

PROTÓTIPO TERMOELÉTRICO APLICADO AO CONGELAMENTO DE GEL DE GELATINA SOB ALTAS TAXAS

Karla Silva^{1*}; Bruno Figueira Gomes²; Vivaldo Silveira Júnior².

¹COEAL - Coordenação de Engenharia de Alimentos, UTFPR – Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Campus Campo Mourão, PR.

²FEA - Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP.

Resumo: Sistemas termoelétricos de refrigeração de pequeno porte podem atingir temperaturas inferiores a 0 °C em pequenos períodos de tempo e mantê-las com precisão de 0,1 °C sendo, por isso, indicado nos estudos de congelamentos. Este trabalho utilizou um protótipo termoelétrico para congelamento rápido de gel de gelatina. Para avaliar o efeito da inércia da placa sobre a estruturação dos cristais de gelo, foram comparados os resultados de duas séries de ensaios: estabilização do conjunto placa-amostra a $3,0 \pm 0,1$ °C para aplicação de 24,5 W em potência elétrica; estabilização da placa com 24,5 W de potência elétrica (-20 ± 2 °C) para inserção da amostra. Foram registrados termogramas simultaneamente para sensores de temperatura posicionados nas quatro arestas superiores da interface placa-amostra, caracterizando as curvas de congelamentos. Depois de congeladas as amostras foram liofilizadas, possibilitando visualização dos cristais de gelo via microscopia óptica em temperatura ambiente. As divergências obtidas entre as temperaturas das extremidades do plano horizontal da placa refletiram na estruturação do gelo, ressaltando a importância da especificação das posições de monitoramento e laminação da amostra para avaliação qualitativa dos cristais de gelo. As imagens obtidas, para cinco planos de corte relativos ao centro da amostra, comprovaram que a inércia do sistema em atingir as condições de temperatura mínima acarreta em aumento no tamanho dos cristais de gelo, comparativamente ao procedimento inicializado com placa congelada. Os resultados comprovaram a eficácia e precisão do aparato para estudos de diferentes curvas de congelamento e subsequentes efeitos sobre a formação dos cristais de gelo.

Palavras-chave: Congelamento. Resfriador termoelétrico. Cristal de gelo.

Thermoelectric prototype applied to freezing of gelatin gel under high rates. Small thermoelectric refrigeration systems can reach temperatures under 0 °C in short time periods and keep them with 0.1 °C precision, so they are indicated to freezing studies. In this work a thermoelectric prototype was used to gelatin gel fast freezing. To evaluate the effect of plate inertia on the ice crystal structure were compared the results of two test series: plate-sample set stabilization at 3.0 ± 0.1 °C to application of 24.5 W of electric power; plate stabilization at 24.5 W of electric power (-20 ± 2 °C) to sample insertion. Thermograms were recorded simultaneously to temperature sensors located at four upper edges of the plate-sample interface, characterizing the freezing curves. After freezing the samples were lyophilized allowing the visualization of the ice crystals formed by optical microscopy under ambient temperature. The differences obtained between the plate extremity temperatures of the horizontal plain resulted in the ice structure, emphasizing the importance of the monitoring position specification and the sample lamination to evaluate qualitatively the ice crystals. The obtained images to five cut plains related to the sample center proved that the system inertia to reach the minimum temperature leads to an increase in the size of ice crystals when compared to the procedure started with the frozen plate. The results proved the effectiveness and precision of the device to different studies of freezing curves and subsequent effects on the ice crystals formation.

Keywords: Freezing. Thermoelectric cooler. Ice crystal.

1 Introdução

A garantia de qualidade dos produtos congelados está diretamente relacionada ao tamanho e quantidade de

cristais de gelo formados durante o congelamento (KENNEDY, 2000). De maneira geral, baixas taxas de congelamento implicam na formação de grandes cristais de gelo intercelulares, enquanto altas taxas resultam em pequenos cristais de gelo intracelulares (FENNEMA, 1973). Assim, a correlação do tamanho dos cristais de gelo com a taxa de diminuição da

* E-mail: karla@utfpr.edu.br

temperatura (taxa de congelamento) é crítica para a compreensão de como esse fenômeno compromete a qualidade do produto final (REGAND, 2003).

