especiais (ABDALLAH, 2004).

É importante diferenciar o que é sabor, aroma e flavor, pois ainda que estes termos sejam relacionados, não são exatamente termos intercambiáveis. O bom entendimento destas definições é importante para entender as sensações envolvidas num experimento sensorial de degustação de um alimento.

O sabor é um sentido que apenas acontece na boca, também chamado de gosto. Está relacionada com a forma como a nossa língua e boca interagem com o alimento ou a bebida. A língua humana possui dois tipos de receptores: um para o gosto, mais apropriadamente chamado de paladar, e o toque, relacionado com a textura. A percepção do paladar é produzida por dois conjuntos de quimiorreceptores na boca. Receptores neurais agrupados em cavidades dentro das papilas gustativas geram as percepções de azedo, doce, salgado e amargo. As terminações nervosas livres em todo o interior da boca e da língua geram a percepção da sensação bucal, como a adstringência, textura, toque, viscosidade, calor, frio, entre outros (NIU *et al.*, 2012).

O aroma é detectado pelo nariz, e pode ser descrito como odor. Os odores são compostos orgânicos voláteis que são identificados pelos receptores presentes no nariz. Uma maneira de sentir o cheiro dos alimentos é através das narinas e o outro é através da garganta pela cavidade retro-nasal. Os odores são detectados pelo cérebro pelo sistema límbico, que também responsável pelas emoções, comportamento, motivação e memórias de longo prazo. Cheiros muitas vezes podem desencadear lembranças de experiências antigas que estão particularmente ligadas a emoção.

Agora, o flavor é a impressão geral que o alimento ou bebida tem sobre o degustador, e é resultante da combinação de diferentes compostos voláteis e não (DEIBLER; DELWICHE, 2004). A definição do termo flavor deve ser entendida como uma combinação complexa das sensações olfativas, gustativas e trigeminal percebidas durante a prova do produto (ISO 5492:2008 – Sensory Analysis: Vocabulary). Sendo uma sensação fisiológica da interação do paladar e o olfato, ela é equivocadamente traduzida como sabor.

2.2 Misturadores

A mistura de materiais sólidos granulares é uma operação unitária de inquestionável importância, presente em inúmeras aplicações industriais, como na produção de químicos, materiais de construção, plásticos, produtos farmacêuticos e alimentícios. Há casos em que é realizado um processo simultâneo dentro do equipamento de mistura. Além de homogeneizar, podem ocorrer processos de secagem, reações químicas (BRIDGWATER, 2012) e aplicações de outros produtos.

Algumas pessoas vêem o processo de mistura como sendo uma operação simples, pois é uma atividade realizada pelo homem desde tempos imemoráveis. Porém isto está longe de ser verdade (BRIDGWATER, 2012). De fato, é uma operação unitária muito comum onde partículas são processadas, e é realizada com o intuito de obter um produto de elevado grau de homogeneidade, para controlar taxas de transferência de calor, transferência de massa e de reações químicas (AÏT AISSA; DUCHESNE; RODRIGUE, 2010a).

Porém, o processo de mistura granular é um fenômeno complexo e muitos esforços de pesquisa foram realizados nos últimos anos. No entanto, a maioria dos esforços de pesquisa se concentram em geometrias de misturadores e materiais idealizados relativamente simples em comparação com os que realmente são utilizados na indústria (Kingston).

No caso dos cilindros rotativos, que apresentam uma geometria simples, existem extensivos estudos feitos por um grande número de pesquisadores, tanto experimentalmente (AÏT AISSA; DUCHESNE; RODRIGUE, 2010a, 2010b; HUANG, A. N.; KUO, 2012) quanto computacionalmente (CHAND *et al.*, 2012; GUI; FAN; CEN, 2010). Estes estudos tem provado ser benéficos no desenvolvimento de uma compreensão teórica dos mecanismos de mistura, mas ainda há incompatibilidades entre a pesquisa básica, que envolve condições idealizadas, com as necessidades práticas industriais (OTTINO; KHAKHAR, 2001).

Antes de ser realizado uma mistura de diferentes tipos de partículas, existem três tipos de aspectos que devem ser cuidadosamente selecionados e controlados: tipo de misturador e seu modo de funcionamento, a qualidade da mistura final desejada e o mecanismo de processo de mistura, que dará origem ao estado de dispersão desejado (AÏT AISSA; DUCHESNE; RODRIGUE, 2010a).

2.2.1 *Microestruturas de misturas*

Lacey (1954) propôs dois tipos de microestruturas para definir a mistura granular: as estruturas ordenadas e as aleatórias. Este tipo de classificação está sujeito principalmente da presença ou não de interações entre as partículas que formam a mistura.

Misturas ordenadas possuem as partículas distribuídas homogeneamente (LACEY, 1954). Já as misturas aleatórias são baseadas no princípio de que a posição de cada

partícula é completamente aleatória e relacionadas com as condições caóticas do misturador (KAYE, 1997). Para Aissa (2010a), o objetivo final é sempre formar misturas de melhor qualidade do que o caso aleatório.

2.2.2 Mecanismos de mistura

Existem mecanismos de mistura que são frequentemente mencionados na literatura. Estes mecanismos gerais de mistura são: convecção, difusão e cisalhamento (LACEY, 1954). Estes são termos oriundos da mistura de líquidos, porém possuem diferenças em seus significados (AÏT AISSA; DUCHESNE; RODRIGUE, 2010a).

O mecanismo de convecção surge a partir do movimento de partículas de aglomerados que se deslocam uma em relação a outra pela ação do misturador. Com este movimento, a homogeneidade espacial é melhorada e a área da superfície de contato entre os componentes é melhorada (BRIDGWATER, 2012). De acordo com Venables e Wells (2001) a mistura convectiva tem a capacidade de reduzir a escala de segregação da mistura.

Já o mecanismo de difusão é considerado comum processo que promove a mistura das partículas no comprimento do misturador. O material passa um período de tempo em um estado compactado. Em seguida, o material é distribuído sobre a superfície pela ação do misturador, resultando em um novo conjunto de contato partícula-partícula (BRIDGWATER, 2012). A mistura difusora contribui para a reduzir a intensidade de segregação (VENABLES; WELLS, 2001) e a ausência deste mecanismo na mistura granular impede uma homogeneização completa numa escala microscópica (KAYE, 1997).

Por fim, o mecanismo de cisalhamento surge com o mecanismo convectivo. Após uma massa do material ser submetido a convecção, ocorre a formação de zonas de deslizamento onde o gradiente de velocidade é elevado. Fora destas zonas, corpos inteiros de partículas se movimentam quase como blocos. Este mecanismo está relacionado a uma alta tensão de corte que forma pó, e a mesma se estende por toda a área de contato entre dois grupos de partículas e que quebra os aglomerados (BRIDGWATER, 2012).

Porém, não existe um mecanismo com base no gradiente de concentração numa escala microscópica. As propriedades de fluidez de cada componente é que irão determinar o gradiente de concentração microscópico, tais como a densidade, que influencia o grau de compactação, o tamanho e a geometria do material que influenciam o grau de mistura, a

umidade que modifica as forças de coesão, entre outros (AÏT AISSA; DUCHESNE; RODRIGUE, 2010a).

2.2.3 Considerações sobre outros fatores para escolha do misturador

Muitos outros fatores, além da qualidade da mistura, devem ser considerados na seleção, design e no tipo de operação do equipamento. Dentre eles é relevante ressaltar: danos nas partículas durante a mistura, adição de pequena quantidade de líquido e segregação.

Danos nas partículas durante a mistura podem ou não ser desejado. Estes danos podem surgir pelo esmagamento ou por abrasão da superfície, conduzindo à formação de pó fino. A adição de pequenas quantidades de líquido, como por exemplo essências, deve ser feita na forma de uma pulverização fina, de maneira tal que uma boa distribuição é alcançada. Esta adição pode desenvolver forças de coesão entre as partículas, e caso for aceitável para o produto, essas forças combatem os efeitos de segregação (BRIDGWATER, 2012).

A segregação surge pelas diferenças entre os tamanhos, formas e densidades das partículas e pode ser reduzida ou ampliada pelas condições de operação do misturador (KINGSTON; HEINDEL, 2014). Essas diferenças causam percolação ou flutuabilidade, e tanto podem competir ou complementar um ao outro (OTTINO; KHAKHAR, 2001).

2.2.4 Misturador tipo cilindro rotativo: Batelada versus Contínuo

Os misturadores do tipo cilindro rotativo são largamente utilizados nas indústrias devido a sua simplicidade e flexibilidade inerente, por poderem processar materiais tanto da maneira contínua quanto em batelada, porque as forças exercidas nas partículas é baixa, o que evita danos indevidos e por acomodar uma vasta gama de características de materiais (AÏT AISSA; DUCHESNE; RODRIGUE, 2010a; BRIDGWATER, 2012). E a rotação do cilindro provoca tanto a mistura radial como a axial, sendo a primeira muito mais rápida (PERNENKIL; COONEY, 2006).

Os misturadores de cilindro rotativo podem ser operados em batelada ou de forma contínua. Misturadores em batelada tem suas aplicações industriais voltadas para o processamento de pequenos volumes de materiais. No entanto, altos volumes de produção são processados em misturadores contínuos. A escolha entre um destes dois tipos de

misturadores deverá ser feita com base na economia do processo alinhado com as especificações de qualidade esperadas (PERNENKIL; COONEY, 2006).

Nos misturadores em batelada a composição/proporção da mistura é relativamente fácil de ser controlada com precisão, pois cada componente tem sua massa determinada antes de ser carregado no misturador. Já nos equipamentos contínuos, o controle preciso das massas é importante para determinar a taxa de fluxo de cada componente para o misturador, o que pode causar mais dificuldades ao processo (BRIDGWATER, 2012). Pernenkil (2006) afirma que os sistemas eletrônicos de pesagem contínua estão agora suficientemente confiáveis e precisos para materiais de não coesos.

2.3 Uso de ferramentas estatísticas para comparação

A análise estatística de resultados obtidos em um determinado estudo é uma ferramenta imprescindível para a avaliação destes dados. Os métodos estatísticos são utilizados para descrever e compreender a variabilidade de algum sistema ou processo. O campo da estatística trata de coletar, analisar e utilizar os dados para tomar decisões, resolver problemas e conceber produtos e processos. Deste modo, é importante para qualquer engenheiro ter algum conhecimento de estatística, pois muitos aspectos da engenharia prática envolvem trabalhar com dados, como na concepção de novos produtos e sistemas, melhoras em projetos existentes, projeção, desenvolvimento e melhoramento de processos de produção (MONTGOMERY, DOUGLAS C., RUNGER, 2003).

Vários são os estudos encontrados em que há a utilização de ferramentas estatísticas. Nas pesquisas com misturadores, encontra-se estudos com otimização (BUKOVEC *et al.*, 2009; KINGSTON; HEINDEL, 2014), estudo da dinâmica de fluxo (KAZEMZADEH *et al.*, 2016) efeitos da geometria e condições de operação (NIAMNUY; DEVAHASTIN, 2005; PORTILLO; IERAPETRITOU; MUZZIO, 2009), entre outros. Muitos deles utilizam como ferramenta principal a análise de variância (ANOVA).

2.3.1 ANOVA

A ANOVA (*Analysis of variance*) representa um conjunto de métodos estatísticos de grande importância para o estudo de dados experimentais. Ela permite verificar se há igualdade ou não entre as médias de dois grupos ou mais, de acordo com um determinado

nível de significância, tornando possível classificar os diferentes parâmetros utilizados no estudo. É um método estatístico que indica as causas que explicam a variação de um processo e os fatores com influência significativa. Assim, pode-se quantificar os principais efeitos gerados pelos fatores influenciadores, bem como a interação entre os mesmos.

Os procedimentos de análise de variância se aplicam à análise de engenharia industrial e outros dados. Tanto a ANOVA, que é amplamente conhecida, como testes de comparação múltipla, como o Teste de Tukey, simultaneamente testam a igualdade de todos os dados (DRISCOLL, 1996).

2.3.2 Teste de comparações múltiplas – Teste de Tukey

Este teste foi proposto por Tukey (1953) e também é conhecido como teste de Tukey da diferença honestamente significativa (*honestly significant difference* – HSD) e teste de Tukey da diferença totalmente significativa (*wholly significant difference* – WSD). O procedimento de Tukey faz comparações de médias duas a duas e, para isso, utiliza a amplitude da distribuição studentizada, que é um valor tabelado definido em função do número de graus de liberdade e do nível de confiança.

Para tamanhos de amostras iguais, também chamados de dados balanceados, o teste de Tukey define duas médias como sendo significativamente diferentes se o valor absoluto de suas diferenças amostrais ultrapassar o TDS (*Tukey Sgnificant Difference*).

É um método relativamente mais exato que os demais testes de comparação múltipla, como por exemplo os testes de Duncan, Fisher, Bonferroni e Scheffe. Todos estes outros procedimentos que resultam em intervalos de confiança com mesmo tamanho para todas as diferenças em pares com significância α , o teste de Tukey resulta em intervalos menores (MONTGOMERY, DOUGLAS C., RUNGER, 2003).

