PLANEJAMENTO E ANÁLISES DE EXPERIMENTOS: UM ESTUDO DIDÁTICO PARA RESFRIAMENTO DE CERVEJA

Williane de Oliveira Silva Soares
Universidade Federal da Paraíba (UFPB)
Jardim Cidade Universitária, S/N – Campus I – Castelo Branco, PB, 58051-900
williane.oliveira@academico.ufpb.br

Anrafel de Souza Barbosa
Universidade Federal da Paraíba (UFPB)
Jardim Cidade Universitária, S/N – Campus I – Castelo Branco, PB, 58051-900
anrafel.barbosa@academico.ufpb.br

Gabriel Henrique Pereira Nascimento
Universidade Federal da Paraíba (UFPB)
Jardim Cidade Universitária, S/N – Campus I – Castelo Branco, PB, 58051-900
gabrielhenrique.hpn@gmail.com

Lucas Matheus Oliveira da Silva
Universidade Federal de Campina Grande (UFCG)
Rua Francisco Braz, S/N – Campus Sumé – Várzea, Sumé, PB, 58540-000
lucasmatheus1232011@gmail.com

Rogério Santana Peruchi
Universidade Federal da Paraíba (UFPB)
Jardim Cidade Universitária, S/N – Campus I – Castelo Branco, PB, 58051-900
rsp@academico.ufpb.br

RESUMO

A literatura sugere que a temperatura é um requisito fundamental para determinar a qualidade de uma cerveja. Portanto, este artigo realizou um estudo didático sobre o processo de refrigeração da cerveja, com o objetivo de determinar o tempo e a potência de refrigeração ótima para o processo. Para tanto, foi realizado um procedimento experimental baseado em um arranjo fatorial completo com pontos centrais, composto por três fatores e duas variáveis de resposta que impactam a temperatura da cerveja. A análise estatística do experimento mostrou que o tempo de estabilização é especialmente afetado pelo tipo de recipiente, volume e energia do freezer, enquanto o consumo de energia é impactado principalmente pelo tipo de recipiente e volume do freezer. Além disso, a configuração ideal dos parâmetros de resfriamento foi determinada. O artigo contribui, em termos didáticos, para o entendimento sobre a execução de experimentos, demonstrando como a otimização de processos pode trazer resultados positivos para processos reais.

PALAVRAS-CHAVE. Otimização, Fatorial completo, Cerveja.

Tópicos (EST&MP - Estatística e Modelos Probabilísticos, OA – Outras aplicações em PO)

ABSTRACT

The literature suggests that temperature is a fundamental requirement to determine the quality of a beer. This article carried out a didactic study on the beer refrigeration process, with the

objective of determining the refrigeration time and power that would optimize the process. Therefore, an experimental procedure was carried out based on a complete factorial arrangement with central points, composed of three factors and two response variables that impact the temperature of the beer. Statistical analysis of the experiment showed that stabilization time is especially affected by container type, freezer volume and energy, while energy consumption is mainly impacted by container type and freezer volume. Furthermore, the optimal setting of the cooling parameters was determined. The article contributes, in didactic terms, to the understanding of the execution of experiments, demonstrating how statistical analysis and process optimization can bring positive results to real processes.

KEYWORDS. Optimization, full factorial, beer.

Paper topics (EST&MP - Statistics and Probabilistic Models, OA - Other applications in PO)

1. Introdução

A implementação virtual de qualquer procedimento analítico requer a especificação de um conjunto de condições experimentais das quais seu desempenho final depende criticamente [Hibbert 2012]. Os exemplos incluem a otimização dos parâmetros de extração - temperatura, tempo, potência, pressão, entre outros - para garantir uma preparação de amostra adequada a fim de maximizar a capacidade de separação e quantificação dos compostos de interesse [Callao 2014].

Especificar todas essas configurações diferentes está longe de ser uma tarefa trivial. Envolve a consideração simultânea de vários fatores, alguns deles são fáceis de manipular enquanto outros requerem procedimentos experimentais exigentes e trabalhosos [Tian 2010]. Além disso, os fatores podem ser quantitativos (por exemplo, temperaturas de operação, tempos de extração, entre outros) ou qualitativos (fabricante, material, entre outros), tendo efeitos lineares, bilineares ou não lineares associados ou incluindo combinações que podem nem mesmo ser viáveis ou recomendáveis [Charry-parra et al. 2011].

Nestas circunstâncias, o Design Estatístico de Experimentos (DoE), constitui um corpo de conhecimento que pode auxiliar efetivamente os esforços do pesquisador interessado em aproveitar ao máximo o equipamento disponível e em otimizar todo o processo experimental [Da Silva et al. 2015].

Em relação ao custo operacional, o DoE assume claras vantagens: menor custo e menor sobrecarga experimental, pois implica menor número de ensaios e consequentemente, o consumo de reagentes, padrões e amostras é reduzido, assim como o tempo de análise. Além disso, o DoE garante conclusões estatisticamente significativas que são, portanto, cientificamente válidas, salvaguardas contra procedimentos errôneos e tendenciosos que levam a conclusões erradas ou abaixo do ideal que podem ocorrer quando os experimentos são mal planejados [Welke et al. 2014].