O estudo para verificação dos efeitos das condições de congelamento sob a estruturação do gelo torna-se bastante complexo, sopesando a grande variedade em estrutura, textura e composição dos alimentos. A proposta da utilização de uma amostra modelo, cujas composições e características sejam bem definidas e facilmente manipuladas simplifica, portanto, o estudo do congelamento. Nesse intuito, vários autores utilizaram o gel de gelatina como sistema modelo alimentar principalmente devido à homogeneidade de sua estrutura tridimensional (WOINET *et al.*, 1998; CHEVALIER *et al.*, 2000; ZHU *et al.*, 2005). A estrutura do gel de gelatina é formada por fios macromoleculares que são solúveis em água acima de, aproximadamente, 40 °C, sendo que abaixo desta temperatura eles progressivamente criam junções locais entre si que formam gradualmente uma rede tridimensional característica da estrutura gel. O gel de gelatina, depois de congelado, pode ser liofilizado para eliminação do gelo por sublimação sem danos a matriz estrutural formada e possibilitando sua visualização estrutural em temperatura ambiente (WOINET *et al.*, 1998).

Placas termoeletricas são definidas, por analogia, como bombas de calor no estado sólido que operam de acordo com o Efeito Peltier: um efeito de resfriamento ou aquecimento que ocorre quando uma corrente elétrica passa através de dois condutores (BELL, 2008). Um sistema de refrigeração termoeletrico possui características exclusivas de tamanho reduzido e ausência de partes móveis, longa vida útil, além de ser ambientalmente seguro quanto à inexistência de fluidos poluentes comparativamente aos principais sistemas de refrigeração atualmente utilizados (FERROTEC, 2011). Capaz de atingir temperaturas de formação de gelo em pequeno período de tempo e manter o controle de temperatura com precisão de até 0,1 °C, a refrigeração termoeletrica tem sido utilizada para estudos em congelamento. Ainda, o congelamento por contato direto entre a amostra e a placa termoeletrica é sugerido uma vez que evita trocas concorrentes de calor e possibilita o congelamento unidimensional (PEARSE, 1963; MIYAWAKY *et al.*, 2004; DEMIREL *et al.*, 2007).

Embora o conhecimento e utilização dos sistemas termoeletricos tenha sido significativo nos últimos anos (ROWE, 1995; ROWE, 2006), as aplicações no campo do congelamento ainda carecem de estudos minuciosos que caracterizem as interações e efeitos de diferentes condições operacionais do sistema. Nesse contexto, um protótipo termoeletrico foi projetado e montado para congelamento de amostras semissólidas por contato direto, dispondo de diferentes pontos para monitoramento e registro das temperaturas no sistema (SILVA; SILVEIRA, 2011). Devido ainda a habilidade da placa termoeletrica em atingir temperaturas inferiores ao ponto de congelamento, por imposição de degrau de potência elétrica, foi possível obter altas

velocidades de congelamento do gel de gelatina. De fato, não existem estudos quanto ao efeito da inércia da placa (arranque do sistema termoeletrico) sobre a formação dos cristais de gelo quando em condições de altas velocidades de congelamento.

A instrumentação do protótipo termoeletrico montado permitiu o monitoramento da temperatura e a identificação da transição de fase, em sistema modelo alimentício (gel de gelatina) congelado com a maior taxa possível, para degrau de potência 24,5 W em potência elétrica. O objetivo foi avaliar o uso da placa termoeletrica, bem como o efeito da transiência do equipamento (durante “start up”) sobre a curva de congelamento e estruturação dos cristais de gelo.

2 Material e Métodos

As amostras a serem congeladas, tomadas em triplicatas, consistiram de aproximadamente $9,5 \pm 0,5$ g de gel de gelatina 2% (p/p), cortadas em cubos com área de base 40 x 40 mm e altura 7 mm.