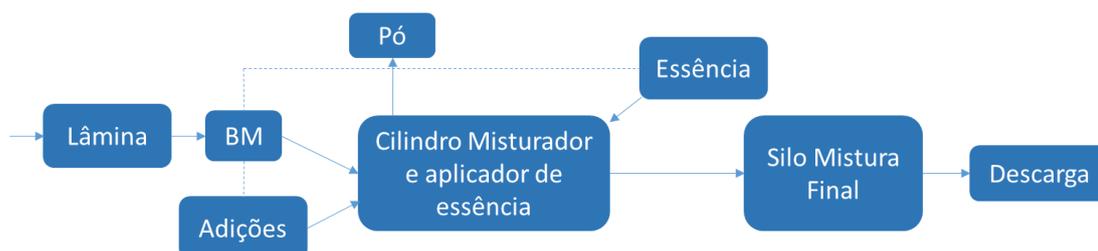
3 Materiais e Métodos

3.1 Processos e equipamentos

O presente trabalho teve o seu experimento realizado em uma unidade industrial, utilizando dois processos distintos, mas que devem apresentar o mesmo resultado quanto a incorporação de essência.

O processo padrão (Figura 3.1) utilizado para a aplicação de essência e mistura de adições consiste em uma linha de processamento contínuo. Depois de seco, o material é transportado via esteiras para uma balança mestre, que ao registrar a quantidade de quilos de lâmina que passam, envia um sinal eletrônico que comanda a massa a ser adicionado pelas balanças escravas das adições. Este comando está de acordo com a proporção estipulada em uma formulação que é posta no sistema pelo técnico de produção.

Figura 3.1: Fluxograma simplificado do processo contínuo de produção



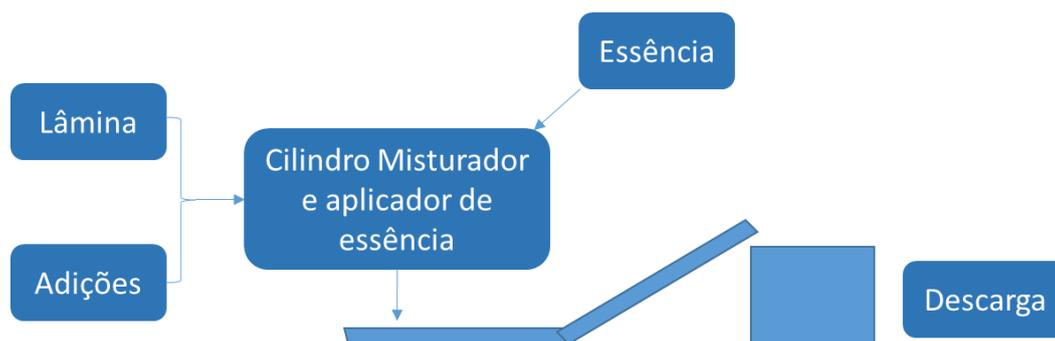
O processo de homogeneização continua no Cilindro Resfriador onde a essência é aplicada, e este equipamento também tem a função de resfriar a lâmina que sai quente do secador e remover qualquer pó existente por um sistema de captação de pó. A taxa de aplicação de essência é determinada pelo fluxo imposto pela balança mestre.

O material que sai do Cilindro Resfriador segue então para uma penúltima homogeneização no Silo Mistura Final. A mistura é depositada no silo em diversas camadas através do auxílio de outra esteira. Somente ao término do lote produzido, o produto pode ser descarregado em caixas. A descarga ocorre em um dos lados do silo, que apresenta garfos que fazem uma última mistura antes de cair em uma esteira e se dirigir a região de descarga.

Em contrapartida, o equipamento a ser avaliado é um cilindro que opera em batelada, que apenas faz a homogeneização do produto e aplica a essência desejada. O processo

começa com a carga do equipamento que é manual, tanto de essência quanto de lâminas e adições. A proporção de cada material deve ser exata, pois não há correções de formulação durante o processo. O tempo de batelada, tanto o tempo de mistura inicial, tempo de aplicação de essência e homogeneização final são registrados no software equipamento e então se pode iniciar o processo.

Figura 3.2: Fluxograma simplificado do processo em batelada



Ao término da batelada, o tambor para com sua abertura para baixo e todo material é descarregado em uma esteira que eleva o produto para ser descarregado em uma caixa C48.

Ambos os misturadores acoplados com aplicador de essência possuem em seu interior pinos que auxiliam a mistura do material. A seguir, é apresentado a Tabela 3.1 que relaciona as principais características dos dois processos.

Tabela 3.1: Parâmetros de processo

	Processo Contínuo	Processo em Batelada
rotações por minuto	12 rpm	7,3 rpm
Tipo de aplicação de essência	Tipo leque	Tipo leque
Pressão de aplicação de essência	1,5 bar	0,4 bar
Fluxo de produção	180 kg/h	-
Capacidade	-	30 kg
Tempo de residência	Variável	Variável

3.2 Delineamento experimental

Serão utilizados para este estudo dois tipos de mistura com essências específicas, a mistura M01 e a mistura M02. A mistura M01 corresponde a um *blend Premium*, com 60% de lâmina, 40% de adições e uma essência mentolada, levemente frutada e doce. A mistura M02 tem característica de baixo custo, sendo composta de 55% de lâmina, 45% de adições e essência de baixa intensidade, levemente achocolatada e doce.

Estas duas misturas foram escolhidas em razão da gama de produtos que a empresa possui. Elas compreendem exatamente os dois extremos de processamento quando há aplicação de essências.

3.3 Experimento

O experimento foi realizado em uma unidade industrial em seis principais etapas, descritas detalhadamente a seguir.

3.3.1 Etapa 1

Esta primeira etapa consiste no processamento padrão de aproximadamente uma tonelada de lâmina realizado em dois processos de aproximadamente 500 kg cada. A identificação para cada processo desta primeira etapa já fez a distinção para qual mistura seria utilizado. O primeiro processo foi destinado à Mistura 1 (M01) e o segundo à Mistura 2 (M02). Estas duas etapas são necessárias devido a limitação da capacidade dos silos de armazenagem entre cada linha de processamento. Como o trabalho avaliará duas misturas distintas entre si, cada processo foi destinado para um tipo de mistura, mesmo sendo teoricamente o mesmo produto.

Este processamento padrão consiste, primeiramente, em condicionar as folhas secas com vapor d'água para uma umidade pré-estabelecida que facilite o corte da mesma em um *cpi* (corte por polegada) estabelecido para o produto final. Depois de cortado, o produto é seco via Secador Rotativo, com o objetivo de atingir uma umidade de 13,8% ($\pm 0,5$). O Secador Rotativo seca o material tanto pela aplicação de ar quente quanto pelo contato com a superfície interna aquecida.

O material seco é encaminhado para um silo final onde espera a segregação em caixas C48. Cada caixa tem capacidade de armazenamento de 50 kg de material cortado, são

12 Comparação da incorporação de essência em material sólido granular entre equipamentos operados continuamente e em batelada

forradas com polisaco e ao término da carga são lacradas para manter a integridade do produto.

Nesta etapa foi obtido para cada um dos processos seis caixas de 50 kg cada, que foram devidamente identificadas e armazenadas em ambiente com umidade e temperatura controlada, a espera de que os valores de umidade sejam analisados. A segregação do silo para as caixas C48 é feita por esteiras transportadoras, e as amostras foram coletadas diretamente nas caixas enquanto que o produto era descarregado. Foram realizadas três amostragens por caixa – início, meio e fim. Nesta etapa foram também coletadas as amostras de umidade das adições.

3.3.2 Etapa 2

A partir dos resultados de umidade obtidos, foi realizada a correção das quantidades de cada componente da mistura – lâmina, adições e essência – tanto para a Mistura 1, quanto para a Mistura 2. A seguir é apresentado a Tabela 3.2 que relaciona as proporções percentuais de cada componente para as misturas. Já a Tabela 3.3 apresenta as quantidades em quilograma para cada processo.

Tabela 3.2: Porcentagens de cada componente de misturas de estudo

Produto	Composição
Mistura 1 "Premium" (M01)	60% de lâmina 40% de adições 2,4 % de essência pesada (mentol)*
Mistura 2 "Baixo custo" (M02)	55% de lâmina 45% de adições 0,9 % de essência leve (vanilina)*

*O percentual de essência utilizado é calculado sobre o total de lâminas mais adições.

Tabela 3.3: Quantidades em quilograma de cada componente para cada mistura e para cada processo

Tipo de mistura	Etapa do processo	Lâmina (kg)	Adições (kg)	Essência (kg)
Mistura 1 "Premium"	Processo padrão (Etapa 3)	50,14	33,87	2,02
	Processo batelada (Etapa 4)	17,9	12,1	0,72
Mistura 2 "Baixo Custo"	Processo padrão (Etapa 5)	50,26	40,74	0,82
	Processo batelada (Etapa 6)	17	13	0,27

3.3.3 Etapa 3

Nesta etapa foi realizado o processo padrão de mistura e aplicação de essência para a Mistura 1, que para questões de identificação de amostras foi denominada de Processo Final M01.

Para fins de avaliar a reprodutibilidade do processo e conseqüentemente se ter uma estimativa da variância deste, esta etapa foi repetida três vezes, sem nenhuma variação do tipo de materiais utilizados, taxa de aplicação de essência e de adições.

Os processos foram identificados como M01 Proc01, M01 Proc02 e M01 Proc03, e cada um teve um pouco mais do que 80 kg de produto final, que foram descarregadas em duas caixas C48. Foram feitas duas amostragens em cada caixa para cada análise requerida, para se obter resultados representativos para toda a distribuição do produto final.

A amostragem foi realizada atentado ao número de amostras requeridas para que se tivesse respaldo estatístico. Além disso, as coletas das mesmas foram distribuídas para que fossem contempladas todas as etapas de descarga – início, meio e fim.

3.3.4 Etapa 4

Esta etapa consiste no processamento da Mistura 1 (M01) no equipamento a ser avaliado nos três tempos diferentes de processamento estabelecidos: 4, 8 e 12 minutos. Espera-se verificar a influência, ou não, do tempo de homogeneização da mistura e da incorporação da essência. E cada tempo de produção também foi executado três vezes, a fim de avaliar a variância do processo.

Os processos nos tempos diferentes foram realizados de maneira aleatória, pois pode-se dizer que processos aleatórios oferecem uma certa proteção contra o vício do experimento. Deste modo, a seqüência dos tempos para execução do processo foi determinada com o auxílio de um aplicativo de celular, o *RandomS*. Abaixo segue a Tabela 3.4 que identifica cada conjunto de amostras de acordo com o tempo de processamento.

14 Comparação da incorporação de essência em material sólido granular entre equipamentos operados continuamente e em batelada

Tabela 3.4: Identificação das amostras da Etapa 4 com relação ao tempo de homogeneização

Tempo (min)	Identificação
8	M01 MIX 01
4	M01 MIX 02
12	M01 MIX 03
8	M01 MIX 04
12	M01 MIX 05
4	M01 MIX 06
12	M01 MIX 07
8	M01 MIX 08
4	M01 MIX 09

É importante ressaltar que as Etapas 3 e 4 foram realizadas no mesmo dia para que variações do ambiente não afetem significativamente os resultados.

3.3.5 Etapa 5

Esta etapa se procedeu da mesma maneira que a Etapa 3, porém com a Mistura 2, sendo a mesma identificada no final do processo como M02. Do mesmo modo, o processo ocorreu em triplicata, sendo os mesmos identificados como M02 Proc01, M02 Proc02 e M02 Proc03.

3.3.6 Etapa 6

Novamente, como a Etapa 4, esta consiste em repetir o processo no equipamento em batelada, porém com a Mistura 2 (M02). O mesmo procedimento de sorteio dos tempos foi realizado, e a seguir é apresentado a ordem dos tempos juntamente com a identificação das amostras.

Tabela 3.5: Identificação das amostras da Etapa 5 com relação ao tempo de homogeneização

Tempo (min)	Identificação
4	M02 MIX 01
12	M02 MIX 02
4	M02 MIX 03
4	M02 MIX 04
8	M02 MIX 05
12	M02 MIX 06
8	M02 MIX 07
8	M02 MIX 08
12	M02 MIX 09

3.3.7 Amostragens

Cada etapa teve suas devidas precauções tomadas quanto a amostragem, levando em conta quantidade necessária para cada análise, tipo de recipiente onde deveria ser amostrado e como armazená-las até a realização das análises. O Apêndice A contém uma tabela com as quantidades de amostras retiradas para cada análise em cada etapa de processamento.

3.4 Análises

Todas as análises foram realizadas pelos laboratórios da empresa, por colaboradores treinados e habilitados para realização dos mesmos. Os laboratórios trabalham em condições controladas estabelecidas na ISO 3402: temperatura de 22°C ($\pm 2^\circ\text{C}$) e umidade de 60 (± 5 UR). Na sequência será descrita cada uma das análises.