A maioria das vantagens do Planejamento Estatístico de Experimentos em relação a essa estratégia univariada pode ser encontrada na revisão de Leardi [2009]. Projetos fatoriais estão entre os métodos mais populares para projetar experimentos, pois são fáceis de implementar e fornecem resultados que podem ser facilmente interpretados [Gonçalves et al. 2014].

A utilização de DoE baseado em fundamentos estatísticos permite aos pesquisadores obter as informações desejadas, sem que seja necessário medir o comportamento de um sistema a cada alteração de um fator ou variável de interesse, bem como suas combinações, em menor tempo e realizando um número mínimo de experimentos ordenados [Bruns et al. 1995]. Sem a utilização dessa técnica, levaria meses ou anos, dependendo da complexidade do experimento, para que as informações sobre o sistema fossem devidamente recolhidas.

Para analisar muitos fatores, o planejamento fatorial fracionário costuma ser uma boa solução. Essa abordagem tem sido amplamente aplicada quando alguns parâmetros de extração são definidos ou conhecidos a priori [Leça et al. 2014]. Os fatoriais fracionários também são usados como um primeiro passo para a otimização multivariada, onde os fatores são rastreados a fim de identificar aqueles com efeitos significativos nas variáveis de resposta e investigar a natureza das interações entre eles [Bianchin et al. 2014].

Outro modo de desenhar os experimentos é através do fatorial completo. A diferença entre esse e o fatorial fracionado é que diferente do último, o primeiro testa todas as combinações possíveis de fatores em todos os possíveis níveis [Edwin e Carpinetti 2004].

Os Designs de Superfície de Resposta – DSR, são a escolha avançada usual para completar e refinar os modelos anteriores a fim de localizar o ideal [Fratini et al. 2012]. Além disso, após cada rodada de experimentos, o DoE também é capaz de incorporar todas as informações experimentais previamente coletadas no algoritmo e computar os novos pontos experimentais a serem testados que refinam o conhecimento adquirido do sistema de forma ótima [Lima Gomes et al. 2013].

Isso posto, a investigação experimental para o resfriamento da cerveja, tema desta pesquisa, visa modelar matematicamente uma situação cotidiana da qual estamos acostumados a

presenciar e a qual temos muitas dúvidas em relação ao processo, suas consequências físico-químicas e projeções ideais do arrefecimento.

A busca por pontos ideais de resfriamento visa satisfazer escolhas do tipo de recipiente, volume do freezer e a potência de refrigeração, para que se atinja o tempo ideal de estabilização da cerveja, com uma determinada potência (w) que resulte numa apreciação da cerveja (sabor) com uma temperatura que não leve ao seu congelamento. A análise de resfriamento requer um acompanhamento da variação da potência, volume do freezer e tipo de recipiente que permita obter uma maior satisfação de apreciação da cerveja com o menor consumo de energia, considerando o tempo de estabilização da cerveja.

Muitas vezes bebemos cerveja acima da temperatura esperada, por ficar pouco tempo em resfriamento, ou sofrendo a cristalização após a retirada da mesma do refrigerador, por ficar muito tempo no refrigerador. Desta forma, surgem as indagações desta pesquisa: Levando-se em consideração que a temperatura ideal para se consumir a cerveja tipo *lager* é entre 5 e 15 graus celsius [Morado 2017], (I) como alcançar no melhor tempo hábil essa temperatura? (II) Qual potência do refrigerador usar?

2. Procedimentos Metodológicos

Este estudo didático visa entender a significância dos fatores nas respostas: consumo de energia e tempo de estabilização da temperatura ideal. Sendo assim, a pesquisa se caracterizou como experimental e aplicou a metodologia de Superfície de Resposta (*Response Surface Methodology* - RSM) para análise do processo de resfriamento de cervejas por meio de planejamento fatorial. As etapas da pesquisa, na Figura 1, foram descritas de acordo com Burdick; Borror e Montgomery [2003]:

- Etapa 1 (Definição do problema)

Atender o padrão de qualidade de fabricação e comercialização de produtos é o desafio das empresas contemporâneas que desejam se manter competitivas no mercado. No caso do controle de qualidade da produção e venda da cerveja o mesmo acontece. Na literatura alguns autores citaram a temperatura da cerveja como parâmetro de requisito para percepção de qualidade do cliente, sendo assim é necessário estudar quais configurações do processo de resfriamento da cerveja aceleram o tempo de estabilização necessária para alcançar o parâmetro de temperatura de 5° a 7° C.

Assim, a primeira etapa do planejamento do processo é a sua definição, especificando a máquina e o material que serão explorados. O experimento a ser abordado neste projeto é o resfriamento da cerveja no interior de um refrigerador (*Frost Free*, Consul, Bem Estar).

Os materiais são de fácil aquisição, além do refrigerador (próprio), serão adquiridas cervejas, de mesmo volume, mas de marcas e recipientes diferentes, e um termômetro.