O aparato termoeletrico foi montado para congelamento (por troca de calor máxima de 76 W) de amostras semissólidas em placa de 40,0 x 40,0 mm (SILVA; SILVEIRA, 2011). A superfície em contato com a amostra foi instrumentada com quatro sensores termopares do tipo “T”, fixados nas arestas diagonais extremas da interface placa-amostra e nomeados P₁, P₂, P₃ e P₄. O sistema possibilitou o monitoramento e registro da corrente e da tensão inseridas no processo com uma interface gráfica permitindo os comandos, acompanhamentos, registros e análises dos sinais em tempo real. O congelamento foi individualizado, procedendo-se um pré-corte diagonal no canto esquerdo frontal (acima do termopar P₄) para identificação das posições relativas na amostra. A montagem do sistema placa-amostra e posicionamento relativo dos termopares na interface estão apresentados na Figura 1. Após colocação do gel na placa, a configuração permitiu que os sensores da superfície da placa (P₁, P₂, P₃ e P₄) ficassem imediatamente na interface gel-placa.

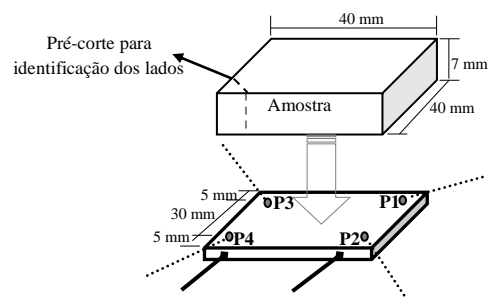


Figura 1: Posicionamento do gel para congelamento com especificação dos termopares (P₁, P₂, P₃ e P₄) fixados na interface placa-amostra em posições equidistantes das arestas.

Na prática comercial, o processo de congelamento é considerado completo quando a maioria da água congelável no centro do produto tenha sido convertida em gelo: isso é garantido quando a temperatura de equilíbrio do produto atinge $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ ou temperaturas inferiores (FELLOWS, 1987). Em testes preliminares de congelamento no protótipo, constatou-se que a inserção de 3,5 A de corrente e 7,0 V de tensão implicava em temperaturas médias na superfície da placa de $-20 \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ no gel de gelatina (CAMPANINI *et al.*, 2008). Assim, considerando a correlação direta entre a potência elétrica e a queda de temperatura da placa, a maior taxa de congelamento foi assim estabelecida pela imposição direta de 24,5 W em degrau de potência elétrica.

Para avaliação do efeito da inércia da placa em atingir as condições máximas de potência sobre a estruturação do gelo foi possível comparou-se duas séries de experimentos:

- **P.R.** (Placa Resfriada): colocação da amostra em placa até condições de equilíbrio com sistema refrigerado para posterior aplicação do degrau de potência;
- **P.C.** (Placa Congelada): aplicação de degrau de potência na placa, aguardando-se condições de estado estacionário das temperaturas mínimas para posterior introdução da amostra a ser congelada.

Após o congelamento a amostra foi imediatamente retirada do sistema e estocada em freezer a $-20 \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Na sequência, cada material congelado foi liofilizado em aparelho Labconco® para posterior laminação e visualização em microscópio óptico segundo condições estabelecidas em estudos preliminares (CAMPANINI *et al.*, 2008).

A laminação foi feita no volume central de $1,0 \times 1,0 \times 0,7\text{ cm}^3$ (largura x largura x espessura) da amostra, tanto no sentido paralelo como perpendicular ao plano de congelamento. Cada lâmina foi subdividida em três partes devidamente identificadas (Figura 2).

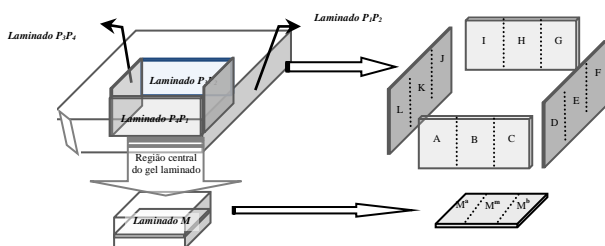


Figura 2: Esquema da laminação e nomenclatura da amostra para visualização em microscópio.

3 Resultados e Discussão

Os termogramas médios obtidos durante os congelamentos de amostras na série de experimentos especificada **P.R.** são mostrados na Figura 3.