3.4.1 Análise de Umidade

A umidade para esta análise é definida como o percentual de perda de substâncias voláteis quando determinada amostra passa por um processo de secagem em forno com ar quente e temperatura regulada a 110°C durante 3 horas. Os resultados são até 3% (absoluto) maiores que o teor real de umidade, isso é devido a perda de materiais orgânicos voláteis presentes no material. Porém essa diferença varia de acordo com a origem da matéria prima utilizada.

3.4.1.1 Procedimento da análise de umidade

O procedimento realizado consiste em pesar 10 g \pm 0,5 g do material em latinhas que são posteriormente fechadas e colocadas em bandejas que são acopladas dentro do forno. Juntamente com as amostras, são colocadas latinhas com material de referência, que possuem valores de umidade já estabelecidos anteriormente. Ao fechar o forno, deve ser ligado a rotação e manter as amostras no interior do forno por 3 h \pm 2 min. A temperatura do forno não pode variar mais que 110°C ($\pm 0,5^\circ\text{C}$), e caso as temperaturas estiverem fora deste intervalo, as amostras de referência devem ser avaliadas a fim de determinar se o período em que a temperatura este fora destes critérios impactou os resultados.

Após o período de dentro do forno, as bandejas contendo amostras são imediatamente retiradas do forno e colocadas em dessecador, onde permanecem lá por $30 \pm 0,5$ minutos a fim de atingir uma temperatura abaixo de 50°C .

Depois de resfriadas, a massa de cada latinha é registrado para dar sequência aos cálculos para a determinação de umidade.

3.4.1.2 Cálculos de determinação de umidade

O valor de umidade efetuado através do forno é expresso com precisão de 0,1% e é obtido por:

$$\text{Umidade [\%]} = \left(\frac{PU - PS}{PU - PV} \right) \times 100$$

onde *Umidade* [%] corresponde ao teor de umidade, *PU* a massa da latinha do material úmido, *PS* a massa da latinha com material seco e *PV* a massa da latinha vazia, todos em gramas.

3.4.2 Análise de Mentol

O mentol é amplamente utilizado em fármacos, alimentos e cosméticos. Sua fórmula e massa molecular são $\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{O}$ e 156,27 g/mol, respectivamente. A análise deste componente consiste na extração do mentol sob refluxo com solução extrativa contendo padrão interno (Anetol) e etanol como solvente. Os extratos são analisados em cromatógrafo à gás com detecção por ionização de chama.

3.4.2.1 Procedimento de determinação de mentol

Deve-se pesar $2,0 \pm 0,001$ g da amostra para um balão de destilação, juntamente com 50 mL de solução extrativa (concentração nominal de aproximadamente 0,20 mg/mL). Então o balão é acoplado a um sistema que contem refrigeração com uma solução 30% v/v de etilenoglicol em água.

O conjunto é então colocado em refluxo brando por aproximadamente 30 minutos, numa temperatura de aproximadamente 78°C para a ebulição do solvente. A contagem do tempo é iniciada no início da ebulição.

Transcorrido o tempo de extração e resfriamento o equipamento, o extrato é então transferido para um vial de vidro, para posterior injeção no cromatógrafo. As condições de operação do equipamento são apresentadas no Anexo A.

3.4.2.2 Cálculo para a determinação de mentol

O cálculo para a concentração de mentol na amostra em base úmida é dado por:

$$C_{mentol\frac{mg}{g}} = \frac{\left(\frac{A_{mentol}}{A_{anetol}} - INT_{mentol}\right) \times C_{anetol} \times V_{extrativa}}{D_{mentol} \times m}$$

Onde:

A_{mentol} : área do mentol na amostra;

A_{anetol} : área do padrão interno na amostra;

C_{anetol} : concentração de anetol na solução extrativa;

D_{mentol} : declividade da curva do mentol;

INT_{mentol} : intercepto da curva do mentol;

$V_{extrativa}$: volume utilizado na extração (mL);

m : massa medida de amostra.

Já a concentração de mentol em base seca é dada por:

$$C_{mentol\left(\frac{mg}{g}\right)BS} = \frac{C_{mentol\frac{mg}{g}} \times 100}{100 - U}$$

onde $C_{mentol\frac{mg}{g}}$ é a concentração de mentol em base úmida e U a umidade, que é obtida da mesma maneira que detalhado no item 3.4.1.1.

O resultado analítico de uma amostra é obtido pela média do número de replicatas definidas pelo projeto, que neste caso são duas. As replicatas são realizadas preferencialmente em dias diferentes e quando possível por analistas e/ou equipamentos diferentes.

3.4.3 Análise de Vanilina

A vanilina, assim como o mentol, possui ampla aplicação industrial pois é umas das substâncias mais utilizadas para criar aromas artificiais. Sua fórmula e massa molecular são $C_8H_8O_3$ e 152,13 g/mol, respectivamente. A análise deste componente consiste na extração da vanilina com solução extrativa contendo padrão interno (Anetol) e etanol como solvente. Os extratos são analisados em cromatógrafo à gás acoplado com espectrofotômetro de massa (GC-MS).

3.4.3.1 Procedimento de determinação de Vanilina

Uma massa de $2,0 \pm 0,001$ g deve ser pesada em erlenmeyer juntamente com 50 ml de solução extrativa contendo metanol (concentração nominal de aproximadamente 0,2 mg/mL). Este erlenmeyer passa 30 minutos em ultrassom para se obter a melhor extração possível. Posteriormente o extrato é filtrado e transferido para um vial de vidro, para posterior injeção no cromatógrafo.

Como a análise da determinação de vanilina quanto a sua concentração não possui nenhuma norma aprovada dentro da empresa, o resultado reportado é somente a área relativa entre o pico do analito (a vanilina) e um padrão interno.

3.4.4 Análise de Propilenoglicol

O propilenoglicol é um poliol amplamente utilizado nas indústrias como umectante. A metodologia de determinação do teor de propilenoglicol consiste em uma rápida extração do material, em ultrassom, com solução de padrão interno em metanol. A solução restante é então injetada em cromatógrafo gasoso com ionização de chama.

Essa análise é a mesma utilizada para a determinação de outros umectantes, como o glicerol e o trietilenoglicol. Porém, nesta seção será explicitado somente o umectante utilizado no experimento.

Vale também ressaltar que o propilenoglicol foi utilizado como veículo de transporte da essência e não com a função de umectante. Pois para este propósito, o propilenoglicol deve ser adicionado em outra etapa do processo e em maior quantidade.

3.4.4.1 Procedimento da análise de propilenoglicol

A amostra deve ser previamente moída em malha de 1 mm para garantir a homogeneidade da amostra e também para facilitar a extração. Depois de moída, é pesado $2g \pm 0,001g$ da amostra em erlenmeyer de 125 mL, onde posteriormente é adicionado com pipeta volumétrica calibrada, 25 mL de solução extrativa.

A solução extrativa é feita através de um padrão interno de anetol diluída com metanol. A concentração nominal da solução é de 40 mg/mL.

Para a extração ser eficaz, ela é realizada em ultrassom por aproximadamente 30 min. E após o término da agitação, uma quantidade suficiente de extrato é filtrada com o auxílio de uma seringa plástica conectada a uma membrana filtrante, diretamente para dentro do vial adequado ao injetor.

As amostras então extraídas da maneira como citado acima são então injetadas automaticamente no cromatógrafo. No Anexo B são apresentados os dados e condições da operação cromatográfica para este ensaio.

3.4.4.2 Cálculos

O cálculo realizado pelo programa *Chemstation Agilent* do cromatógrafo para o analito propilenoglicol é:

$$C_{analito \frac{mg}{g}} = \frac{\left(\frac{A_{analito}}{A_{anetol}} - INT_{analito} \right) \times C_{anetol} \times V_{ext}}{D_{analito} \times m}$$

Onde:

$A_{analito}$: área do analito na amostra;

A_{anetol} : área do padrão interno na amostra;

C_{anetol} : concentração de anetol na solução extrativa;

$D_{analito}$: declividade da curva do analito;

$INT_{analito}$: intercepto da curva do analito;

V_{ext} : volume utilizado na extração (mL);

m : massa medida de amostra.

O resultado analítico de uma amostra é obtido pela média do número de replicatas definidas pelo projeto, que neste caso são duas. As replicatas são realizadas preferencialmente em dias diferentes e quando possível por analistas e/ou equipamentos diferentes.

3.4.5 Painel Sensorial no Painel Olfativo

Análises químicas podem apenas isolar componentes individuais e medi-los precisamente, mas nem os mais modernos aparatos químicos e analíticos conseguem “sentir” as propriedades sensoriais ou qualidade de flavor de um produto. Por isso é de suma importância o uso de painéis sensoriais.

O procedimento no Painel Sensorial Olfativo foi realizado através de uma avaliação de comparação pareada (DPC – *Descriptive Paired Comparison*) baseada no consenso dos avaliadores. A análise sensorial DPC tem o objetivo de determinar a diferença entre dois produtos/amostras quanto a um específico atributo, coma doçura, amargor, intensidade, entre outros. A mesma foi realizada por nove painelistas treinados.

A análise sensorial em painel consiste em apresentar duas amostras codificadas de forma diferente a cada painelista, uma é a amostra controle, a outra a amostra teste. A tarefa dos painelistas é determinar com mais alta ou mais baixa intensidade o atributo sensorial previamente especificado. Desta maneira, a hipótese sensorial testada foi a ausência ou muito baixa diferença sensorial por comparação pareada entre o processo padrão e os processos em batelada.

Primeiramente será realizado a comparação dois a dois das amostras do processo padrão, para avaliar a variabilidade sensorial dentro do processo, sendo o mesmo considerado o processo controle. A próxima etapa, então, consiste na comparação do processo controle versus as amostras do processo em batelada, chamadas de processo teste.

A análise sensorial foi realizada em ambiente de 22°C e 60% de umidade relativa do ar, em uma sala específica para este tipo de procedimento. Cada painelista possui um boxe

projetado sem portas, que oferece uma área particular para cada painelista. A ficha de avaliação das amostras pode ser consultada no Anexo C.

3.5 Metodologia de Análise Estatística

Uma análise estatística deve ser realizada para comparar os diversos tratamentos e determinar quais são, eventualmente, melhores. Mas também há a possibilidade de os resultados serem tão próximos, e então haverá uma dificuldade em analisar se as suas diferenças são reais ou são inerentes ao processo. Desta maneira, para a comparação dos dois processos se fez a utilização de métodos estatísticos de comparações múltiplas para analisar as diferenças obtidas nos dois processos.

3.5.1 ANOVA – Experimento de um fator

O uso da ANOVA (*Analysis of Variance*) de um fator permite avaliar o impacto que um determinado fator provoca na característica de interesse. Considerando as hipóteses para o fator:

$$\begin{cases} H_0: \alpha_1 = \dots = \alpha_a = 0 \\ H_1: \alpha_i \neq 0 \ (i = 1, \dots, k) \end{cases}$$

O teste estatístico para a hipótese é então realizado, como resumido na Tabela 3.6.

Tabela 3.6: Tabela de Análise de Variância (ANOVA)

	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrados Médios	F	P-Valor
<i>Fator A</i>	$k - 1$	SQ_A	QM_A	$F_A = \frac{QM_A}{QM_E}$	$P(F_{crit} > F_A)$
<i>Erro</i>	$N - k$	SQ_E	QM_E		
<i>Total</i>	$N - 1$	SQ_T			

Sendo:

k : número de níveis dos fatores A;

n : número de repetições dentro do fator;

N : número observações totais;

F_{crit} : valor tabelado, dado por $F_{critico} = F_{\alpha, k-1, N-k}$ sendo α o nível de significância;

$$SQ_A = \sum_{i=1}^n \frac{y_i^2}{n_i} - \frac{y_{..}^2}{N}$$

$$y_{..} = \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^{n_i} y_{ij}$$

$$SQ_T = \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^{n_i} y_{ij}^2 - \frac{y_{..}^2}{N}$$

$$SQ_E = SQ_T - SQ_A$$

$$QM_A = \frac{SQ_A}{k-1}$$

$$QM_E = \frac{SQ_E}{N-k}$$

Quando o p-valor for menor que 0,05 rejeitamos a hipótese nula H_0 e temos que seguir para um método de comparações múltiplas das médias para obtermos mais repostas sobre o sistema. Além de ser muito importante a avaliação da variância de todas as repetições de cada nível para a resposta do método de comparações seja mais correta.

3.5.2 Análise de Variância – Teste de Levene

Para a comparação da variância dos processos, foi realizado o teste de Levene. Inicialmente devem ser apresentadas as hipóteses:

$$\begin{cases} H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2 = \dots = \sigma_k^2 \\ H_1: \text{pelo menos um dos } \sigma_i^2 \text{ diferente,} \quad \text{sendo } i = 1, \dots, k \end{cases}$$

O teste de Levene (1960) consiste em fazer uma transformação dos dados originais e aplicar a dados transformados o teste de ANOVA. A transformação proposta é:

$$z_{ij} = |x_{ij} - \tilde{x}_i|$$

$$i = 1, \dots, k \text{ e } j = 1, \dots, n_i$$

Onde:

z_{ij} : dados após a transformação;

x_{ij} : dados originais;

\tilde{x}_i : mediana do nível i , para os dados originais.