- Etapa 2 (Seleção das variáveis de resposta)

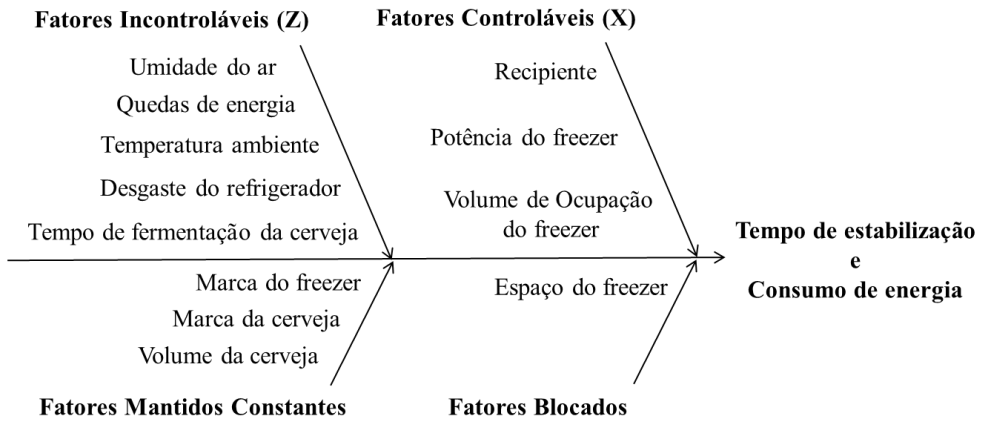
As principais variáveis de respostas a serem medidas são o tempo de estabilização (h), o consumo de energia em (Wh) e o sabor da cerveja. Para tanto, estabeleceu-se como requisitos que a temperatura do congelador estivesse numa faixa de 5 a 7 ºC, temperatura recomendada para resfriamento da cerveja segundo Morado [2017].

As variáveis de respostas selecionadas foram escolhidas tendo em vista a necessidade de responder o objetivo definido para o experimento: aferir o quanto de energia é consumido, numa relação tempo vs. potência, levando-se em conta que quanto maior a potência, maior será o gasto de energia do refrigerador. Além disso, considerando que é necessário considerar o nível de satisfação quanto à apreciação do sabor da cerveja, considerou-se a necessidade de adotar uma escala para medir a satisfação do consumidor da cerveja.

- Etapa 3 (Seleção dos fatores e níveis - fatores controláveis e variáveis de resposta)

Para definir os fatores e seus níveis, foi elaborado um diagrama de Ishikawa (Figura 1), identificando os principais fatores controláveis, fatores constantes, fatores de ruído, e fatores blocáveis. A escolha dessas variáveis de controle pode ser justificada tendo em vista a potencial influência que tais variáveis possuem em relação ao objetivo definido para o experimento.

Figura 1 – Diagrama de causa e efeito



Fonte: Autoria própria (2020)

Para realização do procedimento, será utilizado um cronômetro para medição do tempo de estabilização. As medições da temperatura ocorreram de 5 em 5 minutos, até que a faixa de temperatura ideal fosse alcançada. Foi estabelecida uma demanda obrigatória de 16 cervejas por hora, para se determinar a capacidade do freezer, sendo o recipiente um fator neutro para escolha da cerveja pelo consumidor. O volume do freezer variou da seguinte forma:

- Volume mínimo de ocupação = 2 recipientes em alumínio + 2 recipientes em vidro, correspondendo a 25% de ocupação;

- Volume máximo de ocupação = 8 recipientes em alumínio + 8 recipientes em vidro, correspondendo a 100% de ocupação.

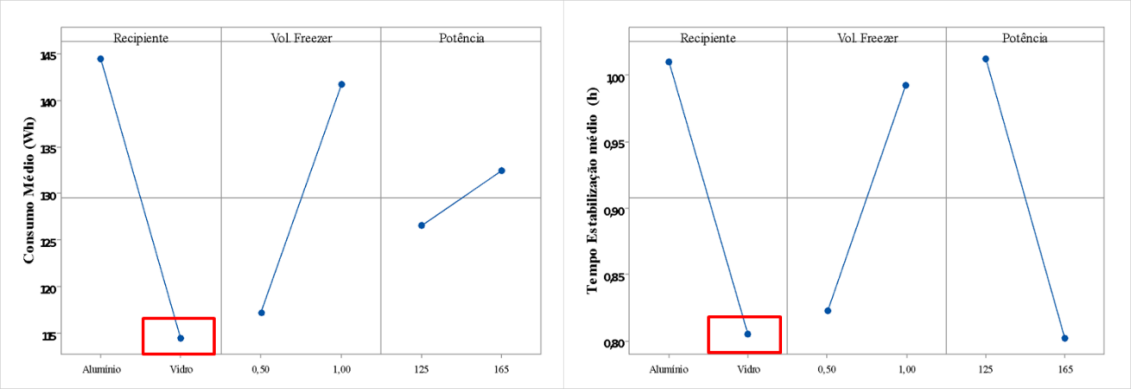
- Etapa 4 (Procedimento experimental)

A etapa 4 de escolha do arranjo experimental ocorreu em partes, previamente na etapa de identificação dos fatores foi feita uma análise estatística prévia para auxiliar no entendimento no processo e na elaboração do design experimental mais assertivo. Sendo assim, foi elaborado um arranjo fatorial completo com duas réplicas para os seguintes fatores: i) Recipiente; ii) Volume de freezer, iii) Potência e iv) Marca da cerveja. A análise preliminar da amostra demonstrou que o fator marca da cerveja não foi relevante, visto que apresentou um P valor>0,05.