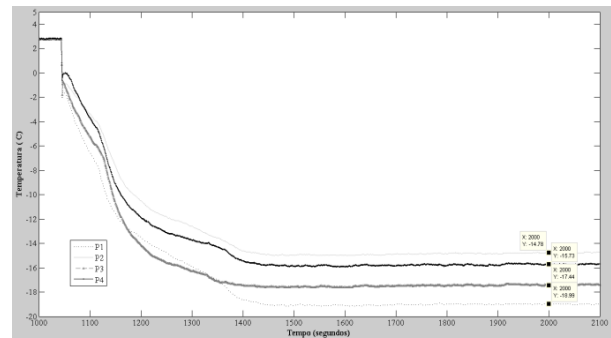


Figura 3: Termogramas de congelamento para gel de gelatina 2% congelado a partir de placa resfriada (**P.R.**).

Os resultados são reportados a partir de 15 minutos quando as temperaturas médias, para os quatro pontos de medida, foram estatisticamente iguais garantindo o equilíbrio térmico inicial do sistema: $T_{P1} \cong T_{P2} \cong T_{P3} \cong T_{P4} \cong 3,7 \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Aos 17 minutos, foi inserido o degrau de 24,5 W em potência, com conseqüente queda da temperatura no lado frio da placa até o súbito aumento da temperatura nos instantes iniciais do congelamento (subcongelamento). A curva tempo-temperatura obtida durante o processo foi característica para congelamento de alimentos, caracterizando, inclusive, o final do congelamento (RAHMAN *et al.*, 2002). Para identificar as coordenadas referentes ao salto característico do subcongelamento e ponto de congelamento inicial, utilizou-se subscrito para o número do sensor e sobrescrito a condição de ponto de subcongelamento (sub) ou congelamento (cong). Assim, as temperaturas de subcongelamento ($T_{P4}^{\text{sub}} = -0,7\text{ }^{\circ}\text{C} > T_{P2}^{\text{sub}} = -1,3\text{ }^{\circ}\text{C} > T_{P3}^{\text{sub}} = -1,8\text{ }^{\circ}\text{C} > T_{P1}^{\text{sub}} = -2,1\text{ }^{\circ}\text{C}$) e de início de congelamento ($T_{P4}^{\text{cong}} = 0,0\text{ }^{\circ}\text{C} > T_{P1}^{\text{cong}} = -0,7\text{ }^{\circ}\text{C} > T_{P2}^{\text{cong}} = -0,8\text{ }^{\circ}\text{C} > T_{P3}^{\text{sup}} = -1,4\text{ }^{\circ}\text{C}$) encontram-se ampliadas para cada um dos termogramas na Figura 4.

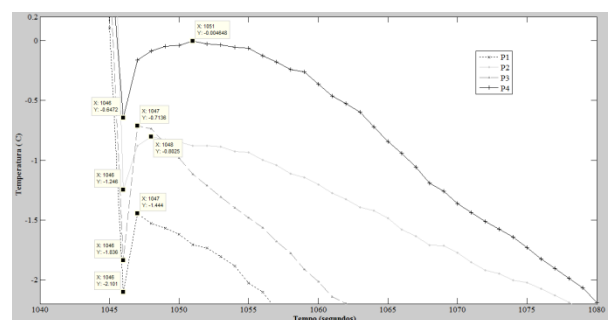


Figura 4: Ponto de subcongelamento e início de congelamento referente a detalhe ampliado da Figura 3.

Ressalta-se que os pontos de subcongelamento e de congelamento foram identificados no mesmo instante, apresentando uma variação média de temperatura de $0,7\text{ }^{\circ}\text{C}$ para os quatro sensores de temperatura. Houve, entretanto, divergência entre os valores locais, medidos no subcongelamento, para cada termopar posicionado. Após condições estáveis de temperatura de

congelamento, uma divergência significativa entre as temperaturas da placa estabeleceu-se a: $T_{P2}^{final} = -14,8 \pm 0,1 \text{ } ^\circ\text{C} > T_{P4}^{final} = -15,7 \pm 0,1 \text{ } ^\circ\text{C} > T_{P1}^{final} = -17,4 \pm 0,3 \text{ } ^\circ\text{C} > T_{P3}^{final} = -19,0 \pm 0,1 \text{ } ^\circ\text{C}$.