Após esta transformação dos dados originais, é aplicado o teste da ANOVA, e é avaliados a estatística F. Caso F for significativa, rejeitamos a hipótese de igualdade das variância.

$$F = \frac{\sum_{i=1}^k \frac{(n_i(\bar{z}_i - \bar{z}_{..})^2)}{k-1}}{\frac{\sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} (z_{ij} - \bar{z}_i)^2}{\sum_{i=1}^k (n_i - 1)}}$$

Sendo:

$$\bar{z}_i = \sum_{j=1}^{n_i} \frac{z_{ij}}{n_i}$$

$$\bar{z}_{..} = \frac{\sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} z_{ij}}{\sum_{i=1}^k n_i}$$

3.5.3 Método de comparações múltiplas – Teste de Tukey

Como já dito no item 2.3.2, para amostras balanceadas, o teste de Tukey define duas médias como sendo significativamente diferentes se o valor de absoluto de suas diferenças for maior que o TDS. O mesmo é calculado como:

$$TDS = q_{\alpha}(k, N - k) \sqrt{\frac{MQR}{n}}$$

Onde:

q_{α} : valor tabelado (obtido pela Tabela do Teste de Tukey, Anexo D)

α : nível de significância

k : número de observações independentes (níveis)

N : número total de observações

n : número de réplicas do nível

MQR : média quadrada do resíduo/erro

Assim, rejeita-se a igualdade da média de dois níveis se:

$$|y_i - y_j| > TDS$$

3.5.4 Método de comparações múltiplas – Teste de Dunnett

Quando um controle está presente em uma análise, as comparações de interesse podem ser as comparações de cada novo tratamento com o controle, e Dunnett (1955) foi o pioneiro neste conceito. Supondo que μ_1, \dots, μ_{j-1} sejam as médias dos novos tratamentos, e μ_j a média do controle. As comparações múltiplas serão as diferenças entre

a média de cada tratamento com a média do controle ($\mu_i - \mu_j$) para $i = 1, \dots, j - 1$, e as hipóteses testadas são:

$$\begin{cases} H_0: \mu_i = \mu_j \\ H_1: \mu_i \neq \mu_j \end{cases}$$

O teste de Dunnett é uma modificação do teste t usual, mas neste caso, a menor diferença significativa é dada por:

$$d = d_\alpha(k, N - k) \sqrt{2 \times \frac{QME}{n}} \quad (\text{dados balanceados})$$

$$d = d_\alpha(k, N - k) \sqrt{QME \left(\frac{1}{n_i} + \frac{1}{n_j} \right)} \quad (\text{dados não balanceados})$$

Onde $d_\alpha(k, N - k)$ é um valor tabelado proposto pelo próprio Dunnett (Anexo E), que depende do número de níveis (k) e dos graus de liberdade dos erros ($N - k$).

Sendo escolhido o nível j o controle, rejeita-se a hipótese nula se $|\bar{y}_i - \bar{y}_j| > d$.

4 Resultados

Os resultados estão divididos entre os resultados obtidos estatisticamente pelas respostas das análises de umidade, concentração de mentol, área relativa de vanilina e concentração de propilenoglicol (4.1), e os resultados obtidos no painel sensorial olfativo (4.2).

4.1 Resultados estatísticos

Os resultados que serão a seguir apresentados foram obtidos através do programa *Action Stat*. E para um melhor entendimento dos resultados apresentados a seguir, os processos padrão e processos em batelada foram nomeados P1 e P2, respectivamente.

Primeiramente, foram realizadas análises de equivalência entre as variâncias e as médias para cada processo separadamente. Ou seja, uma para somente o processo padrão P1 e outras para cada tempo de processamento em batelada P2. Nestas análises, quando observado que um dos processos não era equivalente aos demais, os resultados do mesmo eram excluídos para que na próxima etapa, a etapa de comparação entre os processos P1 e P2, fossem utilizados somente dados homogêneos. Todos estes resultados das análises dentro de cada processo podem ser consultados nos Apêndices B – H .

4.1.1 Resultados de percentual de umidade

As comparações dentro dos grupos de processamento para a mistura M01 (Apêndice B) mostram que, para uma significância de 5%, as médias de umidade não são equivalentes para o processamento contínuo (P1), enquanto que para os três processamentos em batelada (P2) houve equivalência. Para se dar o prosseguimento nas análises estatísticas, foi decidido não excluir nenhum resultado do processo P1, com a premissa de que eles podem não ser estaticamente iguais, porém estão dentro dos limites de umidade que são aceitáveis para o processo ($13,8 \pm 0,5\%$).

A comparação dos processos entre si foi então realizada por teste de Dunnett, sendo a referência o processo P1. Segundo os resultados obtidos estatisticamente, somente os processos P2 8 e 12 minutos obtiveram equivalência. Porém, utilizando os critérios de

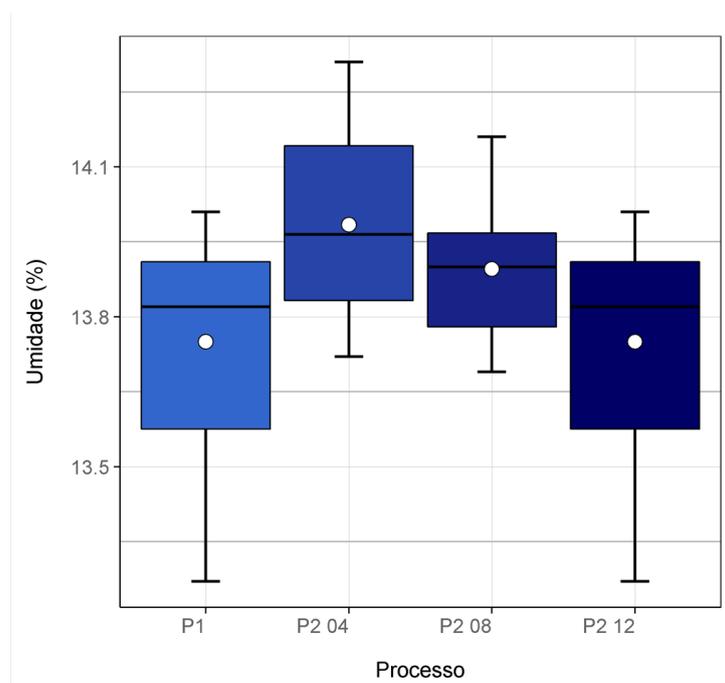
26 Comparação da incorporação de essência em material sólido granular entre equipamentos operados continuamente e em batelada

especificação do processo, todos os processos são satisfatórios quanto ao resultado de umidade, como pode ser visto na Figura 4.1.

Tabela 4.1: Comparação dos processos P1 e P2 para a mistura M01, com relação ao percentual de umidade

Processo	Umidade (%)	Médias equivalentes	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P1	13,75		a	0,2141	
P2 4 minutos	13,984	Não	b	0,1966	Sim
P2 8 minutos	13,896	Sim	ab	0,1402	Sim
P2 12 minutos	13,75	Sim	a	0,1373	Sim

Figura 4.1: Variabilidade dos processos quanto à umidade para a mistura M01



Quanto a mistura M02 (Apêndice C), novamente não houve equivalência estatística para os três processos padrão, sendo que todas as médias estão dentro dos limites especificados para a umidade. Os resultados dos processos em batelada apresentaram equivalência para todos os grupos de resultados. Então, da mesma maneira que realizado para a mistura anterior, nenhum dado foi excluído para realizar o teste de Dunnett.

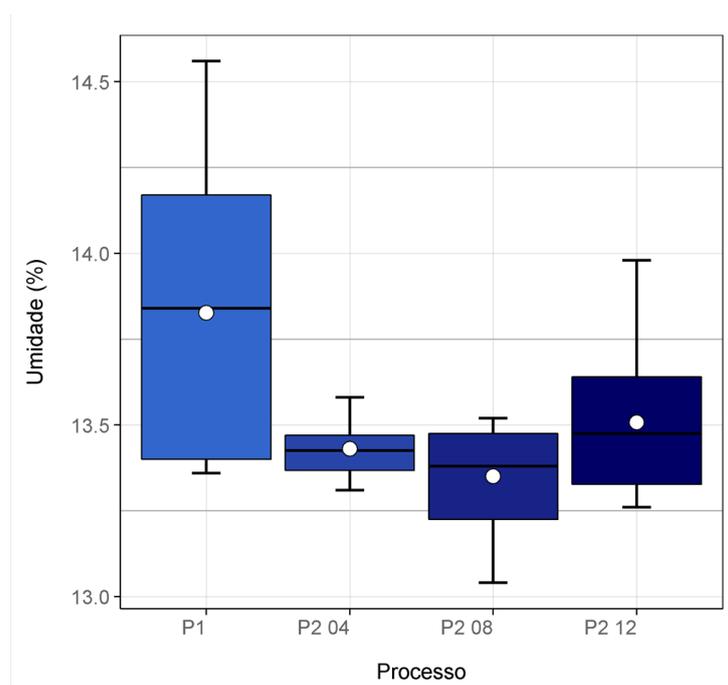
Como pode ser observado tanto na Tabela 4.2 e Figura 4.2, as médias dos processos P2 foram mais baixas em relação ao processo P1, resultando em uma não equivalência estatística para um nível de significância de 0,05 no teste de Dunnett. Outro fato a ser

observado é que a variância do processo P1 é maior, o que não é desejável. E mesmo que as umidades estejam mais próximas do limite inferior, a maior parte das amostras está com a umidade dentro do especificado, o que não garante a equivalência estatística, porém está dentro do esperado para o processo.

Tabela 4.2: Comparação dos processos P1 e P2 para a mistura M02, com relação ao percentual de umidade

Processo	Umidade (%)	Médias equivalentes	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P1	13,827		a	0,3943	
P2 4 minutos	13,430	Não	b	0,0776	Sim
P2 8 minutos	13,351	Não	b	0,1493	Sim
P2 12 minutos	13,508	Não	b	0,2049	Sim

Figura 4.2: Variabilidade dos processos quanto à umidade para a mistura M02



4.1.2 Resultados de concentração de mentol

Como o mentol foi somente aplicado na mistura M01, os resultados a seguir dizem respeito apenas a esta mistura, e podem ser consultados no Apêndice D. Para a análise de Dunnett foi necessário retirar um conjunto de amostras do processo P1, para se trabalhar com dados mais homogêneos. Para o processo P2 8 minutos também houve o surgimento de um agrupamento diferente, mas como os resultados foram julgados equivalentes

quanto a variabilidade natural do processo, o mesmo não foi excluído para o teste de Dunnett.

Depois de realizado o teste de comparações múltiplas de Dunnett, como pode ser observado na Tabela 4.3 e na Figura 4.3, a incorporação da essência de mentol foi mais elevada nos processos P2, e nenhum obteve equivalência estatística quando comparada com o processo P1. Uma causa para que isso tenha acontecido é o fato de que o material sólido granular passa muito mais tempo em processamento quando operado de modo contínuo, pois depois de passar pelo cilindro aplicador de essência, segue para o silo mistura final onde só depois de cheio é realizada a descarga e a coleta das amostras, processo que pode levar até 1 hora ou mais depois da aplicação. Durante todo este tempo o mentol, que é um composto volátil, se perde para a atmosfera. Enquanto isso, para os processos P2, o tempo em que o sólido passa entre a descarga do equipamento e a coleta do material é muito pequena, cerca de 5 minutos no máximo. Outro fator que pode influenciar em uma baixa aplicação de essência, é a presença de um mecanismo de exaustão presente no processo contínuo que é utilizado no intuito de retirar pó. Como a aplicação de essência é feita através de um spray em forma de leque, a exaustão pode estar captando não somente pó, mas essência também.