Na segunda fase da etapa 4, um arranjo fatorial completo de uma réplica foi estabelecido um arranjo fatorial completo (2^K, onde K representa o número de fatores), com uma réplica e 3 pontos centrais. A execução do experimento se deu em um bloco obedecendo os parâmetros de temperatura estabelecidos (temperatura entre 5° e 7° C). O *Software Minitab*17 foi utilizado para auxiliar as análises estatísticas.

A análise estatística demonstrou que os recipientes de vidro apresentaram melhor desempenho com relação às variáveis respostas (Figura 2), por isso foram coletados apenas resultados para os pontos centrais e pontos axiais do recipiente de vidro. As etapas 5, 6 e 7 do planejamento experimental serão descritas nos capítulos 4 e 5.

Figura 2 – Gráfico de principais efeitos da análise preliminar



Fonte: Autoria própria (2020)

3. Resultados e Discussão

Após a análise estatística prévia, criou-se um arranjo fatorial completo com uma única réplica e 3 pontos centrais, com o intuito de verificar as interações entre as variáveis de respostas, e verificar os fatores mais significativos que impactam às variáveis de resposta presentes na Tabela 1.

Tabela 1- Design experimental completo

Pontos	Fatores			Respostas		Requisito
	Recipiente	Vol. Freezer (%)	Potência (W)	Tempo Estb. (h)	Consumo (Wh)	Temperatura (°C)
1	Alumínio	0,5	125	1,02	127,5	6,9
1	Vidro	0,5	125	0,83	103,75	6,7
1	Alumínio	1	125	1,2	150	6,8
1	Vidro	1	165	1	125	6,6
1	Alumínio	0,5	165	0,82	135,3	6,8
1	Vidro	0,5	125	0,62	102,3	6,7
1	Alumínio	1	125	1	165	6,8
1	Vidro	1	165	0,77	127,05	6,7
0	Vidro	0,75	145	0,8	116	6,9
0	Vidro	0,75	145	0,78	113,1	6,8
0	Vidro	0,75	145	0,82	118,9	6,9

Fonte: Autoria própria (2020)

Com a análise do experimento fatorial com os pontos centrais foi possível identificar, inicialmente, os fatores mais significativos em relação às variáveis de resposta. Dessa maneira, foram obtidos os seguintes modelos de regressão para o tempo de estabilização e consumo:

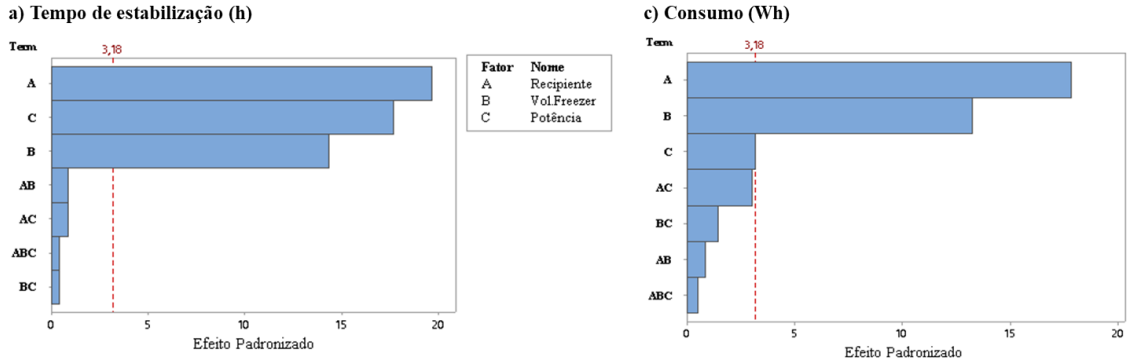
Tempo Estb. (h) = 1,358 - 0,107 Recipiente + 0,412 Vol.Freezer - 0,004875 Potência + 0,053 Recipiente*Vol.Freezer + 0,000125 Recipiente*Potência -0,00050 Vol.Freezer*Potência - 0,00050 Recipiente*Vol.Freezer*Potência

Consumo (Wh) = 100,9 - 2,3 Recipiente + 10,3 Vol.Freezer - 0,054 Potência + 10,3 Recipiente*Vol.Freezer - 0,069 Recipiente*Potência + 0,267 Vol.Freezer*Potência - 0,092 Recipiente*Vol.Freezer*Potência

Os gráficos de Pareto para os efeitos dos fatores significativos sob a variável Tempo de estabilização e Consumo podem ser vistos na Figura 3, respectivamente. Os resultados dos gráficos

indicam que os fatores Recipiente, Volume do freezer e potência são os que mais impactam a variável tempo de estabilização. Já a variável consumo é mais impactada pelos fatores recipiente e volume do freezer. Ambos os resultados coincidem com os obtidos para o experimento sem os *center points*.