Podem ser verificados, na Figura 5, os termogramas para o processo de congelamento a partir da placa já estabilizada em potência de 24,5 W (colocação da amostra de gel em placa congelada), procedimento **P.C.** A placa vazia estabilizou em temperaturas médias, significativamente divergentes, para os quatro termopares posicionados: $T_{P2}^{inicial} = -14,0 \pm 0,2 \text{ } ^\circ\text{C} > T_{P4}^{inicial} = -17,2 \pm 0,2 \text{ } ^\circ\text{C} > T_{P1}^{inicial} = -9,2 \pm 0,3 \text{ } ^\circ\text{C} > T_{P3}^{inicial} = -20,2 \pm 0,3 \text{ } ^\circ\text{C}$. Prosseguindo, houve a colocação da amostra (inicialmente a $3,5 \pm 0,5 \text{ } ^\circ\text{C}$) sobre a placa, caracterizado pelo aumento instantâneo das temperaturas: $T_{P2}^{sup} = -6,7 \text{ } ^\circ\text{C} > T_{P4}^{sup} = -7,0 \text{ } ^\circ\text{C} > T_{P1}^{sup} = -9,5 \text{ } ^\circ\text{C} > T_{P3}^{sup} = -11,3 \text{ } ^\circ\text{C}$. Nos 15 minutos subsequentes a introdução da amostra, pode-se acompanhar a cinética do congelamento até estabilização em temperaturas médias ligeiramente superiores as verificadas para placa vazia, e divergentes estatisticamente quanto aos registros dos sensores: $T_{P2} = -14,9 \pm 0,1 \text{ } ^\circ\text{C} > T_{P4} = -15,9 \pm 0,1 \text{ } ^\circ\text{C} > T_{P1} = -19,5 \pm 0,1 \text{ } ^\circ\text{C} > T_{P3} = -20,5 \pm 0,1 \text{ } ^\circ\text{C}$.

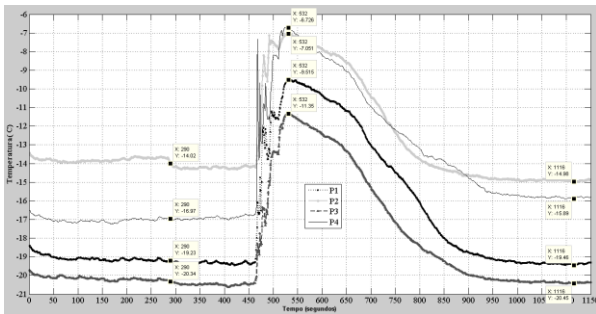


Figura 5: Termogramas para gel de gelatina 2% congelado a partir de placa congelada (**P.C.**).

Foram fotografadas as lâminas de todas as triplicatas, sendo selecionadas as mais nítidas. Na Figura 6, tem-se as imagens do plano mediano paralelo à placa nas posições extremas (M^a e M^b) e central (M^m). Essa visualização possibilita comparação dos efeitos inerciais da placa sobre a estruturação do gel, uma vez que a rigor são as imagens paralelas a direção do fluxo de calor. A grande divergência de valores de temperatura para os diferentes pontos adotados, tanto na série **P.R.** como na **P.C.**, corroboram para a hipótese de que um único ponto de medida para controle da temperatura de congelamento da placa induz a erro significativo dos dados de temperatura do processo, contrariando indicações comerciais (TE-Technology, 2008).

Focando na Figura 6 as duas séries de ensaios para cada uma das três posições na lâmina, constata-se que a série **P.C.** apresenta, para todas as subdivisões, estruturas de menor tamanho, evidenciando que a colocação da amostra em placa resfriada acarreta em

estruturas de maior tamanho. Na região central da placa (M^m), observa-se estruturas com tamanhos mais homogêneos comparativamente as demais áreas de seção transversal (M^a e M^b), fato justificado pelo menor gradiente de temperatura decorrente do isolamento térmico ao redor da amostra. Esses resultados sugerem a obrigação de se fixar o plano central da placa visando garantir a região de maior homogeneidade de temperatura e, consequentemente, melhor estruturação dos cristais de gelo.