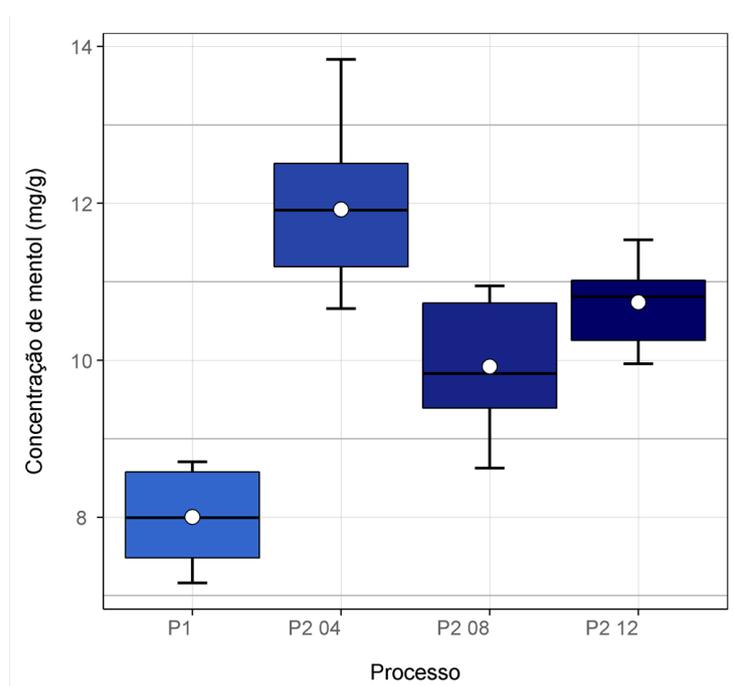
Um histórico de aplicação de essência no processo P1 mostrava que aproximadamente 20% da essência aplicada não era incorporada no material, e era perdida tanto em processo como por simples volatilização. A quantidade calculada para aplicação na mistura M01 era de 13,1 mg/g de material, e pode ser observado que o processo contínuo está perdendo o dobro de mentol (aproximadamente 40%) comparado ao valor histórico. Já para os processos em batelada, para 4 minutos de processamento a perda foi de aproximadamente 10% e para 8 e 12 minutos aproximadamente 24 e 20% cada, respectivamente.

O fato de termos uma perda menor de mentol com 4 minutos, pode ser explicado pelo menor tempo de manipulação do material. É inevitável a perda de essência, pois os mesmos são voláteis. E pode ser observado que a perda fica estável em aproximadamente 20% depois de 8 e 12 minutos de processamento, o que pode indicar que ao 4 minutos ainda há essência não incorporada do material e sim, fracamente presa na superfície.

Tabela 4.3: Comparação dos processos P1 e P2 para a mistura M01, com relação a concentração de mentol

Processo	Mentol (mg/g)	Médias equivalentes	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P1	8,003125		a	0,5621701	
P2 4 minutos	11,92375	Não	b	0,8731946	Sim
P2 8 minutos	9,919167	Não	c	0,7524047	Sim
P2 12 minutos	10,53375	Não	c	0,5551008	Sim

Figura 4.3: Variabilidade dos processos quanto à concentração de mentol para a mistura M01



4.1.3 Resultados de área relativa de vanilina

A vanilina foi aplicada tanto na mistura M01 quanto na mistura M02, sendo nesta segunda onde teve maior quantidade aplicada. Para a mistura M01, os resultados das comparações entre cada processo (Apêndice E) mostrou que houve agrupamentos diferentes de resultados para todos os processos, o que ocasionou a necessidade de se excluir o agrupamento diferente para a realização do teste de Dunnett.

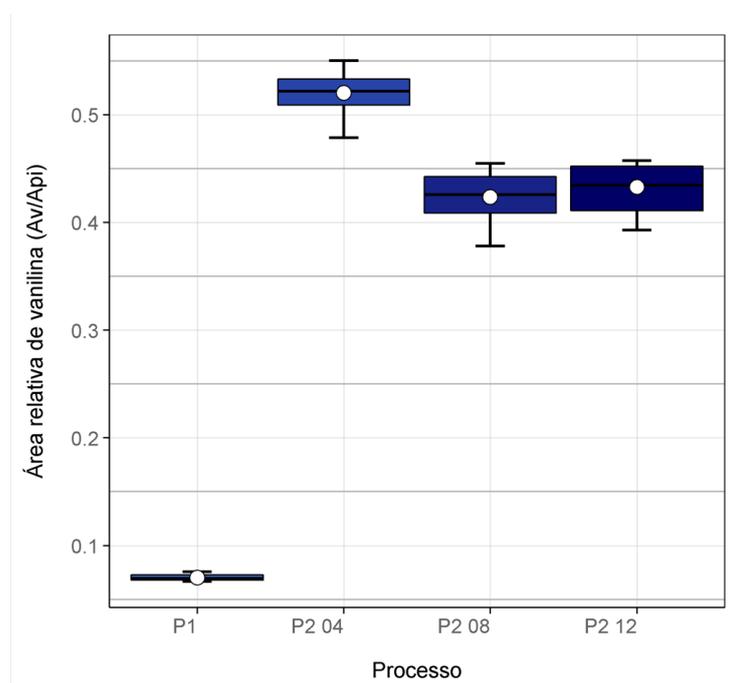
Realizando o teste, observou-se novamente o mesmo comportamento encontrado na análise de concentração e mentol. O processo P1 apresentou resultados muito inferiores de aplicação de vanilina, e nenhum processo P2 foi equivalente comparado ao controle. Também, houve novamente uma aplicação de vanilina mais elevada com 4 minutos de processamento em batelada e a perda ficou estável aos 8 e 12 minutos de batelada.

30 Comparação da incorporação de essência em material sólido granular entre equipamentos operados continuamente e em batelada

Tabela 4.4: Comparação dos processos P1 e P2 para a mistura M01, com relação a área relativa de vanilina

Processo	Vanilina (A_v/A_{pi})	Médias equivalentes	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P1	0,070275		a	0,003043	
P2 4 minutos	0,520088	Não	b	0,021888	Sim
P2 8 minutos	0,422763	Não	c	0,021188	Sim
P2 12 minutos	0,432513	Não	c	0,024736	Sim

Figura 4.4: Variabilidade dos processos quanto à área relativa de vanilina para a mistura M01



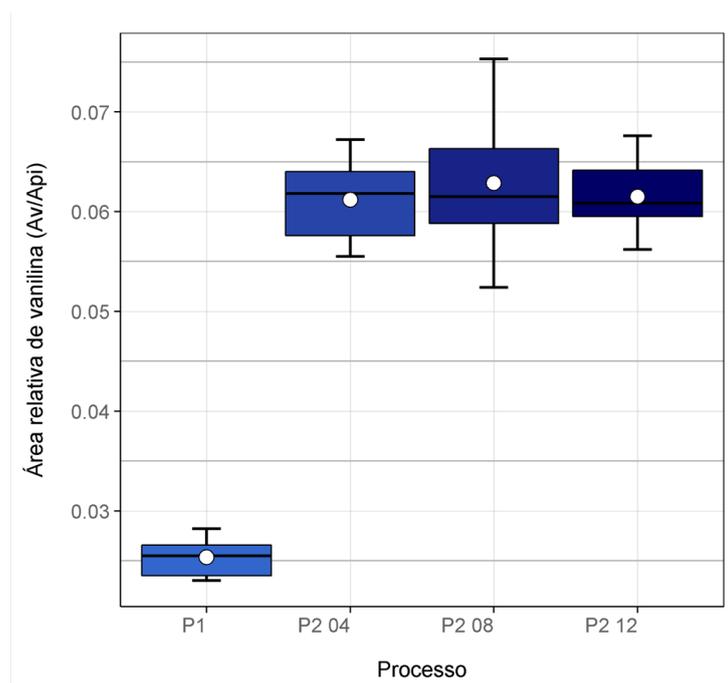
Quanto a mistura M02 (Apêndice F), os processos contínuos não apresentaram equivalência para nenhum dos conjuntos de resultados. Como critério de exclusão, o processo que obteve a média de área relativa mais destoantes das demais foi eliminado. Nos processos em batelada, todos apresentaram um conjunto de amostras incompatível, que também foi eliminado para o processo seguinte.

Novamente, como esperado, o processo contínuo apresentou uma média de área relativa menor do que os processos em batelada. Ainda podemos ressaltar que houve equivalência estatística para a incorporação da vanilina nos três tempos de processamento.

Tabela 4.5: Comparação dos processos P1 e P2 para a mistura M02, com relação a área relativa de vanilina

Processo	Vanilina (A _v /A _{pi})	Médias equivalentes	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P1	0,02534		a	0,00106	
P2 4 minutos	0,06119	Não	b	0,00228	Sim
P2 8 minutos	0,06285	Não	b	0,00408	Sim
P2 12 minutos	0,06149	Não	b	0,00205	Sim

Figura 4.5: Variabilidade dos processos quanto à área relativa de vanilina para a mistura M02



4.1.4 Resultados de concentração de propilenoglicol

Para a mistura M01 (Apêndice G), somente um grupo de resultados foi excluído para se realizar a comparação de Dunnett e manter a homogeneidade dos demais resultados. Na realização do teste de Dunnett foi observado que dois tempos de processamento em batelada obtiveram equivalência estatística comparada com o processo padrão, que foram os tempos de 8 e 12 minutos.

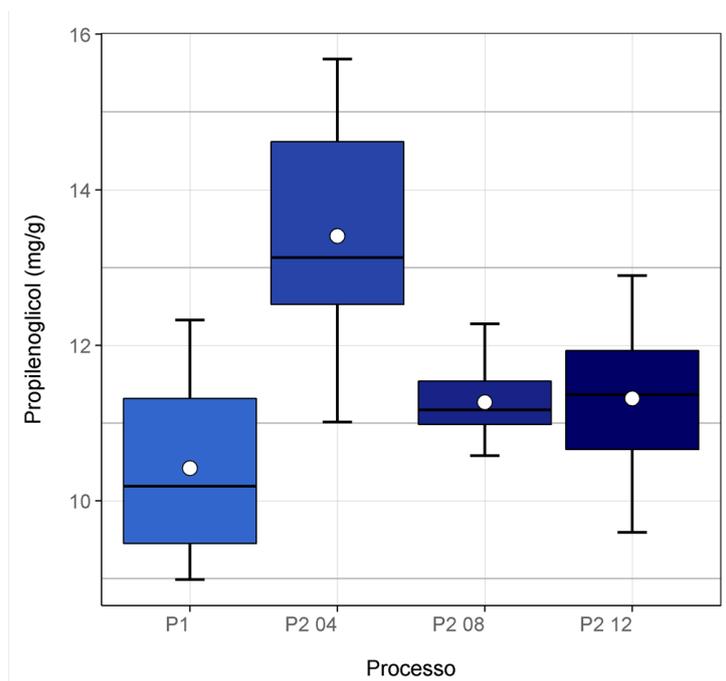
Quanto ao processo em si, não há um parâmetro que exija a incorporação do propilenoglicol no matéria, mas estas análises foram úteis também para fazer cálculos de correlação entre a quantidade aplicada de essência com a quantidade de veículo presente no material. Estes resultados de correlações serão discutidos no item 4.1.5.

32 Comparação da incorporação de essência em material sólido granular entre equipamentos operados continuamente e em batelada

Tabela 4.6: Comparação dos processos P1 e P2 para a mistura M01, com relação à concentração de propilenoglicol

Processo	Propilenoglicol (mg/g)	Médias equivalentes	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P1	10,4175		a	2,670134	
P2 4 minutos	13,4054	Não	b	1,340883	Sim
P2 8 minutos	11,2650	Sim	a	1,813907	Sim
P2 12 minutos	11,3179	Sim	a	2,133957	Sim

Figura 4.6: Variabilidade dos processos quanto à concentração de propilenoglicol para a mistura M01

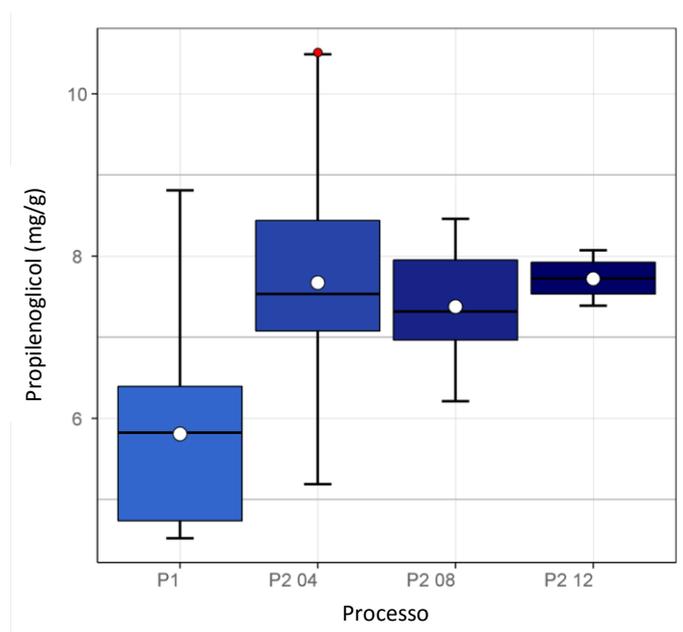


Para a mistura M02 (Apêndice H), somente um conjunto de resultados do processo P2 12 minutos foi excluído para manter a homogeneidade no teste de Dunnett. E para esta mistura, não foi obtida equivalência estatística entre os processos P1 e P2, sendo a concentração de propilenoglicol menor no primeiro.