Figura 3 - a) Pareto para os efeitos significativos sobre o tempo de estabilização; b) Pareto para os efeitos significativos sobre o Consumo

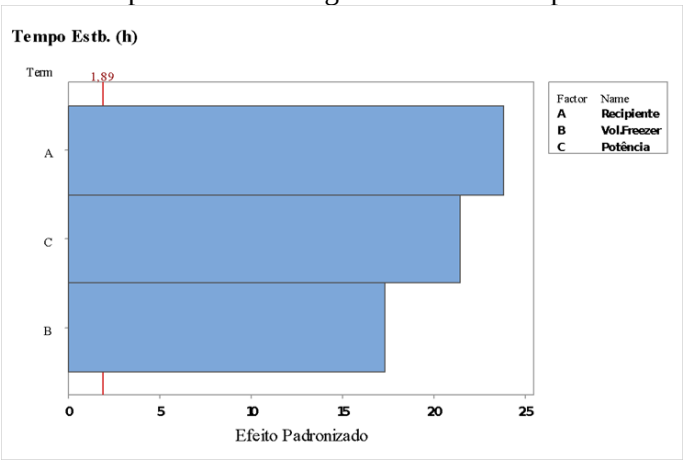


Fonte: Autoria própria (2020)

Após a análise de regressão o modelo foi refinado, retirando os fatores de interação do modelo como o auxílio da ferramenta *Stepwise*, além disso o Pareto para os efeitos significativos (Figura 4) corrobora que as variáveis de controle Recipiente, Volume do Freezer e Potência impactam significativamente a variável de resposta. Sendo assim, foi possível obter o seguinte modelo de regressão para o tempo de estabilização:

Tempo Estb. (h) = 1,4127 - 0,10357 Recipiente + 0,3400 Vol.Freezer - 0,005250 Potência

Figura 4 – Pareto para os efeitos significativos do tempo de estabilização



Fonte: Autoria própria (2020)

Em seguida os teste de adequação do modelo foram realizados por meio da análise de variância – ANOVA (Tabela 2). A ANOVA indica para o Teste 1 a adequação do modelo de regressão simples, pois o modelo apresenta um P-valor < 0,05. Indicando que a hipótese nula é rejeitada e os fatores influenciam nas respostas.

Para o Teste 2 é observado o R quadrado ajustado do modelo na Tabela 3, como R-sq (ajustado) = 99,25% > 70%, é possível concluir que os pontos se ajustam na reta de regressão.

O Teste 3 de normalização dos resíduos foi realizado por meio do teste de hipóteses de Anderson-Darling, que indicou que os dados são bem modelados pela distribuição normal, pois apresentou um P valor de 0,395.

Tabela 2 – Análise de variância para o tempo de estabilização

	DF	Adj SS	Adj MS	F-valor	P-valor
Modelo	3	0,255221	0,085074	443,47	0,000
Linear	3	0,255221	0,109221	443,47	0,000
Recipiente	1	0,109221	0,109221	569,39	0,000
Vol. Freezer	1	0,057800	0,057800	301,30	0,000
Potência	1	0,088200	0,088200	459,77	0,000
Erro	7	0,001343	0,000192		
Curvatura	1	0,000043	0,000043	0,20	0,672
Lack-of-Fit	4	0,000500	0,000125	0,31	0,852

Fonte: Autoria própria (2020)

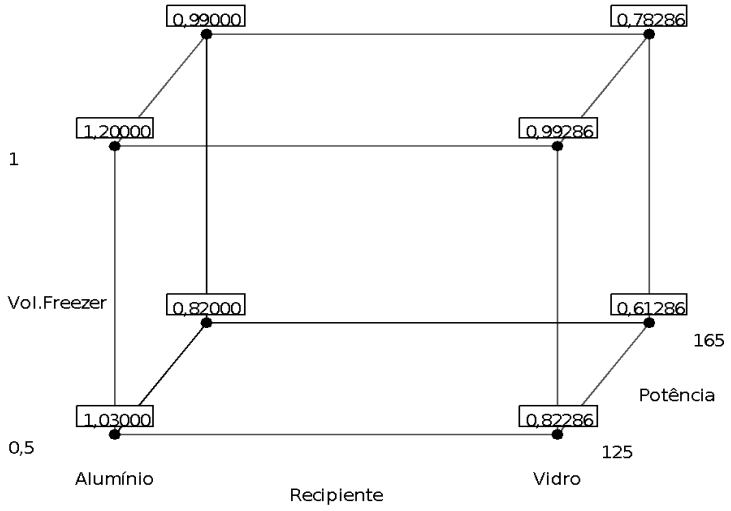
Tabela 3 – Resumo do modelo do tempo de estabilização