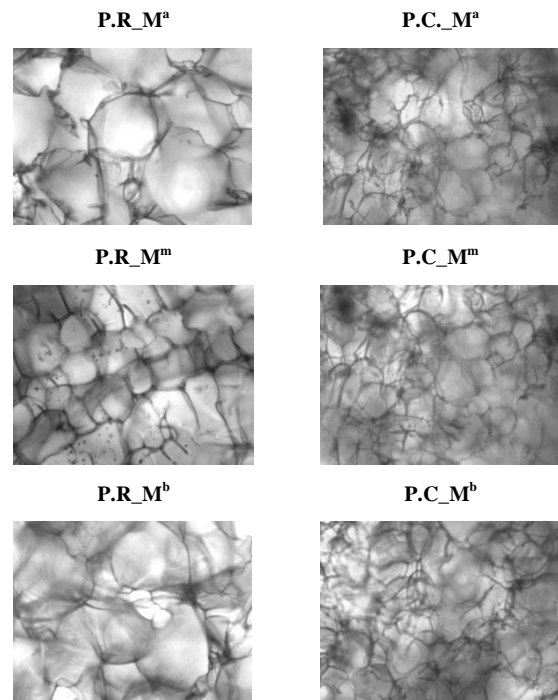


Figura 6: Imagem estrutural do gel no plano mediano paralelo a placa em três posições da lâmina (M^a , M^m , M^b) para séries **P.R.** e **P.C.**.

As imagens resultantes de lâminas amostradas em planos perpendiculares a placa de congelamento, foram agrupadas, segundo a proximidade das arestas da placa, facilitando a correlação do tamanho das estruturas com as temperaturas medidas nos pontos extremos (Figura 7).

Comparando-se as imagens entre as séries, fica evidente que as menores estruturas, para a mesma posição na lâmina, ocorreram no congelamento **P.C.**, comprovando mais uma vez que a inércia da placa em atingir a temperatura mínima acarreta em aumento no tamanho dos cristais. Passando a avaliação das lâminas extremas, agrupadas em I, II, III e IV na Figura 7, observa-se similaridade das estruturas entre os grupos (pares ortogonais). Constata-se assim que houve concordância entre o maior tamanho aparente da estrutura e a maior temperatura do termopar: maiores estruturas no grupo I (par ortogonal próximo ao termopar P_2 = maior temperatura pós-estabilização), menores estruturas no grupo IV (par ortogonal próximo ao termopar P_3 = menor temperatura pós-estabilização).