Tabela 4.7: Comparação dos processos P1 e P2 para a mistura M01, com relação à concentração de propilenoglicol

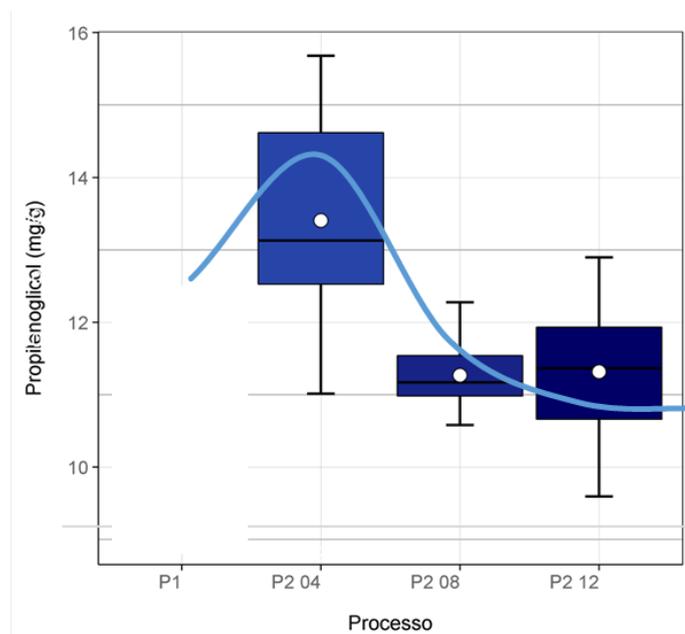
Processo	Propilenoglicol (mg/g)	Médias equivalentes	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P1	5,807083		a	1,183662	
P2 4 minutos	7,672083	Não	b	1,274185	Sim
P2 8 minutos	7,377917	Não	b	0,64372	Sim
P2 12 minutos	7,719375	Não	b	0,225807	Sim

Figura 4.7: Variabilidade dos processos quanto à concentração de propilenoglicol para a mistura M02



É importante ressaltar uma tendência observada em alguns resultados de incorporação de essência e do veículo propilenoglicol, mostrada na Figura 4.8. Acredita-se que inicialmente há um aumento da incorporação destes componentes, tendo seu valor mais elevado no tempo de 4 minutos de batelada, mas ainda há partículas levemente ligadas à matriz sólida. Com a maior manipulação do material, chega-se a uma aparente estabilidade de material aderido, por isso que a concentração destes componentes é semelhante nos tempos de 8 e 12 minutos, onde ocorre essa aparente estabilidade.

Figura 4.8: Tendência observada nos resultados de incorporação de essência nos processos em batelada



4.1.5 Correlações entre os resultados

Foi realizado testes de correlação entre os resultados de concentração de mentol e área relativa de vanilina, concentração de mentol e propilenoglicol, e também área relativa de vanilina e concentração de propilenoglicol, todos para a mistura M01 e somente a correlação entre vanilina e propilenoglicol para mistura M02. O objetivo destes testes era obter uma melhor estimativa de qual tempo de batelada é o mais satisfatório, e podem ser consultados no Apêndice I.

Os resultados das correlações mostraram que para o tempo de 4 minutos, a correlação entre o mentol e a vanilina na mistura M01 é positiva igual a 0,62. Para o tempo de 8 minutos, a correlação aumenta para 0,82, indicando que um aumento na incorporação de mentol é acompanhado por um aumento na incorporação da vanilina. Já para o tempo de 12 minutos, a correlação é de 0,05, ou seja, não existe mais ligação significativa entre as incorporações destas duas essências, provavelmente devido a uma estabilização no processo de impregnação das essências no material. Já para o processo contínuo, a correlação é de 0,85, o que indica que o tempo de batelada que mais se assemelha ao processo contínuo é 8 minutos.

Para as correlações entre mentol versus propilenoglicol e vanilina versus propilenoglicol, os 8 minutos de batelada também apresentaram o melhor tempo na análise das correlações, porém o processo contínuo mostrou valores negativos de correlações, o que mostra que este processo está com uma relação inversamente proporcional de aplicação de essência e aplicação do veículo da mesma.

Para a mistura M02, somente foi realizada a correlação entre o veículo da essência e a essência vanilina. Os resultados mostraram que para a aplicação de vanilina, somente o processo em batelada de 12 minutos se assemelhou ao processo contínuo, tendo uma maior incorporação de vanilina e propilenoglicol juntas, podendo indicar que a estabilização da impregnação é melhor nestas condições.

4.2 Resultados do Painel Sensorial

Recapitulando, a hipótese sensorial nula testada era a ausência ou muito baixa diferença por comparação pareada entre o processo padrão e os processos em batelada.

4.2.1 Resultados do Painel Sensorial – Mistura 1

As amostras do processo padrão foram avaliadas e devido a paridade sensorial entre todas as amostras, todas foram consideradas como um único controle. Depois de determinado isto, as amostras controle foram avaliadas contra as amostras testes, e o resultado destas comparações podem ser consultado no Apêndice I.

Foi constatado que todas as amostras teste apresentam paridade e/ou baixa diferença sensorial a partir da comparação pareada com o processo padrão. A percepção sensorial de nível de mentol levemente menor em algumas amostras pode ser considerada como uma variação normal inerente ao processo de aplicação, não deve ser considerada relevante para reprovação da tecnologia.

4.2.2 Resultados do Painel Sensorial – Mistura 2

Da mesma maneira que descrito no item 4.2.1, não houve diferenças sensoriais entre as amostras do processo padrão e todas foram consideradas como um único controle. Os resultados das avaliações das amostras teste contra as amostras controle podem ser consultados no Apêndice J.

Todas as amostras teste apresentaram paridade e/ou baixa diferença sensorial quando comparadas par a par com o processo padrão. Os níveis de notas doces menores encontrados em algumas amostras também podem ser considerados inerentes a variação de aplicação no processo e não deve ser considerado relevante para a reprovação do mesmo.

Tendo em vista que os resultados obtidos analiticamente apresentaram maiores concentrações de essência no processo em batelada, não faz tanto sentido estes mesmos terem resultados de níveis de notas de essência menores quando comparadas com o processo contínuo. O processo de análise olfativas com humanos é mais suscetível a erros e possui uma variabilidade muito maior que uma análise analítica de quantificação de essência. Também podemos ressaltar que as diferenças encontradas no painel sensorial olfativo são perceptíveis a um nível que somente painelistas treinados conseguem

36 Comparação da incorporação de essência em material sólido granular entre equipamentos operados continuamente e em batelada

distinguir, por este motivo que essas diferenças não são relevantes para a reprovação dos processos em batelada, e as análises do laboratório são as que pesam mais para as conclusões do trabalho.

5 Conclusões e Trabalhos Futuros

A conclusão do estudo em questão pode ser dividido em duas partes, devido aos dois tipos diferentes de misturas e essências utilizadas. A conclusão geral deste trabalho, com base nas correlações realizadas, é que os produtos obtidos no processo em batelada são de qualidade superior quando comparados ao processo contínuo, sendo 8 minutos o melhor tempo de batelada para a aplicação da essência mentolada e 12 minutos para a aplicação da essência com vanilina. Cabe ressaltar que o objetivo inicial era se obter um processo em batelada que se assemelhasse estatisticamente com o processo contínuo, e o que foi possível observar com as análises realizadas que avaliavam a incorporação das essências é que nenhum tempo de batelada reportou resultados estatisticamente iguais ao processo contínuo, e foram sempre superiores.

O que mais ficou claro com este estudo é o fato de que o processo contínuo não atender as expectativas quanto a incorporação de essência, pois a perda é maior do que a esperada. Com estes resultados, foi obtido mais argumentos que justificam a necessidade de um investimento maior na troca dos equipamentos deste processo.

As conclusões específicas são listadas a seguir.

- Os resultados de umidade não mostraram uma equivalência estatística, porém, todas estão dentro dos limites de especificação. Como a umidade não é um parâmetro que pode ser manipulado controladamente (não há aplicação de vapor d'água nos processos), ela foi realizada no intuito de averiguar se há discrepâncias nos resultados pelo diferente modo como o material é manipulado, o que não foi observado.
- Para a mistura M01 que possui mentol como essência, a variabilidade dos processos em batelada são iguais ou um pouco maiores que o processo contínuo, mas a perda de essência é menor e, conseqüentemente, a quantidade impregnada é maior.
- Os resultados de aplicação de vanilina, tanto para a mistura M01 e M02 apresentaram também uma variabilidade maior de aplicação, mas a maior quantidade de essência impregnada compensa esta variabilidade maior.
- As análises de concentração de propilenoglicol mostraram uma equivalência dos processos em batelada dos tempos de 8 e 12 minutos com o processo contínuo para

a mistura M01, e nenhuma equivalência estatística para a mistura M02, pois todas as concentrações foram maiores para os processos em batelada.

- Os resultados do Painel Sensorial não reprovaram nenhum processo em batelada, e todos tiveram equivalência olfativa quando comparado ao processo contínuo, tendo diferenças perceptíveis apenas a pessoas altamente treinadas na avaliação sensorial.
- A quantidade maior de aplicação de essência nos processos em batelada é muito interessante, pois como menos material é perdido, menor é o gasto com este insumo.

Como sugestões para trabalhos futuros, podem ser realizados estudos conforme apresentado a seguir.

- Realização de análises de concentração de teobromina nas amostras da mistura M02, pois é um composto presente na essência achocolatada aplicada.
- Realização de estudos que avaliem as propriedades de mistura, como granulometria e poder de enchimento.
- Avaliar se é possível a instalação de um sistema de captação de pó antes do material entrar no cilindro de aplicação de essência no processo contínuo, para que a exaustão usada para retirada do pó seja eliminada, pois a mesma pode ser responsável pela retirada de essência quando a mesma é aplicada no material.

6 Referências

ABDALLAH, F. **Cigarrete product development - blending and processing now-how; sensory testing of cigarette smoke**. 1. ed ed. Carolina do Norte: Tobacco Reporter, 2004.

AÏT AISSA, A.; DUCHESNE, C.; RODRIGUE, D. Polymer powders mixing part i: mixing characterization in rotating cylinders. **Chemical engineering science**, 2010a. v. 65, n. 2, p. 786–795.

AÏT AISSA, A.; DUCHESNE, C.; RODRIGUE, D. Polymer powders mixing part ii: multi-component mixing dynamics using rgb color analysis. **Chemical engineering science**, 2010b. v. 65, n. 12, p. 3729–3738.

BRIDGWATER, J. Mixing of powders and granular materials by mechanical means—a perspective. **Particuology**, 2012. v. 10, n. 4, p. 397–427.

BUKOVEC, P. *et al.* Optimization of melt pelletization in a high shear mixer. **International journal of pharmaceutics**, 2009. v. 381, n. 2, p. 192–198.

CHAND, R. *et al.* Discrete particle simulation of radial segregation in horizontally rotating drum: effects of drum-length and non-rotating end-plates. **Physica a: statistical mechanics and its applications**, 2012. v. 391, n. 20, p. 4590–4596.

DEIBLER, K. D.; DELWICHE, J. **Handbook of flavor characterization: sensory analysis, chemistry, and physiology**. [S.l.]: CRC Press, 2004.

DRISCOLL, W. C. Robustness of the anova and tukey-kramer statistical tests. **Computers & industrial engineering**, 1996. v. 31, n. 1, p. 265–268.

GUI, N.; FAN, J.; CEN, K. A macroscopic and microscopic study of particle mixing in a rotating tumbler. **Chemical engineering science**, 2010. v. 65, n. 10, p. 3034–3041.

HOU, W. *et al.* Development of the mass spectral fingerprint by headspace-solid-phase microextraction-mass spectrometry and chemometric methods for rapid quality control of flavoring essence. **Microchemical journal**, 2016. v. 128, p. 75–83.

HUANG, A. N.; KUO, H. P. A study of the three-dimensional particle size segregation

structure in a rotating drum. **Aiche journal**, abr. 2012. v. 58, n. 4, p. 1076–1083.

KAYE, B. H. **Powder mixing (powder technology series)**. [S.l.]: Chapman & Hall, 1997. V. First edit.

KAZEMZADEH, A. *et al.* A new perspective in the evaluation of the mixing of biopolymer solutions with different coaxial mixers comprising of two dispersing impellers and a wall scraping anchor. **Chemical engineering research and design**, 2016. v. 114, p. 202–219.

KINGSTON, T. A.; HEINDEL, T. J. Granular mixing optimization and the influence of operating conditions in a double screw mixer. **Powder technology**, 2014. v. 266, p. 144–155.

LACEY, P. M. C. Developments in the theory of particle mixing. **Journal of applied chemistry**, 1954. v. 4, n. 5, p. 257–268.

MONTGOMERY, DOUGLAS C., RUNGER, G. C. **Applied statistics and probability for engineers**. 3rd ed. ed. [S.l.]: [s.n.], 2003.

NIAMNUY, C.; DEVAHASTIN, S. Effects of geometry and operating conditions on the mixing behavior of an in-line impinging stream mixer. **Chemical engineering science**, mar. 2005. v. 60, n. 6, p. 1701–1708.

NIU, Y. *et al.* Characterization of taste-active compounds of various cherry wines and their correlation with sensory attributes. **Journal of chromatography b**, 2012. v. 902, p. 55–60.