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
0,0138505	99,48%	99,25%	98,91%

Fonte: Autoria própria (2020)

As análises ainda indicaram que o modelo não apresentou observações influentes, logo foi aprovado no Teste 4. Além disso o Teste 5 revelou que o modelo é bem ajustado pois *Lack-of-Fit* = 0,852. O arranjo experimental do modelo refinado pode ser observado na Figura 5:

Figura 5 – *Cube Plot* para o tempo de estabilização



Fonte: Autoria própria (2020)

Com relação à variável de Consumo (W), obteve-se o seguinte modelo refinado com o apoio do método *Stepwise*:

Consumo (Wh) = 92,98 - 14,65 Recipiente + 49,10 Vol.Freezer

O Pareto para os efeitos significativos (Figura 6) corrobora que as variáveis de controle Recipiente e Potência impactam significativamente a variável de resposta. A partir disso, foi possível realizar a análise do experimento segundo os procedimentos recomendados para arranjos fatoriais completos com uma única réplica.

A análise de adequação do modelo pode ser verificada com o auxílio da analise variância (Tabela 4).

Figura 6 - Pareto para os efeitos significativos do tempo de estabilização

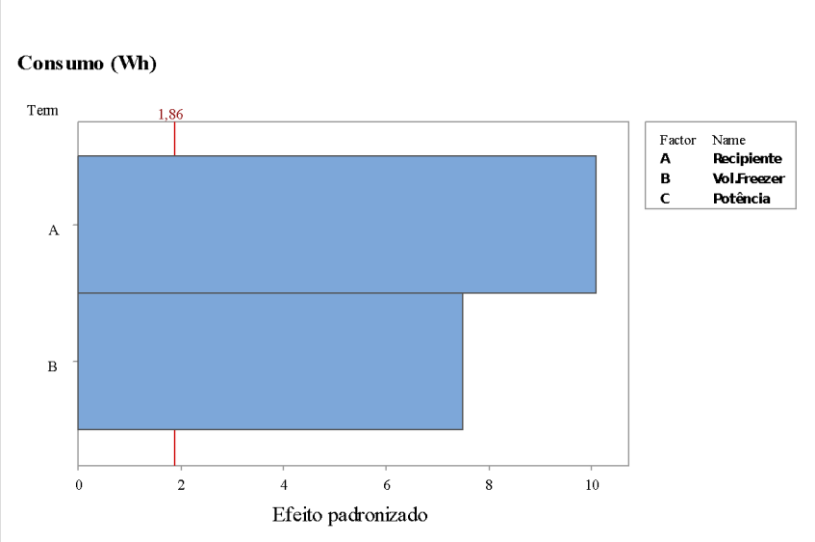


Tabela 4 - Resumo do modelo do consumo

	DF	Adj SS	Adj MS	F-valor	P-valor
Modelo	2	3389,59	1694,79	79,09	0,000
Linear	2	3389,59	1694,79	79,09	0,000
Recipiente	1	2184,18	2184,18	101,93	0,000
Vol. Freezer	1	1205,41	1205,41	56,25	0,000
Erro	8	171,43	21,43		
Curvatura	1	3,73	3,73	9,16	0,705
Lack-of-Fit	5	150,88	30,18	3,59	0,232

Fonte: Autoria própria (2020)

Para o Teste 1 de adequação do modelo de regressão simples, a hipótese nula foi rejeitada pois o P-valor < 0,05, logo é possível inferir que os fatores influenciam nas respostas.

Na Tabela 5 é observado o R quadrado ajustado para o Teste 2, como R-sq (ajustado) = 93,98% > 98%, é possível concluir que os pontos se ajustam na reta de regressão.

Tabela 5 – Análise de variância para o consumo

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
4,62908	95,19%	93,98%	88,45%

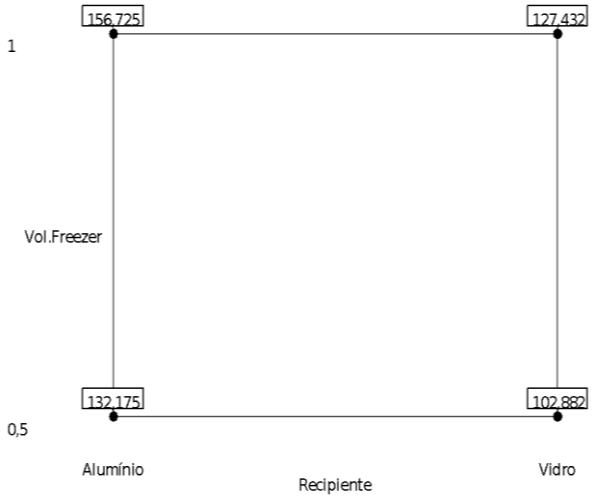
Fonte: Autoria própria (2020)

O teste de Anderson-Darling (Teste 3) para normalização dos resíduos indicou que os dados são bem modelados pela distribuição normal, pois o P-valor resultante foi igual a 0,395.