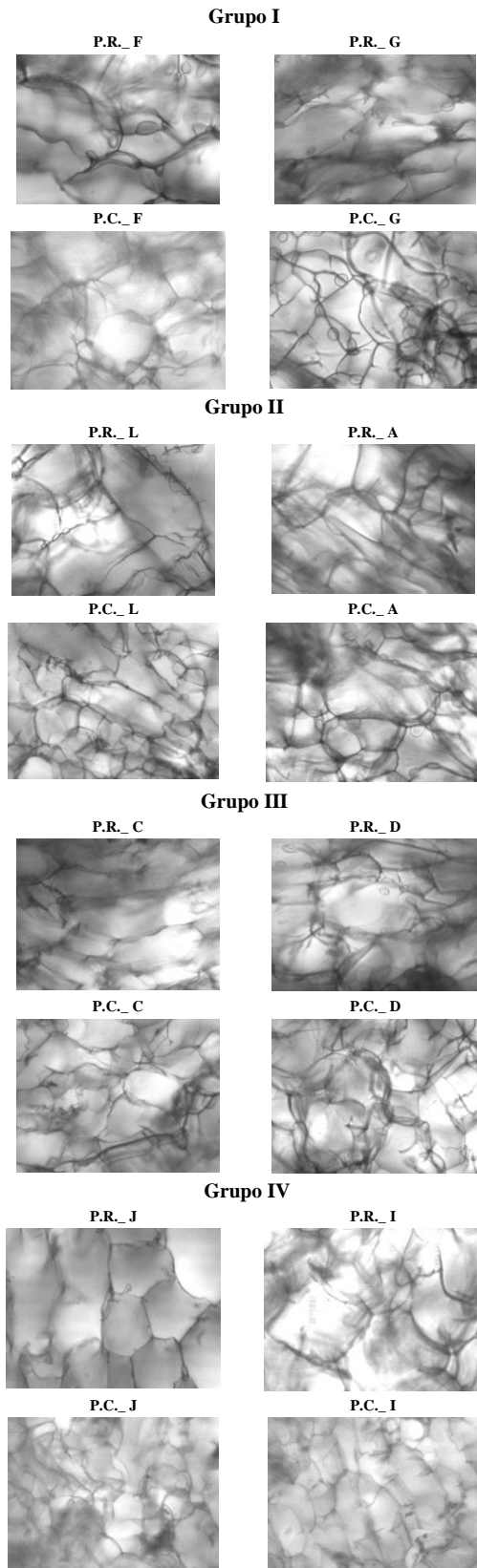


Figura 7. Microscopia estrutural do gel nos planos perpendiculares à placa de congelamento: Grupo I = lâminas próximas ao termopar P₂; Grupo II = lâminas próximas ao termopar P₄; Grupo III = lâminas próximas ao termopar P₁; Grupo IV = lâminas próximas ao termopar P₃; para séries P.R. e P.C..

Esses resultados inferem à importância da definição exata do ponto de amostragem e, principalmente, especificação quanto ao posicionamento dos sensores e condições de imposição da potência elétrica.

As imagens estruturais das posições centrais das lâminas perpendiculares ao plano da placa estão apresentadas na Figura 8. Observa-se que são formações mais alongadas, comparativamente às lâminas do plano central paralelo à placa, concordando com o esperado, uma vez que são afetadas pelo fluxo de calor de maneira mais irregular. Nessas imagens, confirmaram-se os menores tamanhos da série P.C. comparativamente a série P.R.

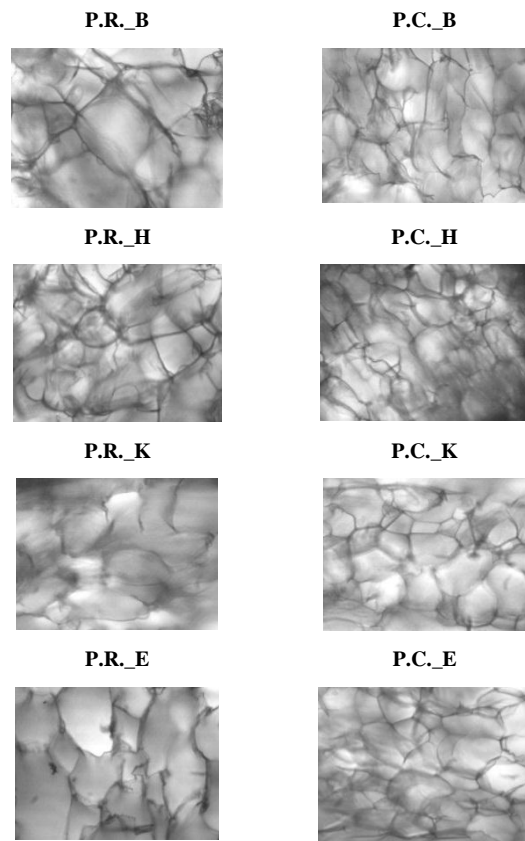


Figura 8. Microscopia estrutural do gel, em posições centrais das lâminas perpendiculares ao plano da placa termoelétrica.

Os resultados apresentados foram bastante similares aos obtidos por Miyawaki *et al.* (2004), que também já apontaram a diferença estrutural ao longo da espessura da amostra, entretanto pressupôs a homogeneidade térmica planar da placa, fixando termopares com preocupação exclusiva com a posição ao longo da espessura.

4 Conclusões

As divergências das imagens extremas das lâminas nos planos perpendiculares à placa concordaram com os

resultados esperados, considerando as temperaturas registradas nos termogramas, inferindo sobre a grande influência do gradiente de temperatura da superfície da placa, sobre o tamanho das estruturas dos cristais de gelo no gel. Contudo, as imagens das lâminas paralelas à placa confirmaram a boa homogeneidade e repetibilidade das estruturas na central da amostra, habilitando sua seleção para acompanhamento das alterações estruturais relativas a diferentes taxas de congelamento impostas à placa.

A submissão da amostra ao congelamento em placa estabilizada nas condições mínimas de temperatura atingidas com potência fornecida 25 W (condições da série P.C.) é tão rápido quanto ao congelamento das condições da série P.R., uma vez que nas duas séries a amostra congelou após tempo aproximado de 475 segundos. Entretanto, todos os resultados aludem que os efeitos de aumento súbito da temperatura na curva em declínio do congelamento estejam relacionados com a liberação de energia para formação dos núcleos de cristais de gelo.