OTTINO, J. .; KHAKHAR, D. . Fundamental research in heaping, mixing, and segregation of granular materials: challenges and perspectives. **Powder technology**, 2001. v. 121, n. 2, p. 117–122.

PERNENKIL, L.; COONEY, C. L. **A review on the continuous blending of powders**. **Chemical engineering science**.

PORTILLO, P. M.; IERAPETRITOU, M. G.; MUZZIO, F. J. Effects of rotation rate, mixing angle, and cohesion in two continuous powder mixers—a statistical approach. **Powder technology**, 2009. v. 194, n. 3, p. 217–227.

VENABLES, H. J.; WELLS, J. I. Powder mixing. **Drug development and industrial pharmacy**,

2001. v. 27, n. 7, p. 599–612.

ZHANG, Y. *et al.* Simultaneous determination of 23 flavor additives in tobacco products using gas chromatography–triple quadrupole mass spectrometry. **Journal of chromatography a**, 2013. v. 1306, p. 72–79.

7 Anexos

ANEXO A – Condições cromatográficas para cromatógrafo Agilent 6890 para a análise de mentol

Injetor	
Temperatura do injetor	240°C
Modo de injeção	Split
Razão de split	20:1
Fluxo de split	40.1 mL/min
Fluxo total	44,6 mL/min
Gas Saver	15 mL/min @ 2 min
Gás	Hélio
Volume de injeção	1 µL
Coluna Capilar	DB-Wax 30mx320µmx0,25µm
Modo	Pressão constante
Pressão	13,19 psi
Fluxo	2,0 mL/min
Velocidade média	39 cm/s
Temperatura máxima	250°C
Forno	
Temperatura máxima	240°C
Temperatura inicial	140°C
Programação do forno	140°C - 1 min
	3°C/min - 155°C
	120°C/min - 200°C - 1,5min
Tempo de corrida	60°C/min - 220°C - 2 min
	9,2 min
Detector FID	
Temperatura do detector	270°C
H ₂	30 mL/min
Ar	300 mL/min
Make up gas (N ₂)	30 mL/min

ANEXO B – Condições cromatográficas para cromatógrafo Agilent 6890 para a análise de propilenoglicol

Coluna	DB-Wax 30mx32mmx0,5µm
Volume de injeção	1 µL
Fluxo do injetor	aprox. 46mL/min
Temperatura do injetor	220°C
Split pulsado	20 psi/ 0,4 min
Razão de Split	40:1
Gas Saver	20 mL/min @ 2 min
Pressão Injetor	7,39 psi
Temperatura inicial do forno	120°C
	120°C - 1 min
Programação do forno	10°C/min - 150°C - 5 min
	20°C/min - 180°C - 24 min
	50°C/min - 230°C - 1 min
Tempo de corrida	36,5 min
Velocidade média	23 cm/s
Fluxo da coluna	1,1 mL/min
Temperatura do detector	260°C
H ₂	30 mL/min
Ar	300 mL/min
Make up gas (N ₂)	30 mL/min
	Propilenoglicol - 8,1 min
	Anetol - 12,6 min
Tempo de retenção	Triacetina - 18,7 min
	Glicerol - 21,9 min
	Trietilenoglicol - 33,2 min

ANEXO D– Tabela para teste deTukey

GL ($N - k$)	α	k níveis								
		2	3	4	5	6	7	8	9	10
5	0,05	3,64	4,6	5,22	5,67	6,03	6,33	6,58	6,8	6,99
	0,01	5,7	6,98	7,8	8,42	8,91	9,32	9,67	9,97	10,24
6	0,05	3,46	4,34	4,9	5,3	5,63	5,9	6,12	6,32	6,49
	0,01	5,24	6,33	7,03	7,56	7,97	8,32	8,61	8,87	9,1
7	0,05	3,34	4,16	4,68	5,06	5,36	5,61	5,82	6	6,16
	0,01	4,95	5,92	6,54	7,01	7,37	7,68	7,94	8,17	8,37
8	0,05	3,26	4,04	4,53	4,89	5,17	5,4	5,6	5,77	5,92
	0,01	4,75	5,64	6,2	6,62	6,96	7,24	7,47	7,68	7,86
9	0,05	3,2	3,95	4,41	4,76	5,02	5,24	5,43	5,59	5,74
	0,01	4,6	5,43	5,96	6,35	6,66	6,91	7,13	7,33	7,49
10	0,05	3,15	3,88	4,33	4,65	4,91	5,12	5,3	5,46	5,6
	0,01	4,48	5,27	5,77	6,14	6,43	6,67	6,87	7,05	7,21
11	0,05	3,11	3,82	4,26	4,57	4,82	5,03	5,2	5,35	5,49
	0,01	4,39	5,15	5,62	5,97	6,25	6,48	6,67	6,84	6,99
12	0,05	3,08	3,77	4,2	4,51	4,75	4,95	5,12	5,27	5,39
	0,01	4,32	5,05	5,5	5,84	6,1	6,32	6,51	6,67	6,81
13	0,05	3,06	3,73	4,15	4,45	4,69	4,88	5,05	5,19	5,32
	0,01	4,26	4,96	5,4	5,73	5,98	6,19	6,37	6,53	6,67
14	0,05	3,03	3,7	4,11	4,41	4,64	4,83	4,99	5,13	5,25
	0,01	4,21	4,89	5,32	5,63	5,88	6,08	6,26	6,41	6,54
15	0,05	3,01	3,67	4,08	4,37	4,59	4,78	4,94	5,08	5,2
	0,01	4,17	4,84	5,25	5,56	5,8	5,99	6,16	6,31	6,44
16	0,05	3	3,65	4,05	4,33	4,56	4,74	4,9	5,03	5,15
	0,01	4,13	4,79	5,19	5,49	5,72	5,92	6,08	6,22	6,35
17	0,05	2,98	3,63	4,02	4,3	4,52	4,7	4,86	4,99	5,11
	0,01	4,1	4,74	5,14	5,43	5,66	5,85	6,01	6,15	6,27
18	0,05	2,97	3,61	4	4,28	4,49	4,67	4,82	4,96	5,07
	0,01	4,07	4,7	5,09	5,38	5,6	5,79	5,94	6,08	6,2
19	0,05	2,96	3,59	3,98	4,25	4,47	4,65	4,79	4,92	5,04

46 Comparação da incorporação de essência em material sólido granular entre equipamentos operados continuamente e em batelada

	0,01	4,05	4,67	5,05	5,33	5,55	5,73	5,89	6,02	6,14
20	0,05	2,95	3,58	3,96	4,23	4,45	4,62	4,77	4,9	5,01
	0,01	4,02	4,64	5,02	5,29	5,51	5,69	5,84	5,97	6,09
24	0,05	2,92	3,53	3,9	4,17	4,37	4,54	4,68	4,81	4,92
	0,01	3,96	4,55	4,91	5,17	5,37	5,54	5,69	5,81	5,92
30	0,05	2,89	3,49	3,85	4,1	4,3	4,46	4,6	4,72	4,82
	0,01	3,89	4,45	4,8	5,05	5,24	5,4	5,54	5,65	5,76
40	0,05	2,86	3,44	3,79	4,04	4,23	4,39	4,52	4,63	4,73
	0,01	3,82	4,37	4,7	4,93	5,11	5,26	5,39	5,5	5,6
60	0,05	2,83	3,4	3,74	3,98	4,16	4,31	4,44	4,55	4,65
	0,01	3,76	4,28	4,59	4,82	4,99	5,13	5,25	5,36	5,45
120	0,05	2,8	3,36	3,68	3,92	4,1	4,24	4,36	4,47	4,56
	0,01	3,7	4,2	4,5	4,71	4,87	5,01	5,12	5,21	5,3
∞	0,05	2,77	3,31	3,63	3,86	4,03	4,17	4,29	4,39	4,47
	0,01	3,64	4,12	4,4	4,6	4,76	4,88	4,99	5,08	5

Fonte: Portal Action, disponível em: <<http://www.portalaction.com.br/anova/tabela-para-o-teste-de-tukey>>. Acesso em novembro de 2016.

ANEXO E– Tabela para teste de Dunnett

GL ($N - k$)	α	k níveis								
		2	3	4	5	6	7	8	9	10
5	0,05	2,57	3,03	3,29	3,48	3,62	3,73	3,82	3,9	3,97
	0,01	4,03	4,63	4,98	5,22	5,41	5,56	5,69	5,8	5,89
6	0,05	2,45	2,86	3,1	3,26	3,39	3,49	3,57	3,64	3,71
	0,01	3,71	4,21	4,51	4,71	4,87	5	5,1	5,2	5,28
7	0,05	2,36	2,75	2,97	3,12	3,24	3,33	3,41	3,47	3,53
	0,01	3,5	3,95	4,21	4,39	4,53	4,64	4,74	4,82	4,89
8	0,05	2,31	2,67	2,88	3,02	3,13	3,22	3,29	3,35	3,41
	0,01	3,36	3,77	4	4,17	4,29	4,4	4,48	4,56	4,62
9	0,05	2,26	2,61	2,81	2,95	3,05	3,14	3,2	3,26	3,32
	0,01	3,25	3,63	3,85	4,01	4,12	4,22	4,3	4,37	4,43
10	0,05	2,23	2,57	2,76	2,89	2,99	3,07	3,14	3,19	3,24
	0,01	3,17	3,53	3,74	3,88	3,99	4,08	4,16	4,22	4,28
11	0,05	2,2	2,53	2,72	2,84	2,94	3,02	3,08	3,14	3,19
	0,01	3,11	3,45	3,65	3,79	3,89	3,98	4,05	4,11	4,16
12	0,05	2,18	2,5	2,68	2,81	2,9	2,98	3,04	3,09	3,14
	0,01	3,05	3,39	3,58	3,71	3,81	3,89	3,96	4,02	4,07
13	0,05	2,16	2,48	2,65	2,78	2,87	2,94	3	3,06	3,1
	0,01	3,01	3,33	3,52	3,65	3,74	3,82	3,89	3,94	3,99
14	0,05	2,14	2,46	2,63	2,75	2,84	2,91	2,97	3,02	3,07
	0,01	2,98	3,29	3,47	3,59	3,69	3,76	3,83	3,88	3,93
15	0,05	2,13	2,44	2,61	2,73	2,82	2,89	2,95	3	3,04
	0,01	2,95	3,25	3,43	3,55	3,64	3,71	3,78	3,83	3,88
16	0,05	2,12	2,42	2,59	2,71	2,8	2,87	2,92	2,97	3,02
	0,01	2,92	3,22	3,39	3,51	3,6	3,67	3,73	3,78	3,83
17	0,05	2,11	2,41	2,58	2,69	2,78	2,85	2,9	2,95	3
	0,01	2,9	3,19	3,36	3,47	3,56	3,63	3,69	3,74	3,79
18	0,05	2,1	2,4	2,56	2,68	2,76	2,83	2,89	2,94	2,98
	0,01	2,88	3,17	3,33	3,44	3,53	3,6	3,66	3,71	3,75
19	0,05	2,09	2,39	2,55	2,66	2,75	2,81	2,87	2,92	2,96

48 Comparação da incorporação de essência em material sólido granular entre equipamentos operados continuamente e em batelada

	0,01	2,86	3,15	3,31	3,42	3,5	3,57	3,63	3,68	3,72
20	0,05	2,09	2,38	2,54	2,65	2,73	2,8	2,86	2,9	2,95
	0,01	2,85	3,13	3,29	3,4	3,48	3,55	3,6	3,65	3,69
24	0,05	2,06	2,35	2,51	2,61	2,7	2,76	2,81	2,86	2,9
	0,01	2,8	3,07	3,22	3,32	3,4	3,47	3,52	3,57	3,61
30	0,05	2,04	2,32	2,47	2,58	2,66	2,72	2,77	2,82	2,86
	0,01	2,75	3,01	3,15	3,25	3,33	3,39	3,44	3,49	3,52
40	0,05	2,02	2,29	2,44	2,54	2,62	2,68	2,73	2,77	2,81
	0,01	2,7	2,95	3,09	3,19	3,26	3,32	3,37	3,41	3,44
60	0,05	2	2,27	2,41	2,51	2,58	2,64	2,69	2,73	2,77
	0,01	2,66	2,9	3,03	3,12	3,19	3,25	3,29	3,33	3,37

Fonte: Portal Action, disponível em: <<http://www.portalaction.com.br/anova/tabela-para-o-teste-de-dunnett>>. Acesso em novembro de 2016.