Assim como o modelo de regressão estabelecido para o tempo de estabilização, as análises ainda indicaram que o modelo não apresentou observações influentes, logo foi aprovado no Teste 4.

Além disso o Teste 5 revelou que o modelo é bem ajustado pois Lack-of-Fit= 0,852. O arranjo experimental do modelo refinado é descrito na figura a seguir:

Figura 7 – Cube Plot para o consumo



Fonte: Autoria própria (2020)

A análise do modelo proporcionou também identificar se a região de experimental era de ótimo, por meio da análise da curvatura (Tabela 6).

Tabela 6 – Análise da curvatura

	DF	**Adj SS**	**Adj MS**	**F-valor**	**P-valor**
Curvatura para o tempo de estabilização	1	0,000043	0,000043	0,20	0,672
Curvatura para o consumo	1	3,73	3,73	9,16	0,705

Fonte: Autoria própria (2020)

Como o valor de P para curvatura foi > 0,05 para as duas respostas, então podemos afirmar estaticamente que os fatores não apresentam um comportamento curvilíneo. A inclusão de pontos axiais seria fundamental para identificar uma região de ótimo, entretanto devido as limitações experimentais quanto a potência do freezer, essa análise não pode ser efetuada.

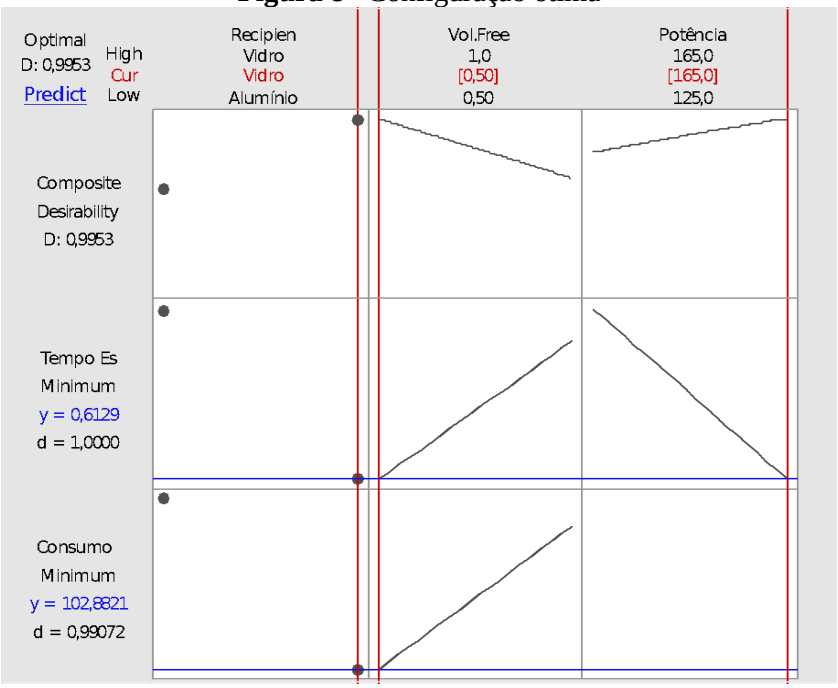
Tabela 7 – Acréscimo dos pontos axiais

Pontos	Blocos	Vol. Freezer	Potência	Recipiente
1	1	0,5	125	Alumínio
1	1	1	125	Alumínio
1	1	0,5	145	Alumínio
1	1	1	145	Alumínio
1	1	0,5	125	Vidro
1	1	1	125	Vidro
1	1	0,5	145	Vidro
1	1	1	145	Vidro
0	1	0,75	135	Vidro
0	1	0,75	135	Vidro
0	1	0,75	135	Vidro
-1	2	0,39644661	135	Vidro
-1	2	1,10355339	135	Vidro
-1	2	0,75	120,858	Vidro
-1	2	0,75	149,142	Vidro
0	2	0,75	135	Vidro
0	2	0,75	135	Vidro
0	2	0,75	135	Vidro

Fonte: Autoria própria (2020)

Sendo assim a combinação de resultados mais favorável aos parâmetros é demonstrada na Figura 8:

Figura 8– Configuração ótima



Fonte: Autoria própria (2020)

4. Conclusões

A proposta da presente pesquisa foi a de apresentar como uma aplicação das técnicas do DoE pode ajudar na escolha por pontos ideais de resfriamento de cerveja para que se atinja o tempo ideal de estabilização obtendo uma maior satisfação de apreciação da cerveja com a melhor relação do custo/benefício.

O principal alvo foi a identificação das variáveis e dos parâmetros que mais seriam influenciáveis ao processo como um todo e tendo sempre como principal objetivo a otimização dos resultados.

Através das análises dos resultados obtidos durante o experimento, foi possível identificar dentre os fatores (variáveis independentes ou variáveis de entrada) os itens que mais impactavam no resfriamento da cerveja: recipiente, volume e potência do freezer.