O aparato termoeletrico mostrou-se de fato altamente adequado para estudo de efeitos do congelamento, em diferentes taxas, sob a estruturação do gelo, uma vez que possibilita alta precisão no controle e acompanhamento das temperaturas impostas sobre o sistema bem como propagadas ao longo da amostra.

5 Referências

- BELL, L. E. Cooling, Heating, Generating Power, and Recovering Waste Heat with Thermoelectric System. **Science**, v. 321, p. 1457-1461, 2008.
- CAMPANINI, E. T.; SILVA, K.; SILVEIRA Jr., V. Verificação do uso da microscopia óptica para a avaliação da estrutura de gelo formado em diferentes taxas de congelamento. In: **XVI Congresso Interno de Iniciação Científica da UNICAMP**, 2008.
- CHEVALIER, D.; LE BAIL, A.; GHOUL, M. Freezing and ice crystals formed in a cylindrical food model: part I. Freezing at atmospheric pressure. **Journal of Food Engineering**, v. 46, n. 1, p. 287-293, 2000.
- DEMIREL, H.; CIYLAN, B.; ERKAL, B.; YILMAZ, S. Design of a universal thermoelectric module test system for testing rat brain thermoelectric hypothermia. **IET Science, Measurement and Technology**, v. 1, n. 3, p. 160-165, 2007.
- FELLOWS, P. **Food Processing Technology: Principles and Practice**. Cambridge, CRC Press, 1987.
- FENNEMA, O.R. Nature of freezing process. In: FENNEMA, O.R.; POWRIE, W.D.; MARTH, E.H. (ed.) **Low temperature preservation of foods and living matter**, Marcel Dekker, New York, p. 151-222, 1973.
- FERROTEC. Disponível em: <<http://www.ferrotec.com/technology/thermoelectric>>, Acesso em: 27 de julho de 2011.
- KENNEDY, C. J. Future trends in frozen foods. In: KENNEDY, C. J.; **Managing frozen foods**. Cambridge: CRC Press, 2000.
- MIYAWAKI, O.; FUJII, T.; SHIMIYA, Y. Analysis of ice structure formed in frozen agar gel. **Food Science Technology Research**, v. 10, n. 4, p. 437-441, 2004.
- PEARSE, A. G. E. Rapid freeze-drying of biological tissues with a thermoelectric. **Journal of Science Instruments**, v. 40, p. 176-177, 1963.
- RAHMAN, M. S.; GUIZANI, N.; KHASEIBI, M. A.; HINAI, S. A. A.; MASKRI, S. S. A.; HAMHAMI, K. A. Analysis of cooling curve to determine the end point of freezing. **Food Hydrocolloids**, v. 16, p. 653-659, 2002.
- REGAND, A.; GOFF, H. D. Structure and ice recrystallization in dynamically frozen ice cream model systems. **Food Hydrocolloids**, v. 17, p. 95-102, 2003.
- ROWE, D. M. **CRC Handbook of thermoelectrics**, CRC Press, 1995.
- ROWE, D. M. **Thermoelectric handbook: macro to nano**, CRC Taylor & Francis, 2006.
- SILVA, K.; SILVEIRA Jr., V. Sistema para caracterização de materiais através da identificação de variações energéticas ocorridas durante tratamentos térmicos, aparato termosensível constituinte do sistema, método de utilização do mesmo e seus usos. Processo PII103311-8, 2011.
- TE-Technology Inc, **Thermoelectric temperature controller sensor attachment with notes on thermocouples**. Disponível em: http://www.tetech.com/docs/thermoelectric_temperature_controller_sensor_attachment_with_notes_on_thermocouples.pdf Acesso em: 14 de dezembro de 2008.
- WOINET, B.; ANDIEU, J.; LAURENT, M. Theoretical and experimental study of mean ice crystal size in model frozen foods. Part I. Heat transfer modelling. **Journal of Food Engineering**, v. 35, n. 4, p. 381-393, 1998.
- ZHU, S.; RAMASWAMY, H. S.; BAIL, A. L. Ice-crystal formation in gelatin gel during pressure shift versus convention freezing. **Journal of Food Engineering**, v. 66, n. 1, p. 69-76, 2005.