8 Apêndice

APÊNDICE A – Amostras por análise e por etapa de processamento

	Umidade	Mentol	Triagem de essências	Propilenoglicol	Painel Sensorial
Adição 1	6				
Adição 2	6				
Adição 3	6				
Adição 4	6				
Etapa 1: M01	18				
Etapa 1: M02	18				
Etapa 3: M01 Proc 01	4	4	4	4	4
Etapa 3: M01 Proc 02	4	4	4	4	4
Etapa 3: M01 Proc 03	4	4	4	4	4
Etapa 4: M01 MIX 01	4	4	4	4	5
Etapa 4: M01 MIX 02	4	4	4	4	5
Etapa 4: M01 MIX 03	4	4	4	4	5
Etapa 4: M01 MIX 04	4	4	4	4	5
Etapa 4: M01 MIX 05	4	4	4	4	5
Etapa 4: M01 MIX 06	4	4	4	4	5
Etapa 4: M01 MIX 07	4	4	4	4	5
Etapa 4: M01 MIX 08	4	4	4	4	5
Etapa 4: M01 MIX 09	4	4	4	4	5
Etapa 5: M02 Proc 01	4		4	4	4
Etapa 5: M02 Proc 02	4		4	4	4
Etapa 5: M02 Proc 03	4		4	4	4
Etapa 6: M02 MIX 01	4		4	4	5
Etapa 6: M02 MIX 02	4		4	4	5
Etapa 6: M02 MIX 03	4		4	4	5
Etapa 6: M02 MIX 04	4		4	4	5
Etapa 6: M02 MIX 05	4		4	4	5
Etapa 6: M02 MIX 06	4		4	4	5
Etapa 6: M02 MIX 07	4		4	4	5
Etapa 6: M02 MIX 08	4		4	4	5
Etapa 6: M02 MIX 09	4		4	4	5

APÊNDICE B – Tabelas dos resultados das comparações dentro dos processamentos para a mistura M01, quanto a análise de porcentual de umidade

Processo	Umidade (%)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P1 01	13,8175	a	0,1666	Sim
P1 02	13,8875	ab	0,0499	Sim
P1 03	13,545	b	0,2249	Sim

Processo	Umidade (%)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 4 minutos	14,1025	a	0,1848	Sim
P2 02 4 minutos	14,0325	a	0,2142	Sim
P2 03 4 minutos	13,8175	a	0,0532	Sim

Processo	Umidade (%)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 8 minutos	13,9125	a	0,1924	Sim
P2 02 8 minutos	13,87	a	0,1615	Sim
P2 03 8 minutos	13,905	a	0,0874	Sim

Processo	Umidade (%)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 12 minutos	13,4975	a	0,1666	Sim
P2 02 12 minutos	13,3775	a	0,0499	Sim
P2 03 12 minutos	13,6475	a	0,2249	Sim

**APÊNDICE C – Tabelas dos resultados das comparações dentro dos processamentos
para a mistura M02, quanto a análise de porcentual de umidade**

Processo	Umidade (%)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P1 01	14,2675	a	0,2055	Sim
P1 02	13,8275	b	0,0873	Sim
P1 03	13,385	c	0,0332	Sim

Processo	Umidade (%)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 4 minutos	13,415	a	0,0465	Sim
P2 02 4 minutos	13,3925	a	0,075	Sim
P2 03 4 minutos	13,4824	a	0,0918	Sim

Processo	Umidade (%)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 8 minutos	13,37	a	0,1	Sim
P2 02 8 minutos	13,3225	a	0,1511	Sim
P2 03 8 minutos	13,36	a	0,2173	Sim

Processo	Umidade (%)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 12 minutos	13,4675	a	0,1517	Sim
P2 02 12 minutos	13,3775	a	0,1059	Sim
P2 03 12 minutos	13,6475	a	0,2661	Sim

APÊNDICE D – Tabelas dos resultados das comparações dentro dos processamentos para a mistura M01, quanto a análise de concentração de mentol

Processo	Mentol (mg/g)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P1 01	5,725	b	0,6787	Sim
P1 02	8,06	a	0,5990	Sim
P1 03	7,94625	a	0,6083	Sim

Processo	Mentol (mg/g)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 4 minutos	12,5825	a	0,9522	Sim
P2 02 4 minutos	11,545	a	0,6065	Sim
P2 03 4 minutos	11,6438	a	0,8043	Sim

Processo	Mentol (mg/g)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 8 minutos	9,1925	a	0,4939	Sim
P2 02 8 minutos	9,7875	a	0,3150	Sim
P2 03 8 minutos	10,7775	b	0,1520	Sim

Processo	Mentol (mg/g)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 12 minutos	10,6625	a	0,2800	Sim
P2 02 12 minutos	10,6063	a	0,8033	Sim
P2 03 12 minutos	10,3325	a	0,5684	Sim

APÊNDICE E – Tabelas dos resultados das comparações dentro dos processamentos para a mistura M01, quanto a análise de área relativa de vanilina

Processo	Vanilina (A _v /A _{pi})	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P1 01	0,0487	b	0,0042	Sim
P1 02	0,0689	a	0,0016	Sim
P1 03	0,07168	a	0,0037	Sim

Processo	Vanilina (A _v /A _{pi})	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 4 minutos	0,5271	a	0,0066	Sim
P2 02 4 minutos	0,4338	b	0,0417	Sim
P2 03 4 minutos	0,5131	a	0,0296	Sim

Processo	Vanilina (A _v /A _{pi})	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 8 minutos	0,4182	a	0,0312	Sim
P2 02 8 minutos	0,4273	a	0,0199	Sim
P2 03 8 minutos	0,5270	b	0,0083	Sim

Processo	Vanilina (A _v /A _{pi})	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 12 minutos	0,4371	a	0,0208	Sim
P2 02 12 minutos	0,5184	b	0,0369	Sim
P2 03 12 minutos	0,4280	a	0,0251	Sim

APÊNDICE F – Tabelas dos resultados das comparações dentro dos processamentos para a mistura M02, quanto a análise de área relativa de vanilina

Processo	Vanilina (A _v /A _{pi})	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P1 01	0,0239	a	0,0009	Sim
P1 02	0,0268	b	0,0010	Sim
P1 03	0,0328	c	0,0016	Sim

Processo	Vanilina (A _v /A _{pi})	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 4 minutos	0,0475	b	0,0074	Sim
P2 02 4 minutos	0,0630	a	0,0034	Sim
P2 03 4 minutos	0,0588	a	0,0032	Sim

Processo	Vanilina (A _v /A _{pi})	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 8 minutos	0,0672	a	0,0069	Sim
P2 02 8 minutos	0,0583	a	0,0059	Sim
P2 03 8 minutos	0,0631	a	0,0036	Sim

Processo	Vanilina (A _v /A _{pi})	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 12 minutos	0,0762	b	0,0047	Sim
P2 02 12 minutos	0,0620	a	0,0052	Sim
P2 03 12 minutos	0,0610	a	0,0010	Sim

**APÊNDICE G – Tabelas dos resultados das comparações dentro dos processamentos
para a mistura M01, quanto a concentração de propilenoglicol**

Processo	Propilenoglicol (mg/g)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P1 01	11,27	a	0,8870363	Sim
P1 02	10,36125	a	1,0625784	Sim
P1 03	9,62125	a	0,4658393	Sim

Processo	Propilenoglicol (mg/g)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 4 minutos	13,90375	a	1,570443	Sim
P2 02 4 minutos	12,91	a	1,536717	Sim
P2 03 4 minutos	13,4025	a	0,836954	Sim

Processo	Propilenoglicol (mg/g)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 8 minutos	11,395	a	0,5940118	Sim
P2 02 8 minutos	11,135	a	0,4415503	Sim
P2 03 8 minutos	13,6975	b	0,3843718	Sim

Processo	Propilenoglicol (mg/g)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 12 minutos	11,0525	a	1,110469	Sim
P2 02 12 minutos	11,31875	a	0,670104	Sim
P2 03 12 minutos	11,5825	a	0,992795	Sim

APÊNDICE H – Tabelas dos resultados das comparações dentro dos processamentos para a mistura M02, quanto a concentração de propilenoglicol

Processo	Propilenoglicol (mg/g)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P1 01	4,68375	a	0,11919	Sim
P1 02	5,90375	ab	0,473627	Sim
P1 03	6,83375	b	1,341016	Sim

Processo	Propilenoglicol (mg/g)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 4 minutos	7,675	a	2,201526	Sim
P2 02 4 minutos	8,24625	a	0,377125	Sim
P2 03 4 minutos	7,095	a	0,283667	Sim

Processo	Propilenoglicol (mg/g)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 8 minutos	7,98875	a	0,472341	Sim
P2 02 8 minutos	6,74125	b	0,402459	Sim
P2 03 8 minutos	7,40375	ab	0,308960	Sim

Processo	Propilenoglicol (mg/g)	Agrupamento	Desvio-padrão	Desvios equivalentes
P2 01 12 minutos	9,6675	a	0,5606172	Sim
P2 02 12 minutos	7,6725	b	0,2992351	Sim
P2 03 12 minutos	7,76625	b	0,1535347	Sim

APÊNDICE I – Correlações entre os resultados incorporação de essência nas misturas M01 e M02, respectivamente.

Mistura M01:

Comparação	Tempo de batelada	Correlação
Incorporação de mentol X propilenoglicol	Contínuo	-0,28
	4	0,23
	8	0,7
	12	0,18
Incorporação de vanilina X propilenoglicol	Contínuo	-0,61
	4	0,52
	8	0,91
	12	-0,03
Incorporação de mentol X vanilina	Contínuo	0,85
	4	0,62
	8	0,82
	12	0,05

Mistura M02:

Comparação	Tempo de batelada	Correlação
Incorporação de vanilina X propilenoglicol	Contínuo	0,79
	4	0,23
	8	0,35
	12	0,83

APÊNDICE J – Avaliação olfativa entre as amostras controle (processo padrão) versus amostras teste (processo em batelada) para a Mistura 1

Avaliação	Amostras avaliadas	Tempo de processamento do teste (min)	Resultado
1	Controle x M01 MIX 01	8	→ Baixa diferença sensorial na avaliação comparativa entre teste e controle. Amostra teste apresentando nível de mentol levemente mais baixo que o controle, porém não significativo. → Conclusão: aprovado
2	Controle x M01 MIX 02	4	→ Sem diferença sensorial entre as amostras → Conclusão: aprovado
3	Controle x M01 MIX 03	12	→ Baixa diferença sensorial na avaliação comparativa entre teste e controle. Amostra teste apresentando nível de mentol levemente mais baixo que o controle, porém não significativo. → Conclusão: aprovado
4	Controle x M01 MIX 04	8	→ Baixa diferença sensorial na avaliação comparativa entre teste e controle. Amostra teste apresentando nível de notas doces levemente acima do controle, porém não significativo. → Conclusão: aprovado
5	Controle x M01 MIX 05	12	→ Sem diferença sensorial entre as amostras → Conclusão: aprovado
6	Controle x M01 MIX 06	4	→ Baixa diferença sensorial na avaliação comparativa entre teste e controle. Amostra teste apresentando nível de notas doces levemente acima do controle, porém não significativo. → Conclusão: aprovado
7	Controle x M01 MIX 07	12	→ Sem diferença sensorial entre as amostras → Conclusão: aprovado
8	Controle x M01 MIX 08	8	→ Sem diferença sensorial entre as amostras → Conclusão: aprovado
9	Controle x M01 MIX 09	4	→ Sem diferença sensorial entre as amostras → Conclusão: aprovado

**APÊNDICE K – Avaliação olfativa entre as amostras controle (processo padrão)
versus amostras teste (processo em batelada) para a Mistura 2**

Avaliação	Amostras avaliadas	Tempo de processamento do teste (min)	Resultado
1	Controle x M02 MIX 01	4	→ Sem diferença sensorial entre as amostras → Conclusão: aprovado
2	Controle x M02 MIX 02	12	→ Baixa diferença sensorial na avaliação comparativa entre teste e controle. Amostra teste apresentando nível de notas doces levemente abaixo do controle, porém não significativo. → Conclusão: aprovado
3	Controle x M02 MIX 03	4	→ Sem diferença sensorial entre as amostras → Conclusão: aprovado
4	Controle x M02 MIX 04	4	→ Baixa diferença sensorial na avaliação comparativa entre teste e controle. Amostra teste apresentando nível de notas doces levemente abaixo do controle, porém não significativo. → Conclusão: aprovado
5	Controle x M02 MIX 05	8	→ Baixa diferença sensorial na avaliação comparativa entre teste e controle. Amostra teste apresentando nível de notas doces levemente abaixo do controle, porém não significativo. → Conclusão: aprovado
6	Controle x M02 MIX 06	12	→ Baixa diferença sensorial na avaliação comparativa entre teste e controle. Amostra teste apresentando nível de notas doces levemente abaixo do controle, porém não significativo. → Conclusão: aprovado
7	Controle x M02 MIX 07	8	→ Baixa diferença sensorial na avaliação comparativa entre teste e controle. Amostra teste apresentando nível de notas doces levemente abaixo do controle, porém não significativo. → Conclusão: aprovado
8	Controle x M02 MIX 08	8	→ Baixa diferença sensorial na avaliação comparativa entre teste e controle. Amostra teste apresentando nível de notas doces levemente abaixo do controle, porém não significativo. → Conclusão: aprovado
9	Controle x M02 MIX 09	12	→ Baixa diferença sensorial na avaliação comparativa entre teste e controle. Amostra teste apresentando nível de notas doces levemente abaixo do controle, porém não significativo. → Conclusão: aprovado