Os resultados obtidos com o experimento justificam que o processo de resfriamento da cerveja teve seu resultado otimizado, no que diz respeito a maximização da relação custo/benefício, quando os fatores em estudo foram manipulados entre os seguintes níveis: recipiente de vidro, volume máximo e potência máxima. Nesta situação, as variáveis de entrada ótimas foram: o volume do freezer ficou em 16 unidades de cerveja com recipiente de vidro e a potência ficou em 165Wh.

Desta forma, o consumo do refrigerador foi de 0,127kWh, o que gerou um custo de R$0,10 por hora de consumo (considerando a tarifa da energia elétrica em R$0,81).

Portanto, os resultados evidenciaram que a aplicação do DoE se trata de uma ferramenta prática para a análise de experimentos práticos, além de ser uma ferramenta bastante útil que também pode ser aplicada na indústria de modo geral e em projetos de pesquisa e desenvolvimento.

Este exemplo de aplicação do DoE, ilustra a aplicabilidade da técnica na realização de experimentos adversos que se aplicam ao nosso cotidiano e nos faz refletir sobre os outros fatores que poderiam ser considerados influentes no processo.

Ainda, com o objetivo de se obter melhores níveis de regulagem para o processo de resfriamento de cerveja sob estas condições, sugere-se que novas pesquisas e novos experimentos sejam realizados utilizando as técnicas do DoE.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPESQ (Fundação de Apoio à Pesquisa do Estado da Paraíba) e CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) para apoio financeiro e incentivo à pesquisa.

Referências

Bianchin, J.N., Nardini, G., Merib, J., Dias, A.N., Martendal, E., Carasek, E., 2014. Screening of volatile compounds in honey using a new sampling strategy combining multiple extraction temperatures in a single assay by HS-SPME-GC-MS. *Food Chem*. 145, 1061–1065.

Bruns, R. E.; Scarminio, I. S.; Neto, B. B. 1995. Planejamento e otimização de experimentos. Campinas: Editora da Unicamp.

Callao, M.P. 2014. Multivariate experimental design in environmental analysis. TrAC - Trends Anal. Chem. 62, 86–92.

Charry-Parra, G., DeJesus-Echevarria, M., Perez, F.J., 2011. Beer Volatile Analysis: Optimization of HS/SPME Coupled to GC/MS/FID. J. *Food Sci*. 76.

Da Silva, G.C., Da Silva, A.A.S., Da Silva, L.S.N., Godoy, R.L.D.O., Nogueira, L.C., Quitério, S.L., Raices, R.S.L., 2015. Method development by GC-ECD and HS-SPME-GC-MS for beer volatile analysis. *Food Chem*. 167, 71–77.

Edwin, V. C.; Carpinetti, L. C. R. 2004. Aplicação das técnicas de planejamento e análise de experimentos no processo de injeção plástica. *Gestão & Produção*, v.11, n.1. p.121-134.

Fratini, G., Lois, S., Pazos, M., Parisi, G., Medina, I., 2012. Volatile profile of Atlantic shellfish species by HS-SPME GC/MS. *Food Res*. Int. 48, 856–865.

Gonçalves, J.L., Figueira, J.A., Rodrigues, F.P., Ornelas, L.P., Branco, R.N., Silva, C.L., Câmara, J.S., 2014. A powerful methodological approach combining headspace solid phase microextraction, mass spectrometry and multivariate analysis for profiling the volatile metabolomic pattern of beer starting raw materials. *Food Chem*. 160, 266–280.

Leardi, R., 2009. Experimental design in chemistry: A tutorial. Anal. Chim. Acta 652, 161–172.

Leça, J.M., Pereira, V., Pereira, A.C., Marques, J.C., 2014. Rapid and sensitive methodology for determination of ethyl carbamate in fortified wines using microextraction by packed sorbent and gas chromatography with mass spectrometric detection. Anal. Chim. Acta 811, 29–35.

Lima Gomes, P.C.F., Barnes, B.B., Santos-Neto, Á.J., Lancas, F.M., Snow, N.H., 2013. Determination of steroids, caffeine and methylparaben in water using solid phase microextraction-comprehensive two dimensional gas chromatography-time of flight mass spectrometry. J. Chromatogr. A 1299, 126–130.

Montgomery, D. C. Design and Analysis of Experiments. Jonh Wiley: New York, 2013.

Montgomery, D. C.; Runger, G. C. Applied statistics and probability for engineers. Jonh Wiley: New York, 2003.

Morado, Ronaldo. 2017. Larousse da cerveja/ Ronaldo Morado. – São Paulo: Alaúde Editorial.

Tian, J., 2010. Determination of several flavours in beer with headspace sampling-gas chromatography. *Food Chem*. 123, 1318–1321

Welke, J.E., Zanus, M., Lazzarotto, M., Alcaraz Zini, C., 2014. Quantitative analysis of headspace volatile compounds using comprehensive two-dimensional gas chromatography and their contribution to the aroma of Chardonnay wine. *Food Res*. Int. 59, 85–99.